

测量晶体红外折射率的一种简便方法

王恭明 王文澄

(复旦大学物理系)

一、引言

非线性光学晶体在可见和近红外波段的折射率数据对于设计倍频、光参量振荡等器件来说是必不可少的。晶体在近红外波段折射率的测量通常采用测量晶体棱镜最小偏向角的方法。这需要采用一台反射式红外分光计^[1],或者采用阿贝自准直棱镜自动调节最小偏向角的方法^[2],用以克服不能用眼睛直接寻找红外光束最小偏向角的困难。但这两种方法都必须设计一套红外光的测量装置,光学系统比较复杂。我们提出了一种使用通常透射式测角仪测量晶体红外折射率的简便方法——最小偏向角和固定入射角相结合的方法。它既克服了不能用眼睛直接寻找最小偏向角的困难,又能在测量可见光折射率的同时,方便地测出近红外光的折射率。

二、原理

让一束可见光($\lambda_0 = 0.6328\mu\text{m}$)和一束近红外光($\lambda = 1.064\mu\text{m}$)沿同一角度入射到待测晶体棱镜上,测出晶体棱镜对波长为 λ_0 的可见光束的最小偏向角 δ_{\min} ,而后转动望远镜测出对波长为 λ 的近红外光束的偏向角 δ 。 δ 的测量是借助于安装在测角仪望远镜目镜上的红外光探测器来实现的,这个探测器可以方便地装卸。在测得 δ_{\min} 和 δ 以后,再通过下面推导的辅助公式 $n = f(\delta_{\min}, \delta, A, n_a)$ 求出晶体对

波长为 λ 的近红外光的折射率。其中 A 为晶体棱镜的顶角(见图1), n_a 为空气的折射率。这一方法与固定入射角测量折射率的方法^[3]相比,省去测量入射角这一步骤。我们只要测量两个角度(δ_{\min}, δ)就可同时得到晶体对可见光(λ_0)和近红外光(λ)的折射率。

辅助公式 $n = f(\delta_{\min}, \delta, A, n_a)$ 的推导:

在图1中 $\lambda_0 = 0.6328\mu\text{m}$ 的可见光束处在棱镜的最小偏向位置上,用实线表示。 δ_{\min} 是它的最小偏向角。 θ_{\min} 是它在 AC 面上的折射角,也是它和 $\lambda = 1.064\mu\text{m}$ 的近红外光束在 AB 面上的入射角。近红外光束在棱镜主截面上的偏向角为 δ ,在 AC 面上的折射角为 θ ,图中用虚线表示。

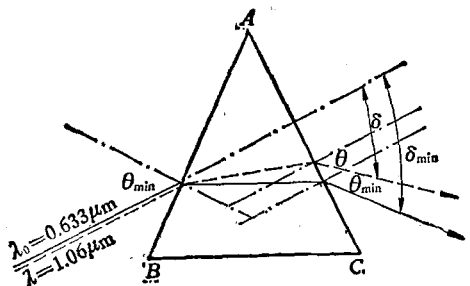


图1 光线通过棱镜的偏折图示

根据棱镜的最小偏向原理,应有

$$n_0 = n_a \sin \frac{A + \delta_{\min}}{2} / \sin \frac{A}{2}, \quad (1a)$$

这里 n_0 就是晶体对可见光束($\lambda_0 = 0.6328\mu\text{m}$)的折射率;还应满足

$$\theta_{\min} = (\delta_{\min} + A)/2. \quad (1b)$$

另外,根据折射定律,波长 λ 的近红外光束在 AB 及 AC 面上的折射应分别满足

$$n \sin r = n_a \sin \theta_{\min}, \quad (2a)$$

$$n \sin(A - r) = n_a \sin \theta, \quad (2b)$$

这里 n 是晶体对波长 $\lambda = 1.064\mu\text{m}$ 光束的折射率;还应满足几何关系:

$$\theta = \delta + A - \theta_{\min} = \delta - (\delta_{\min} - A)/2. \quad (3)$$

