

ФИЗИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА  
КРИСТАЛЛОВ

УДК 535.3, 548.4, 548.55, 539.1.074

К 70-летию Института кристаллографии РАН

РАЗРАБОТКА МЕТОДА ОПЕРАТИВНОГО  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ СЛАБОГО ОСТАТОЧНОГО  
ПОГЛОЩЕНИЯ МОНОКРИСТАЛЛОВ  $\text{CaMoO}_4$   
В ОБЛАСТИ МАКСИМУМА СОБСТВЕННОЙ ЛЮМИНЕСЦЕНЦИИ

© 2013 г. О. А. Бузанов, В. М. Каневский\*, В. Н. Корноухов, Б. В. Набатов\*, В. В. Набатов\*,  
В. А. Федоров\*

ОАО “Фомос-Материалс”, Москва

\* Институт кристаллографии РАН, Москва

E-mail: fedorov-metrology@yandex.ru

Поступила в редакцию 27.05.2013 г.

Исследованы оптические и спектральные характеристики изотопно-обогащенных монокристаллов  $^{40}\text{Ca}^{100}\text{MoO}_4$ , выращенных методом Чохральского – перспективного материала для регистрации процесса двойного безнейтринного бета-распада. Рассмотрена возможность и методика спектрофотометрического контроля слабого остаточного поглощения в области максимума собственной люминесценции данного сцинтилляционного материала, предназначенного для создания нового поколения детекторов элементарных частиц.

DOI: 10.7868/S0023476113060076

ВВЕДЕНИЕ

Изотопно-обогащенные монокристаллы молибдата кальция  $^{40}\text{Ca}^{100}\text{MoO}_4$  (СМО) в настоящее время рассматриваются в качестве одного из перспективных сцинтилляционных материалов для создания детекторов нового типа, предназначенных для регистрации процессов двойного безнейтринного бета-распада [1, 2]. Исследование таких процессов направлено на решение одной из фундаментальных задач современной физики элементарных частиц: определение массы нейтрино и их принадлежности к частицам типа Дирака или Майорана [3, 4].

Для создания криогенных сцинтилляционных детекторов двойного бета-распада необходимы десятки и сотни килограммов монокристаллов высокого оптического и структурного совершенства. Одним из параметров, подлежащих контролю при разработке технологии получения (выращивания) используемых в таких детекторах монокристаллов СМО, является величина поглощения в области высвечивания их собственной люминесценции. Причем к величине поглощения предъявляются достаточно жесткие требования. Например, для детектора, создаваемого в рамках международной коллаборации AMORE, необходимы монокристаллы СМО с величиной показателя поглощения в области максимума собственной люминесценции ( $\lambda \sim 520$  нм), не превышающей  $0.01 \text{ см}^{-1}$  [1, 2].

Проблема оценки малых поглощений достаточно детально изучена в связи с развитием ла-

зерной техники и разработкой технологий получения лазерных кристаллов, материалов нелинейной оптики и устройств управления лазерным излучением. Были развиты как прямые фотометрические методы измерения слабого поглощения, основанные на известном законе Бугера [5], так и косвенные методы, при которых регистрируется изменение термофизических параметров, акустических колебаний, термооптических параметров, когда энергия светового потока переходит в теплоту, вызывающую нагрев материала и термоупругую деформацию в зоне локализации светового потока, акустические колебания решетки и другие ее формы [6–8]. К непрямым можно также отнести многочисленные внутрирезонаторные лазерные методы, основанные на сравнении потерь, вносимых в резонатор исследуемыми образцами, с потерями стандартных образцов (образцов сравнения) [9]. Некоторые из разработанных методов обладают высокой чувствительностью, однако отличаются сложностью измерений, требующих создания специальной уникальной аппаратуры, применения стандартных образцов, громоздких вычислений, точного знания физических параметров и коэффициентов. Кроме того, различные лазерные методики ограничены фиксированным набором длин волн, для которых определяются значения показателя поглощения.

