

ОБЩАЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ
ТЕХНИКА

УДК 535.376/379 + 543.7

УСТАНОВКА ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ
ОПТИЧЕСКОЙ КЕРАМИКИ МЕТОДОМ СМЕЩЕНИЯ ЛУЧА
ПЛОСКОПАРАЛЛЕЛЬНОЙ ПЛАСТИНОЙ

© 2013 г. В. В. Осипов, А. Н. Орлов, В. И. Каширин, В. В. Лисенков

Институт электрофизики УрО РАН

Россия, 620016, Екатеринбург, ул. Амундсена, 106

E-mail: orlov@iep.uran.ru

Поступила в редакцию 07.02.2012 г.

Разработана установка для измерения показателя преломления твердых прозрачных образцов оптической керамики по смещению луча плоскопараллельной пластиной в диапазоне длин волн от 400 до 1200 нм. Минимальные поперечные размеры исследуемых объектов составляют 5–12 мм, а толщина — 0.3–1 мм. Для улучшения точности измерения показателя преломления использованы эталонный образец и точная система формирования и регистрации оптического сигнала с шаговым двигателем с дискретностью шага <1 мкм. Размер измерительного пучка в поперечном сечении <<1 мм. Точность определения показателя преломления составляет ± 0.004 .

DOI: 10.7868/S0032816213010102

ВВЕДЕНИЕ

В последние годы интенсивно ведутся исследования в области создания материалов с использованием нанотехнологий. Одним из важных направлений на этом пути является создание оптической керамики для активных сред твердотельных лазеров. Преимущества лазерных керамик перед монокристаллами очевидны — это возможность создания многослойных элементов с размерами, превышающими размеры монокристаллов, введение большей концентрации активных центров, меньшее время и стоимость изготовления [1, 2].

Важной частью в работе по созданию прозрачной керамики с необходимыми свойствами является контроль оптических параметров.

Показатель преломления n оптически прозрачного вещества наряду с коэффициентами пропускания и ослабления является важнейшей его характеристикой.

Экспериментальные образцы оптической керамики обычно имеют толщину 0.3–3 мм и их поперечные размеры составляют 5–20 мм, что накладывает ограничения при выборе методов измерения показателя преломления. Так, для его определения с помощью стандартного гониометр-спектрометра необходимы образцы больших размеров (30–50 мм).

Керамика из $\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ и других подобных составов относится к оптически плотным материалам, что также вызывает трудности при определении n . Так на длине волны $\lambda = 1.06$ мкм показатель преломления оксида иттрия с неодимом составляет 1.91 [3], что делает неприемлемым использова-

ние существующих серийных рефрактометров для определения n . Диапазон измерения показателя преломления для ближней инфракрасной области спектра существующих рефрактометров не превышает 1.86. Например, для многоволновых рефрактометров Аббе DR-M4 японской фирмы ATAGO диапазон измерения показателя преломления составляет 1.5164–1.9164 ($\lambda = 450$ нм), 1.4700–1.8700 ($\lambda = 589$ нм), 1.4558–1.8557 ($\lambda = 680$ нм).

Другим отличительным параметром образцов из оксида иттрия с неодимом является наличие в их спектре большого количества широких и интенсивных полос поглощения Nd^{3+} , что затрудняет определение коэффициента преломления методами, основанными на прохождении измерительного луча через образец из-за аномальной дисперсии вблизи и в пределах полос поглощения. Поэтому рефрактометры с фиксированными длинами волн излучения для измерения n таких образцов непригодны.