由 (2a), (2b) 二式可得

$$\sin \theta = \frac{n}{n_a} \left[\sin A \sqrt{1 - \left(\frac{n_a}{n}\right)^2 \sin^2 \theta_{\min}} - \left(\frac{n_a}{n}\right) \cos A \sin \theta_{\min} \right],$$

最后求得

$$n = n_a \sqrt{\left(\frac{\sin \theta + \cos A \sin \theta_{\min}}{\sin A}\right)^2 + \sin^2 \theta_{\min}}, \quad (4)$$

这样我们只要测出 A , δ_{\min} 和 δ 三个角度,利用 (1a), (1b), (3), (4) 各式就能同时求出晶体对波长 λ_0 的可见光和波长 λ 的近红外光的折射率.

三、实验装置和测量结果

我们用上述方法测量了白宝石、红宝石和钽酸锂三种晶体的折射率. 实验装置如图 2 所

示. 由于红外探测器可在望远镜上方方便地装卸,所以先用眼睛测出波长 $\lambda_0 = 0.6328\mu\text{m}$ 的最小偏向角 δ_{\min} , 然后装上探测器,再测出波长 $\lambda = 1.064\mu\text{m}$ 的偏向角 δ .

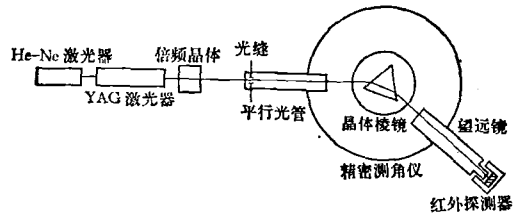


图 2 折射率测量装置

测量系统中的 YAG 激光器用 He-Ne 激光进行准直对光,使波长分别为 $0.63\mu\text{m}$ 和 $1.06\mu\text{m}$ 的两束激光基本上以同一角度入射到测角仪平行光管上. 当 YAG 激光器启动后,由于 YAG 晶棒受热产生应变,使两束光产生微小偏离,但在平行光管物镜的焦平面上有一光缝,只要两束光都能照亮光缝,就能从平行光管射出一束以平行光管光轴为轴线的平行光,从而保证了二者沿同一角度入射到待测晶体棱镜上.

表 1 给出了有关角度的测量数据;表 2 是根据这些数据算得的折射率,其值与能在文献中找到的数据进行了比较. 测量的误差在本文第四部分讨论.

表 1 晶体棱镜的顶角、最小偏向角和偏向角

材 料	顶 角 A	$\delta_{0 \min}$	δ_0	$\delta_{e \min}$	δ_e
		$\lambda_0 = 0.63\mu\text{m}$	$\lambda = 1.06\mu\text{m}$	$\lambda_0 = 0.63\mu\text{m}$	$\lambda = 1.064\mu\text{m}$
白 宝 石	$39^\circ 21' 46''$	$33^\circ 44' 21''$	$33^\circ 5' 55''$	$33^\circ 21'$	$32^\circ 42' 24''$
红 宝 石	$39^\circ 16' 9''$	$33^\circ 32' 50''$	$33^\circ 1' 58''$	$33^\circ 9' 37''$	$32^\circ 40' 8''$
钽 酸 锂	$39^\circ 47' 35''$	$62^\circ 25' 43''$	$59^\circ 10' 26''$	$57^\circ 4' 6''$	$54^\circ 30' 57''$

四、测量精度和误差计算

图 2 中,我们使用了一台上海光学仪器厂试制的 $0.5''$ 级精密测角仪. 在实际使用中,仪器本身的测角精度为 $\pm 2''$, 仪器本身零位重复精度亦为 $\pm 2''$. 在可见光区,晶体棱镜最小偏