Наиболее простым и универсальным способом определения показателей поглощения в широком спектральном диапазоне является спек-

трофотометрический метод [9]. Современные двухканальные спектрофотометры ведущих мировых производителей обладают высокой фотометрической точностью, стабильностью и хорошей воспроизводимостью результатов измерений. Однако определение с их помощью малых значений показателей поглощения  $\mu$  на уровне  $0.01 \text{ см}^{-1}$  и менее сопряжено с определенными методическими трудностями и требует специального рассмотрения.

Предметом настоящей работы является рассмотрение особенностей спектрофотометрического метода контроля слабого остаточного поглощения в области собственной люминесценции кристаллов СМО и тестирование выращенных образцов изотопно-обогащенных кристаллов, предназначенных для использования в сцинтилляционных детекторах нового типа.

### ВЫРАЩИВАНИЕ КРИСТАЛЛОВ СМО И ПОДГОТОВКА ОБРАЗЦОВ

Использованные в работе кристаллы молибдата кальция выращивались в установке с высокочастотным нагревом из шихты стехиометрического состава высокой чистоты по методу Чохральского. Этот метод является универсальным для выращивания высококачественных сцинтилляционных монокристаллов, к которым принадлежит молибдат кальция [1, 2]. Температура плавления молибдата кальция ( $t_{\text{пл}} = 1445^\circ\text{C}$ ) позволяет выращивать кристаллы в воздушной атмосфере, используя платиновый тигель ( $t_{\text{пл}} = 1769^\circ\text{C}$ ). Монокристаллы СМО при комнатной температуре и атмосферном давлении обладают структурой типа шеелита (тетрагональная сингония, пр. гр.  $I4_1/a$ ). В структуре СМО изолированные анионные тетраэдры  $[\text{MoO}_4]^{2-}$  соединены между собой ионами  $\text{Ca}^{2+}$ , находящимися в окружении восьми ионов противоположного знака.

На предприятии ОАО «Фомос-Материалс» процесс выращивания монокристаллов состоит из двух стадий (так называемый процесс двойной перекристаллизации). На первой монокристаллы выращиваются в платиновом тигле с относительно высокой скоростью 3–5 мм/ч. На второй стадии выращенные монокристаллы используются в качестве исходного материала для выращивания со скоростью 2–3 мм/ч конечного монокристалла. Процесс перекристаллизации позволяет снизить содержание радиоактивных примесей в монокристаллах СМО. Для снятия механических напряжений после завершения роста монокристаллы отжигаются в течение ~12 ч. Выращенные таким образом монокристаллы СМО имеют массу ~0.55 кг, диаметр до 49 мм и общую длину до 110 мм. При изготовлении сцинтилляционных элементов конусные части кристаллов (верх и низ

кристаллических буль) отрезаются, затем их торцы оптически полируются. В результате сцинтилляционные элементы имеют цилиндрическую форму с эллиптическим основанием, неполированную боковую поверхность и оптически полированные торцы. Непосредственно после выращивания монокристаллы имеют синюю окраску. Для обесцвечивания они длительно отжигаются в атмосфере кислорода [3, 4].

Монокристаллы СМО, полученные по этой технологии, но с применением более чистых исходных компонент, будут использоваться для изготовления сцинтилляционных элементов криогенного сцинтилляционного детектора коллаборации AMORE.

При разработке методики спектрофотометрического контроля остаточного поглощения в кристаллах СМО использовались измерительные образцы размером  $15 \times 15 \times 36\text{--}39 \text{ мм}^3$  с полированными торцами размером  $15 \times 15 \text{ мм}^2$ , ориентированные длинным ребром вдоль оптической оси кристалла с точностью  $\pm 10'$ . Точность ориентации образцов обеспечивалась рентгено-дифракционным методом контроля. Обработка поверхностей измерительных элементов осуществлялась методами оптической и химико-механической полировки. Качество обработки полированных поверхностей контролировалось методами атомно-силовой микроскопии. Анизотропия оптического поглощения исследовалась на ориентированных вдоль основных кристаллографических направлений полированных образцах размером  $10 \times 10 \times 10$  и  $27 \times 27 \times 27 \text{ мм}^3$ .