По этой же причине показатель преломления оптических материалов часто определяют без легирующих элементов, основываясь на том, что эти добавки хотя и влияют на показатель преломления, но незначительно. Так, например, показатели преломления на длине волны 1.064 мкм оптических керамик из Y_2O_3 и $1\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ отличаются на 0.02 и составляют соответственно 1.89 [4] и 1.91 [3]. При значительных поглощениях образцов такое приближение не дает заметной погрешности в расчетах коэффициента ослабления, но при относительно слабых поглощениях (~1%) коэффициент ослабления необходимо рассчитывать

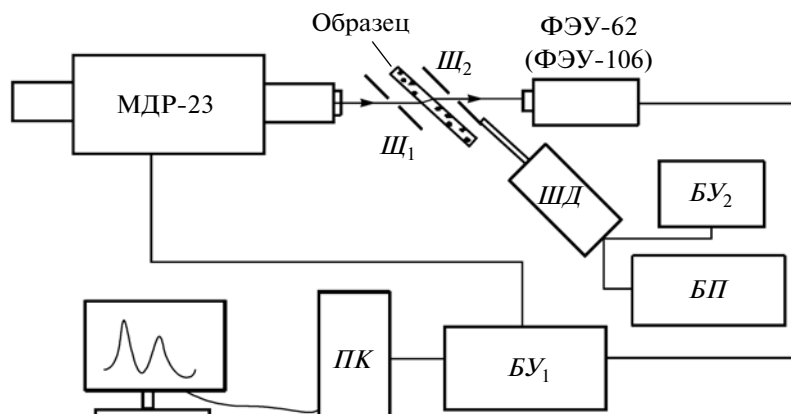


Рис. 1. Блок-схема экспериментальной установки. БУ₁ – блок управления и регистрации к монохроматору МДР-23; БУ₂ – блок управления и БП – блок питания шагового двигателя ШД; Щ₁, Щ₂ – щели; ПК – персональный компьютер.

с использованием показателей преломления с учетом легирующих элементов. К сожалению, мы не нашли в существующей литературе экспериментальных зависимостей $n = n(\lambda)$ для Nd³⁺:Y₂O₃ и других керамик.

При больших значениях показателя преломления ($n \geq 1.86$) отклонения луча становятся значительными, и измерить его методом внутреннего отражения при помощи стандартных приборов нельзя. В этом случае можно использовать метод смещения луча плоскопараллельной пластиной.

Этот метод при малых значениях показателя преломления ($n \approx 1.3 \pm 0.3$) и небольших толщинах образцов (1–2 мм) дает значительные погрешности, но при $n \geq 1.86$ и ширине сканирующего луча ≈ 20 мкм, а также при толщине образца ≥ 5 мм он уже приемлем, когда в определении коэффициента преломления достаточна точность в третьем знаке после запятой, что и показано в настоящей работе.

Таким образом, цель данной работы – создание установки и разработка методики определения показателя преломления методом смещения луча плоскопараллельной пластиной в сочетании с монохроматором для плавной перестройки длины волны измерительного луча.

ОПИСАНИЕ УСТАНОВКИ И МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ

Для определения показателя преломления n образца из оксида иттрия с неодимом на базе спектрального комплекса с монохроматором МДР-23 была собрана экспериментальная установка, блок-схема которой приведена на рис. 1

Излучение лампы накаливания ОПП-33, выделенное монохроматором, направлялось на образец оптической керамики под определенным углом через формирующую щель Щ₁. Далее измерительный луч преломлялся исследуемым образ-

цом и эталоном (на рис. 1 не показан) и регистрировался высокочувствительными фотоумножителями ФЭУ-106 или ФЭУ-62, электрические сигналы от которых поступали в блок управления и регистрации к монохроматору МДР-23 (БУ₁). Полученные данные обрабатывались на персональном компьютере ПК. Сканирование лучей производилось перемещением щели Щ₂ с помощью четырехфазного шагового двигателя ШД (AD-200-22) с блоками питания БП (GSM-H60S24-EX) и управления БУ₂ (SMSD-3.0).