向方位角的测量精度为 $\pm 4''$ (这一精度与晶体的光学均匀性及棱镜的制作工艺有关). 在近红外区 ($1.06\mu\text{m}$) 晶体棱镜偏向方位角的测量精度为 $\pm 30''$. 为了保证在 $1.06\mu\text{m}$ 处的测角精度,红外探测器的接收部分采用如图 3 所示的光路. 图 3 中,由平行光管出射经棱镜偏折的 $1.06\mu\text{m}$ 光线是一束平行光线,它经望远镜

表2 晶体的折射率*

材料	波 长	n_o		n_e			
		测量值	文献数据	测量值	文献数据		
白宝石	0.532 μm	1.7718		1.7636			
	0.633 μm	1.7661		1.7580			
	1.064 μm	1.7534		1.7447			
红宝石		测量值	文献数据 ^[4]		测量值	文献数据 ^[4]	
	0.532 μm	1.7722	1.7720		1.7640	1.7638	
	0.633 μm	1.7664	1.7661		1.7583	1.7580	
	1.064 μm	1.7556			1.7480		
铌酸锂		测量值	文献数据 ^[5]	文献数据 ^[6]	测量值	文献数据 ^[5]	文献数据 ^[6]
	0.532 μm	2.3234	2.3290	2.3439	2.2291	2.2323	2.2484
	0.633 μm	2.2871	2.2956	2.3013	2.1983	2.2044	2.2125
	1.064 μm	2.2336	2.2463	2.2346	2.1546	2.1627	2.1548

* 表中列出的文献数据是用线性补插法求得的。铌酸锂晶体折射率数据差别较大,这与材料的纯度有关。白宝石的折射率数据和红宝石在1.06 μm 处的折射率数据没有在文献中查到。

表3 测量误差的最大值

λ	ΔA	$\Delta\varphi_0$ (测角零位)	$\Delta\varphi$ (测角末位)	$\Delta\delta_{\min} = \Delta\varphi_0 + \Delta\varphi$	$\Delta\delta = \Delta\varphi_0 + \Delta\varphi$
0.63 μm	$\pm 2''$	$\pm 2''$	$\pm 4''$	$\pm 6''$	—
1.06 μm	—	$\pm 30''$	$\pm 30''$	—	$\pm 1'$

物镜 L_1 及目镜 L_2 射出后仍为一束平行光, 经过安置在探测器前的短焦距透镜 L_3 聚焦在宽度为 1mm 左右的狭缝 S 上, 再被硅光二极管

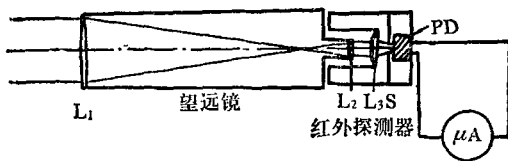


图3 红外探测器接收光路

PD 接收。这样保证了探测器对 1.06 μm 光线具有足够高的方位分辨率。通过多次测量取平均值, 消除了测量中的偶然误差之后, 可以保证 1.06 μm 光线的角度测量零位与 0.63 μm 光线的零位相差不大于 $\pm 2''$ 。由于 1.06 μm 激光强度起伏以及探测器灵敏度比用眼睛直接观察的灵敏度要低, 因此用红外光测量方位的绝对误

差为 $\pm 30''$ 。所以在处理数据时, 可以用 0.63 μm 可见光的测角零位作为 1.06 μm 光线的测角零位。表 3 列出了各个有关的测量角度绝对误差的最大值。

根据求绝对误差的基本方法, 利用 (1) 和 (4) 式分别求得晶体在 0.63 μm 和 1.06 μm 波长处折射率绝对误差最大值的表达式为

$$\Delta n_o = \frac{1}{2} \sin^{-2} \frac{A}{2} \sin \frac{A + \delta_{\min}}{2} \cos \frac{A}{2} \Delta A + \frac{1}{2} \sin^{-1} \frac{A}{2} \cos \frac{A + \delta_{\min}}{2} \Delta(A + \delta_{\min}), \quad (5)$$

$$\Delta n_e = \frac{\cos \theta (\sin \theta + \cos A \sin \theta_{\min})}{n \sin^2 A} \Delta \delta. \quad (6)$$