### ИЗМЕРИТЕЛЬНАЯ АППАРАТУРА

Спектры поглощения регистрировались на спектрофотометре исследовательского класса Cary-5000 (Agilent Technologies) с двухлучевой оптической схемой, преимущества которого заключаются в широком диапазоне регистрации (190–3300 нм), уникальной фотометрической точности и стабильности, хорошей точности установки длины волны, высокой чувствительности и низком уровне рассеянного света. Сравнительные эксперименты по измерению показателя поглощения кристаллов СМО проводились на двухканальном спектрофотометре лабораторного класса Cary-300 (Agilent Technologies).

Качество обработки и шероховатость полированных поверхностей измерительных элементов контролировались на сканирующем зондовом микроскопе SolverPro-M (НТ-МДТ, Россия), отличительной особенностью которого является возможность исследования крупногабаритных образцов.

**Таблица 1.** Результаты измерений оптической плотности  $D$  на длине волны 520 нм для серии образцов длиной 38 мм из кристаллов  $\text{CaMoO}_4$  со слабым остаточным поглощением на двух спектрофотометрах Cary-5000 и Cary-300

Образец	Среднее значение $D(520)$ для Cary-5000	Средне-квадратичная погрешность 10 измерений	Среднее значение $D(520)$ для Cary-300	Средне-квадратичная погрешность 10 измерений
1	0.1089	0.000042	0.0941	0.000092
2	0.1091	0.000042	0.0950	0.000042
3	0.1097	0.000042	0.0957	0.000053
4	0.1100	0.000042	0.0954	0.000042

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Одним из основных количественных критериев оптического совершенства материала является показатель поглощения  $\mu(\lambda)$ . Этот параметр и длина образца  $S$  определяют степень пропускания света образцом. Аналитически это выражается законом Бугера:  $I_{\text{прош}} = I_0 e^{-\mu S}$ , где  $I_0$  – поток света, падающий на образец,  $I_{\text{прош}}$  – поток, выходящий из образца,  $S$  – длина образца в направлении распространения света.

Сцинтилляционные кристаллы молибдата кальция СМО, выращенные на воздухе в платиновых тиглях при нормальном давлении, как уже отмечалось, имеют синюю или голубоватую окраску [3, 4]. Природа окраски “*as grown*” кристаллов молибдата кальция, не являющаяся предметом исследования в настоящей работе, анализировалась в [10–13]. Авторы [10] связывают полосу поглощения с максимумом в области  $\sim 680$  нм в отожженных в вакууме кристаллах с ионами  $\text{Mo}^{5+}$ ; по результатам исследования проводимости в диапазоне температур 20–850°C установлено наличие в таких кристаллах вакансий по кислороду  $\text{V}_\text{O}^{2-}$ . В [11] указанная полоса отнесена к центрам окраски, образованным кислородными вакансиями  $\text{V}_\text{O}^{2-}$ . В [12] длинноволновая полоса в спектрах поглощения поляризованного света предположительно связывается с переходами в центре  $(\text{MoO}_4)^{3-}$  и различных центрах окраски, образованных анионными вакансиями. Полученные здесь данные по анизотропии поглощения окрашенных кристаллов качественно соответствуют результатам [10, 13]. В любой из перечисленных моделей центров наблюдаемое поглощение в кристаллах СМО связывается с их обеднением по кислороду. Естественно, что длительный отжиг кристаллов в атмосфере кислорода приводит к обесцвечиванию выращенных кристаллов [3, 4]. Однако незначительное остаточное поглощение в области собственной люминесценции

монокристаллов с величиной показателя поглощения  $\mu(\lambda)$  более  $0.01 \text{ см}^{-1}$  оказывается нежелательным для криогенных детекторов и подлежит контролю на этапе отработки технологии получения монокристаллов.

Спектрофотометрический метод контроля показателя поглощения является наиболее предпочтительным в плане простоты и оперативности получения результатов при отработке технологии выращивания монокристаллов и их массовом контроле. Методика измерения показателей ослабления оптических материалов, в том числе обусловленных поглощением, регламентируется в РФ действующим стандартом [14]. Согласно с [14], измерение показателей поглощения в диапазоне значений  $\mu(\lambda)$  менее  $0.01 \text{ см}^{-1}$  требует использования специально разработанных фотометрических устройств, аттестованных с применением образцовых мер высокой точности, а также протяженных образцов определенного размера и геометрии. Использование для указанных целей типовых спектрофотометров не исключает появления систематической ошибки, присущей конкретной модели прибора и влияющей на результаты измерений. При измерении малых значений  $\mu(\lambda) \sim 0.01 \text{ см}^{-1}$  в кристаллах СМО указанная систематическая составляющая ошибки может быть соизмеримой с величиной искомого показателя поглощения  $\mu(\lambda)$ .