При падении луча под углом i он преломляется в образце на угол j (см. рис. 2). Преломленный луч, выходя из образца, вновь меняет свое направление и далее распространяется параллельно падающему [5]. При этом луч смещается вдоль нижней поверхности на расстояние x . Измерив смещение луча, можно определить показатель преломления вещества образца по формуле

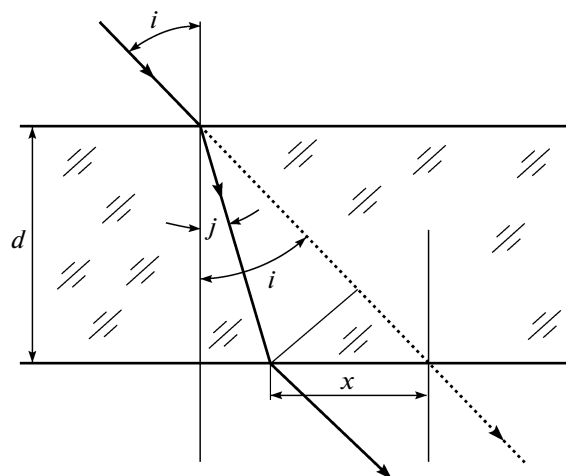


Рис. 2. Оптическая схема преломления луча.

$$n = \frac{\sin i}{\sin \left[\arctg \left(\operatorname{tg} i - \frac{x}{d} \right) \right]}, \quad (1)$$

где i — угол между падающим лучом и нормалью к поверхности пластины; x — смещение луча от первоначального положения; d — толщина пластины.

Из формулы (1) видно, что показатель преломления n можно вычислить, экспериментально измерив угол падения i , толщину образца d и величину смещения x .

Для большинства расчетов коэффициента ослабления образцов оптической керамики достаточно знать показатель преломления с точностью до третьего знака после запятой в значении n . Чтобы показать правомерность выбранного метода для определения показателя преломления, нами были определены допустимые погрешности при измерениях смещения луча x , толщины образца d и угла дополнительного смещения (или клиновидности) $\Delta\delta$, которые соответственно составили ± 0.005 мм, ± 0.003 мм и $\pm 1'$.

Для обоснования методики измерений были проделаны расчеты по влиянию на точность измерений клиновидности образцов $\Delta\delta$. Непараллельность граней пластин приводит к дополнительному смещению измерительного пучка на Δx . Отпуская предварительные вычисления, приводим формулу, учитывающую клиновидность пластины. Величина дополнительного смещения определяется согласно выражению

$$\Delta x = \Delta\delta \frac{l \sqrt{1 - \frac{\sin^2 i}{n^2}}}{\cos^2 i}, \quad (2)$$

где l — расстояние сканирующей щели от нижней грани пластины.

Из приведенного выражения (2) находим расчетную формулу для вычисления допустимого угла клиновидности

$$\Delta\delta = \Delta x \frac{\cos^2 i}{l \sqrt{1 - \frac{\sin^2 i}{n^2}}}. \quad (3)$$

Чтобы непараллельность граней призмы не приводила к ошибкам измерений показателя преломления, величина смещения измерительного луча x должна измеряться с точностью не хуже ± 5 мкм. Подставляя в выражение (3) $l = 2$ мм, $i = 45^\circ$, находим $\Delta\delta = 0.905' \approx 54''$. Так как параллельность противоположных поверхностей пластины имела точность $\Delta\delta \approx \pm 5''$, то можно сделать вывод о том, что в нашем случае непараллельность в изготовлении измерительной пластины на точность измерений n не влияет.

Известно, что оптические параметры материалов не остаются постоянными при изменении температуры, но нами измерения коэффициента преломления проводились без термостатирова-

ния при температуре $T = 20 \pm 4^\circ\text{C}$. Зависимость основного показателя преломления вещества от температуры характеризуется термооптической постоянной $\beta_{\text{очн}}$. Для большинства материалов $\beta_{\text{очн}} = \Delta n / \Delta T$ лежит в пределах $(1-100) \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ [6]. При $\beta_{\text{очн}} = 100 \cdot 10^{-7} \text{ K}^{-1}$ и $\Delta T = 10^\circ\text{C}$ изменение показателя преломления вещества Δn не превышает $1 \cdot 10^{-4}$. Из этой оценки можно заключить, что при определении показателя преломления с точностью до третьего знака после запятой в значении n можно пренебречь влиянием температуры на данный параметр исследуемых образцов.