在推导(6)式时, 由于考虑到 ΔA 和 $\Delta\delta_{\min}$ 都比 $\Delta\delta$ 小一个量级, 所以忽略了 ΔA 和 $\Delta\delta_{\min}$ 对 Δn 引进的误差, 并且利用了 $\Delta\theta \approx \Delta\delta$ 的

关系。

将表 2 和表 3 的数据分别代入 (5) 和 (6) 式, 可得

$$\Delta n_0 = \pm 0.0001,$$

$$\Delta n = \pm 0.0004.$$

最后还应指出, 棱镜光轴由于 X 光定向不准所引入的偏离小于 1° 时的测量误差可忽略。另外晶体的光学均匀性及棱镜的加工工艺水平也对测量精度有很大影响。

本工作得到章志鸣和戴乐山二位副教授的帮助,

在此表示感谢。

参 考 文 献

- [1] W. L. Bond, *J. Appl. Phys.*, **36**(1965), 1674.
- [2] J. Flügge 著, 薛培贞、赵学铭译, 国防工业出版社, (1965), 97.
- [3] 同上, 第 98 页.
- [4] American Institute of Physics Handbook (Third Edition), McGraw-Hill Book Company, (1972), 6—40.
- [5] R. J. Pressley, Handbook of laser, The Chemical Rubber Company, (1971), 514.
- [6] 同上, 第 452 页.

电解抛光制备透射电镜样品方法的评述

程 鹏 翥

(中国科学院物理研究所)

一、引 言

电子显微镜在金属、合金及固体材料的研究中日益得到广泛的应用。为了成功地使用电镜进行研究, 第一步是作出合格的供观察用的样品, 而制样技术自身的进展又能动地扩展了电镜研究的深度和广度, 促进了物质微观组织

结构的研究。因此我们应该重视这项技术, 使其不断发展。

制备透射电镜样品最关键的步骤为减薄, 它是将厚度为几十至几百微米的薄片减薄至出现一个或数个孔, 在这些孔的周围有能透过电子的薄箔。此薄箔的厚度决定于材料的原子序数 Z , 例如对 100 千伏的加速电压而言, 铝薄箔的厚度大约为 2000 埃, 而铀约为 200 埃。减薄

表 1 电解抛光制样主要方法

窗口法	要多次涂绝缘漆, 最后还要从较大样品上切下薄片, 较麻烦, 而且有损坏样品的危险。故七十年代以来使用此方法者较少
点状电极法	早期的方法要将样品的周边涂绝缘漆, 最后也要切下薄片, 近期的方法将点电极和样品架法结合起来了
圆片法 ^[1] (Disc)	既可以喷射式使用, 也可非喷射式使用, 双面抛光或单面抛光皆可
样品架法 (Holder)	共有三种型式: (1) 典型的聚四氟乙烯作的 ^[1] ; (2) 简易的平板式的 ^[1] ; (3) 其它较复杂型式的。既可以喷射式使用, 也可非喷射式使用, 双面抛或一面抛皆可
喷射法 (Jet)	(1) 喷射方式: 1) 浸入式: 喷嘴及样品在电解液内 ^[1] ; 2) 不浸式 ^[1] (2) 喷嘴的个数: 1) 双喷嘴: 样品的两面同时电解抛光 ^[1, 2] ; 2) 单喷嘴: 一面电解抛光或两面依次电解抛光 (3) 喷嘴的结构: 1) 喷嘴和阴极结合在一起的, 多用于不浸式。有两种方式, 一种为玻璃喷管内封入白金丝或其它金属丝作为阴极, 另一种喷嘴本身是阴极材料制成的; 2) 喷嘴和阴极是分开的, 只能用于浸入式。阴极多为环状, 其中心的孔通过抛光液的射流