Данное обстоятельство иллюстрируется результатами проведенных измерений оптической плотности  $D(\lambda) = -\lg T(\lambda)$  ( $T$  – коэффициент пропускания) для серии образцов из кристаллов СМО со слабым остаточным поглощением на двух современных спектрофотометрах Cary-5000 и Cary-300 и на  $\lambda = 520$  нм, примерно соответствующей максимуму собственной люминесценции кристаллов СМО (табл. 1). Все образцы размером  $15 \times 15 \times 38 \text{ мм}^3$  были вырезаны из одной булы кристалла СМО, ориентированы вдоль оптической оси и оптически полированы в едином блоке. Измерения проводились с использованием специально разработанного кристаллодержателя, обеспечивающего высокую точность и воспроизводимость позиционирования образца в измерительном канале спектрофотометров. В таблице также приведено значение случайной составляющей погрешности измерений, рассчитанной на основании 10 прямых многократных измерений для каждого образца.

Как видно из табл. 1, оба прибора обеспечивают низкое значение среднеквадратичной погрешности измерения  $D(\lambda)$  не хуже  $4 \times 10^{-5}$  для Cary-5000 и  $9 \times 10^{-5}$  для Cary-300. Однако значения  $D(\lambda)$  для двух типов приборов различаются на величину  $\Delta D \sim 0.014\text{--}0.015$ , что в пересчете на показатель поглощения вполне сопоставимо со значе-

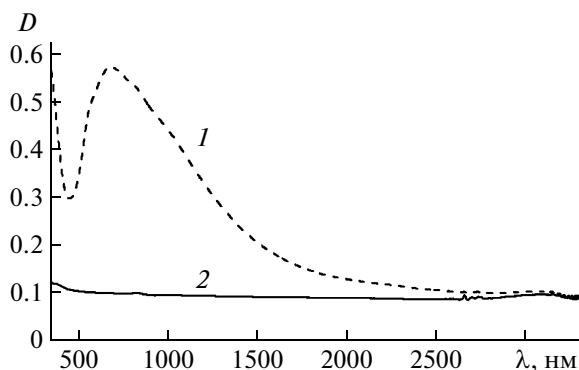


Рис. 1. Обзорный спектр поглощения кристаллов  $\text{CaMoO}_4$  (свет распространяется вдоль оптической оси): 1 – спектр “*as grown*” образца кристалла; 2 – спектр образца, подвергнутого отжигу в кислороде.

нием измеряемого остаточного поглощения в кристаллах СМО.

Что касается появления неконтролируемой систематической погрешности измерений, то к ней могут приводить следующие факторы: состояние поляризации световых пучков, неплоскостность и клиновидность полированных поверхностей исследуемых образцов, качество обработки их поверхностей (шероховатость). Эти факторы в данной работе учтены и минимизированы в соответствии с требованием ГОСТ 3520–92.

Возможное наличие неконтролируемой систематической погрешности измерений вряд ли связано с работой регистрирующей системы прибора. С большой долей вероятности эта погрешность вызвана оптической системой, формирующей световые потоки двух каналов: измерительного и канала сравнения. Дело в том, что в спектрофотометрах, как правило, не реализуется условие коллинеарности совокупности лучей, образующих световые пучки в каждом из каналов из-за абберрационных эффектов. Обычно в измерительной камере имеют место сходящиеся в какой-то мере пучки, имеющие каустику достаточно сложной формы, в минимум которой и помещают исследуемый образец. Область каустики, в которой пучок можно считать квазиколлинеарным, относительно невелика по протяженности и подходит для измерения небольших по толщине образцов. Однако для исследования монокристаллов СМО с показателем поглощения на уровне  $0.01 \text{ см}^{-1}$  и менее требуется использовать протяженные образцы длиной  $\sim 40 \text{ мм}$ . В связи с этим возникла необходимость оценить те поправки, которые требовалось бы внести в результаты вычислений показателя поглощения, основанных на применении закона