Для определения показателя преломления методом смещения луча плоскопараллельной пластиной согласно формуле (1) необходимы точные значения толщины пластины d . Однако линейные размеры L твердых тел также зависят от температуры T . Относительное изменение линейного размера твердого тела при нагревании на температуру ΔT вычисляется из следующего выражения:

$$\Delta L = \alpha L \Delta T, \quad (4)$$

где α — коэффициент линейного термического расширения.

Коэффициент термического расширения Y_2O_3 равен $7 \cdot 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$ [3], $L = 4.7$ мм, $\Delta T = 8^\circ\text{C}$. Подставляя эти значения в формулу (4), получаем $\Delta L = 0.26$ мкм. Изменение толщины плоскопараллельной пластины из-за температурных колебаний в пределах $\pm 4^\circ\text{C}$ значительно меньше погрешности измерения линейных размеров, которая составляет ± 2 мкм, и им также можно пренебречь.

Измерительный образец был изготовлен в виде пластины размерами $4.733 \times 9.65 \times 1.19$ мм на контактном приспособлении $\varnothing 200$ мм. Измерение клиновидности проводилось с помощью оптиметра. Плоскопараллельность противоположных граней длиной 4.733 мм составляла $\approx 5''$. Линейные размеры образцов определялись с помощью эталонного микрометра первого класса МКЦ-25 (цена делений 1 мкм, погрешность измерения ± 2 мкм). Аналогично была изготовлена и эталонная плоскопараллельная пластина из стекла К8. Ширина щели $Ш_1$ варьируется в пределах 30–120 мкм и устанавливается в зависимости от влияния дифракций Френеля и Фраунгофера на результаты измерений.

Точность определения показателя преломления исследуемого образца сильно зависит от точности измерения угла падения i . Непосредственное нахождение угла падения светового луча является отдельной сложной задачей и требует точных оптических механизмов типа гониометров. Поэтому для этой цели нами применен дополнительный оптический элемент (эталон) — плоскопараллельная прозрачная пластина из стекла К8 с известным показателем преломления. Зная показатель преломления n , толщину дополнительного оптического элемента d и величину

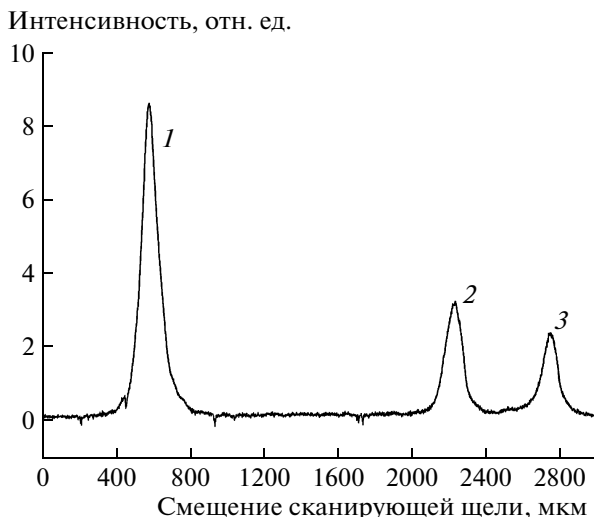


Рис. 3. Зависимости интенсивности излучения от величины смещения сканирующей щели: ширина щелей $Ш_1$ и $Ш_2$ равна соответственно 90 и 28 мкм; длина волны излучения $\lambda = 715$ нм. Пики 1, 2, 3 соответствуют опорному, эталонному и измеряемому сигналам.