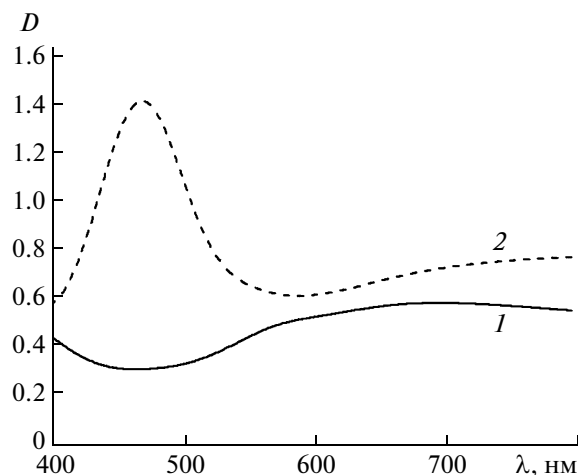


Рис. 2. Спектры поглощения окрашенных образцов кристаллов  $\text{CaMoO}_4$  для двух линейных поляризаций падающего света: 1 –  $\mathbf{E} \parallel \mathbf{c}$ , 2 –  $\mathbf{E} \perp \mathbf{c}$ .

Бугера, который действует исключительно для параллельных потоков света.

Задача измерения остаточного поглощения кристаллов СМО может быть решена путем сравнительных измерений на серийном спектрофотометре исследуемых образцов кристаллов и тестового образца с известным значением показателя поглощения, полученным на основе независимых измерений. Естественно, что при этом тестовый и исследуемые образцы кристаллов СМО должны иметь одинаковые геометрические параметры, ориентацию и качество обработки полированных поверхностей.

С целью выработки принципиальных аспектов методики измерения показателя поглощения тестовых образцов предварительно проводились исследования абсорбционных характеристик кристаллов СМО в широком спектральном диапазоне и экспериментальная оценка влияния на результаты измерений непараллельности лучей, образующих световые пучки, в каналах спектрофотометра.

Исследовались спектры поглощения образцов из окрашенных “*as grown*” кристаллов и образцов, подвергнутых дополнительной термической обработке в атмосфере кислорода для устранения окраски.

Обзорные спектры поглощения образцов, зарегистрированные на приборе Cary 5000 при распространении света вдоль оптической оси, показаны на рис. 1. На рис. 2 представлены спектры поглощения кристаллов СМО для линейно поляризованного света и двух неэквивалентных направлений вектора напряженности электрического поля  $\mathbf{E}$  в исследуемом образце:  $\mathbf{E} \parallel \mathbf{c}$  и  $\mathbf{E} \perp \mathbf{c}$  ( $\mathbf{c}$  – направление вектора оптической оси).

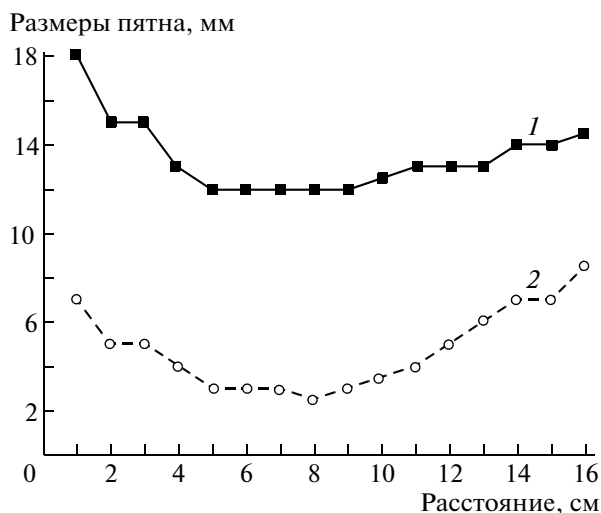


Рис. 3. Изменение геометрии пятна светового пучка в зависимости от удаления от входного окна измерительной камеры (1 — по высоте, 2 — по ширине).

Необходимость расширения спектрального диапазона исследований заключается в том, что в ближней ИК-области (2200–2500 нм) практически отсутствует поглощение, обусловленное центрами окраски в кристаллах СМО. Опираясь на известные кривые дисперсии показателя преломления  $n$  (или на его табличные значения), при расчете собственного поглощения тестового образца можно корректно учесть потери на отражение и определить поправку  $\Delta\mu$ , обусловленную искажениями геометрии пучка в протяженных образцах, а также другими факторами, которые будут более детально рассмотрены ниже. Действительно, из спектров окрашенных кристаллов СМО (рис. 1, кривая 1) видно, что в спектральной области 2200–2500 нм поглощение центров окраски практически отсутствует. Эта спектральная область может быть использована для оценки потерь, связанных с искажением геометрии пучка и другими факторами.

Для анализа влияния на результаты измерений непараллельности лучей в пучках спектрофотометра Cary 5000 проводилась экспериментальная оценка размеров и сходимости пучков света в измерительной камере. Было проведено последовательное фотографирование пятна светового пучка в зависимости от удаления от входного окна измерительной камеры. Результаты измерений приведены на рис. 3.

Полученная картина свидетельствует о том, что пучок света, падающий на образец, имеет слегка конусообразную форму, а протяженность области с минимальным поперечным сечением пучка составляет 40–45 мм. Эта область определяет размер образца по длине, при которой по-

грешность измерения показателя поглощения будет минимальной.

Проведена также оценка влияния сходимости на конечный результат измерений пропускания образцов. Важно было дать оценку величины погрешности, которая должна быть учтена при измерениях коэффициента пропускания в сходящихся пучках.

Сравнивались два варианта: один, когда пучок света, падающий по нормали к поверхности после ряда переотражений (в пределе — до бесконечности), выходит из образца, второй — когда пучок света падает под определенным углом к поверхности. Разница в коэффициентах пропускания будет говорить о величине погрешности.

Из данных рис. 3 следует, что угол падения для крайнего периферийного луча каустики составляет  $\theta_i = 4.3^\circ$ . При проведении численных оценок для наклонных пучков использовались следующие исходные данные:  $\theta_i = 4.3^\circ$  — угол падения,  $\theta_t = 2.15^\circ$  — угол преломления,  $n = 2$  ( $\lambda = 520$  нм), габариты образца  $15 \times 15 \times 38$  мм<sup>3</sup>, пучок падает на плоскость  $15 \times 15$  мм<sup>2</sup>. Отметим, что рассматривался вариант, когда пучки света распространяются вдоль оптической оси кристалла, что исключало необходимость учета двупреломления. При этом подразумевалось, что вектор  $\mathbf{E}$  перпендикулярен плоскости падения.

Оценки проводились на основе соотношений Френеля для данного направления вектора  $\mathbf{E}$ :

$$R = \frac{\sin^2(\theta_i - \theta_t)}{\sin^2(\theta_i + \theta_t)}, \quad T = \frac{\sin 2\theta_i \sin 2\theta_t}{\sin^2(\theta_i + \theta_t)}, \quad (1)$$

где  $R$  — коэффициент отражения,  $T$  — коэффициент пропускания,  $\theta_i$  — угол падения,  $\theta_t$  — угол преломления.

То обстоятельство, что в оценках будет рассматриваться случай только одной поляризации, принципиального значения не имеет.

Оценка количества переотражений  $j$  для наклонных лучей, сделанная на основе геометрических построений, показывает, что наклонные пучки испытывают в исследуемом образце многократные переотражения ( $j > 5$ ). Поскольку интересны потери на отражение, то показатель поглощения в материале берется равным нулю.

Ясно, что приведенная выше величина угла  $\theta_i = 4.3^\circ$  — это крайний случай, потому что в пучке лучей угол  $\theta_i$  будет меняться от  $4.3^\circ$  до  $0^\circ$ . Поэтому для оценок целесообразно взять усредненный угол, т.е.  $\theta_i = 4.3^\circ/2 = 2.15^\circ$ . Тогда  $\theta_t = 1.074^\circ$ .