смещения луча x при прохождении через этот образец, из выражения (1) находим угол падения i .

Исследуемый образец и дополнительная прозрачная плоскопараллельная пластина устанавливаются вместе, и измерительные грани располагаются на одной плоскости. Высота луча выбирается таким образом, что часть излучения измерительного пучка, проходя мимо плоскопараллельных пластин, распространяется без преломления и формирует опорный сигнал. Распределение интенсивности в зависимости от расстояния получается при последовательном сканировании опорного и смещенных лучей с помощью узкой щели $Ш_2$ шириной 10–30 мкм, которая перемещается высокоточным шаговым двигателем $ШД$. Полученные данные обрабатываются на персональном компьютере.

Совместно сканированный результат представлен в виде зависимости интенсивности от величины смещения в микрометрах (см. рис. 3), где первый пик обозначает опорный сигнал, второй — эталонный, третий — данные от измеряемого образца.

На рис. 4 представлены обработанные результаты измерений в виде зависимости показателя преломления керамики от длины волны, откуда видно, что показатель преломления убывает с ее ростом.

Таким образом, создана установка для определения показателя преломления небольших образцов оптической керамики методом смещения луча плоскопараллельной пластиной в диапазоне

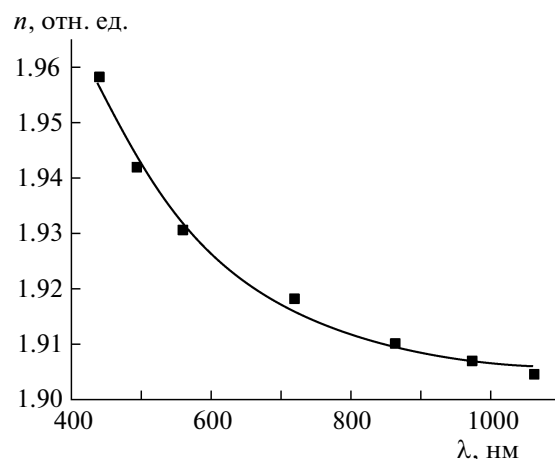


Рис. 4. Зависимость показателя преломления оптической керамики $1\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$ от длины волны.

длин волн 400–1200 нм и измерен показатель преломления $1\text{Nd}^{3+}:\text{Y}_2\text{O}_3$. Диапазон изменений показателя преломления оксида иттрия с неодимом в области длин волн 440–1060 нм и относительная погрешность измерений n составляют соответственно 1.968–1.907 и ± 0.004 . Для практических расчетов коэффициента ослабления оптической керамики такая точность вполне приемлема. Дальнейшее усовершенствование данного устройства с термостабилизацией образцов, использование дифракции Френеля, повышение точности измерений линейных и угловых величин смогут снизить погрешность определения показателя преломления твердых прозрачных веществ методом смещения луча плоскопараллельной пластиной предположительно до ± 0.0005 .

Следует отметить, что созданное устройство применимо для определения показателя преломления не только оптической керамики, но и любых других прозрачных твердых тел, причем чем больше показатель преломления и размеры образца, тем выше точность измерения величины n .

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Ikesue A., Kinoshita T., Kamata K. et al. // J. Amer. Ceram. Soc. 1995. V. 78. № 4. P. 1033.
2. Ikesue A., Aung Y.L., Taira T. et al. // Ann. Rev. Mater. Res. 2006. V. 36. P. 397.
3. Справочник по лазерам / Под ред. А.М. Прохорова. М.: Сов. радио. 1978. Т. 1.
4. Kaminskii A.A., Ueda K., Konstantinova A.F. et al. // Crystallogr. Rep. 2003. V. 48. P. 1111.
5. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. М.: Наука, 1973.
6. Бабищев А.П., Бабушкина Н.А., Братковский А.М. и др. Физические величины: Справочник. М.: Энергоатомиздат, 1991.