При этих значениях углов были получены значения коэффициентов пропускания для случаев нормального ( $T_{\perp}$ ) и наклонного ( $T_{\parallel}$ ) падения лучей на границу раздела с учетом пяти переотражений. Вести подсчет с большим их числом нет необходимости, так как вклад переотражений с  $j > 5$

в суммарную величину пропускания образца не является сколь-либо значимым.

Разница между  $T_{\perp} - T_{\parallel} = \Delta T$  составила  $5 \times 10^{-4}$ . В относительных единицах это совсем небольшая величина:  $6.4 \times 10^{-4}$ .

Сделанные оценки приводят к следующим видам:

– пучок, сформированный оптической системой спектрофотометра Cary-5000, можно считать квазипараллельным;

– конфигурация светового пучка прибора Cary-5000 позволяет в пределах минимума кастикки (40–45 мм) при расчетах опираться на закон Бугера и использовать соотношения, учитывающие многократные переотражения внутри исследуемого образца из ГОСТ 3520-92 для определения показателя поглощения  $\mu$  и оценки погрешности измерений.

Рассмотренная оценка систематической погрешности для сходящихся пучков в результаты измерений на основе закона Бугера не исключает существования систематической ошибки за счет геометрических и иных искажений измерительного канала спектрофотометра Cary-5000, вносимым в него протяженным образцом.

Для проведения сравнительных измерений предлагается следующий способ определения показателя оптического поглощения тестовых образцов  $\mu_i(\lambda)$  (в данном случае в максимуме полосы собственной люминесценции кристаллов СМО на длине волны  $\sim 520$  нм). Его необходимо выполнять в два этапа. На первом этапе измеряют оптическую плотность  $D_i(\lambda)$  тестового образца на длине волны  $\lambda = 2200$  нм с использованием спектрофотометра с широким спектральным диапазоном регистрации (типа Cary-5000). На длине волны  $\lambda = 2200$  нм величина оптической плотности  $D_i(2200)$  в приближении пренебрежимо малого поглощения складывается из двух составляющих:  $D_{Fr}(\lambda)$ , характеризующей потери излучения при многократных переотражениях от обеих рабочих поверхностей образца, и поправки  $\Delta D_G$  на потери, обусловленные геометрическими и иными искажениями оптического тракта системы в связи с использованием протяженных образцов. Таким образом, можно записать

$$D_i(2200) = D_{Fr}(2200) + \Delta D_G. \quad (2)$$

Составляющая  $D_{Fr}(\lambda)$  рассчитывается по формуле

$$D_{Fr}(\lambda) = -\lg \frac{2n(\lambda)}{n^2(\lambda) + 1}. \quad (3)$$

Для кристаллов СМО  $D_{Fr}(2200) = 0.08865$ . Из (2) определяют поправку  $\Delta D_G$ .

На следующем этапе измеряют оптическую плотность тестового образца  $D_i(520)$  на требуемой

**Таблица 2.** Результаты определения показателя поглощения  $\mu$  на длине волны 520 нм из измерений оптической плотности для серии образцов длиной 38 мм из кристаллов  $\text{CaMoO}_4$

Образец	$D_i(2200)$	$\Delta D_G$	$D_i(520)$	$\mu_i(520), \text{см}^{-1}$
1	0.0911	0.00245	0.1080	0.00203
2	0.0882	-0.00045	0.1103	0.00340
3	0.0893	0.00065	0.1097	0.00296
4	0.0875	-0.00115	0.1099	0.00348

длине волны  $\lambda = 520$  нм, которая определяется соотношением

$$D_i(520) = \mu_i(520)S + D_{Fr}(520) + \Delta D_G, \quad (4)$$

где  $\mu_i(520)$  – показатель поглощения материала образца на длине волны 520 нм,  $S$  – длина образца в направлении измерений,  $D_{Fr}(520) = 0.09782$ .

Показатель поглощения  $\mu_i(\lambda)$  тестового образца на длине волны  $\lambda = 520$  нм на основании (4) рассчитывают по формуле

$$\mu_i(520) = [D_i(520) - \{D_{Fr}(520) + \Delta D_G\}]/S. \quad (5)$$

Результаты определения по указанной процедуре  $\mu_i(520)$  для серии образцов из кристаллов СМО приведены в табл. 2.

С целью устранения эффектов, связанных с дихроизмом (анизотропией поглощения) кристаллов СМО, измерения проводились вдоль оптической оси кристаллов, для чего изготавливались соответствующие ориентированные образцы. В расчетах использовались данные по дисперсии показателей преломления кристаллов СМО, взятые из [15]. По рассмотренной методике принципиально можно определить  $\mu_i(\lambda)$  на любой длине волны.

Тестовые образцы с определенным по рассмотренной методике значением  $\mu_i(\lambda)$  могут быть использованы для сравнительных испытаний и контроля кристаллов СМО на других стандартных двухканальных и одноканальных спектрофотометрах. Для этого последовательно измеряют величины оптической плотности тестового образца  $D_i(\lambda)$  и оптической плотности серии исследуемых образцов  $D_j(\lambda)$ . Затем значения показателей поглощения  $\mu_j(\lambda)$  исследуемых образцов рассчитывают по формуле

$$\mu_j(\lambda) = \mu_i(\lambda) + [D_j(\lambda) - D_i(\lambda)]/S. \quad (6)$$

Предложенная методика отличается тем, что процедура определения поглощения  $\mu_j(\lambda)$  серии образцов не является трудоемкой и может проводиться в оперативном режиме при поточном контроле оптической прозрачности монокристаллов молибдата кальция  $\text{CaMoO}_4$ .

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проанализирована процедура определения слабого остаточного поглощения в кристаллах  $\text{CaMoO}_4$  на стандартном спектрофотометрическом оборудовании с использованием тестовых образцов из тех же кристаллов. Разработана методика измерения и расчета спектральных зависимостей показателя поглощения в видимой области для тестовых образцов из кристаллов  $\text{CaMoO}_4$  на основе анализа: спектров поглощения в спектральном диапазоне 350–3300 нм, геометрических параметров пучка спектрофотометра в области каустики, данных дисперсии показателя поглощения.

Рассмотренная методика может быть использована для анализа абсорбционных характеристик и оптического совершенства других одноосных кристаллических материалов с подобными спектральными характеристиками.

Работа была выполнена при поддержке Минобрнауки (ГК № 16.523.11.3013) с использованием оборудования ЦКП ИК РАН.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Nagornaya L.L., Danevich F.A., Dubovik A.M. et al. // IEEE Transactions on Nuclear Science. 2009. V. 56. P. 2513.
2. Belogurov S., Kornouchov V., Annenkov A. et al. // Trans. Nucl. Sci. 2005. V. 52. P. 1131.
3. Alenkov V., Buzanov O.A., Khanbecov N. et al. // Cryst. Res. Technol. 2011. V. 46. P. 1223.
4. Annenkov A.N., Buzanov O.A., Danevich F.A. et al. // Nucl. Instrum. Methods. A. 2008. V. 584. P. 334.
5. Ландсберг Г.С. Оптика. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2003. 848 с.
6. Pinnow D.A., Rich T.C. // Appl. Optics. 1975. V. 14. № 5. P. 1128.
7. Winnery H.Ch.J.R. // Appl. Optics. 1973. V. 12. № 1. P. 72.
8. Hordrik A., Schlisberg H. // Appl. Optics. 1977. V. 16. № 1. P. 101.
9. Бурлаков В.С., Жуковский В.В., Ставров А.А. // Квантовая электроника. 1978. Т. 5. № 1. С. 13.
10. Shirk J.S., Harris T.D., Mitchell J.W. // Anal. Chemistry. 1980. V. 52. N 11. P. 1701 – 1705.
11. Bollmann W. // Krist. und Technol. 1978. B. 13. S. 1001.
12. Liu T., Chen J., Feinan Y. // J. Lumin. 2009. V. 129. P. 101.
13. Böhm M., Herrmann S., Scharmann A. // Phys. Status. Solidi. A. 1981. V. 68. P. 129.
14. Zakharko Ya., Luchechko A., Syvorotka I. et al. // Radiat. Measurements. 2010. V. 45. P. 429.
15. ГОСТ 3520-92. Материалы оптические. Методы определения показателей ослабления.
16. <http://refractiveindex.info/?group=CRYSTALS&material=CaMoO4>