

红外折射率和它随温度变化的测量技术

摘要 本文叙述了测量红外折射率的简便方法，采用棱镜前表面自准直方法并且只要求：在改变光源波长或样品温度时，移动接收器来测量一条新偏向光线。包括也予考虑的抽真空样品空间和容器窗口楔的误差分析，表明能够获得的误差低至小数后 4 位为 ± 1 。

我们已经研究出测量从 1—30 微米和在 80—500 K 的透红外材料的折射率的简单而有效的技术，可以认为这种技术是最小偏向方法的改进。本文叙述了这种技术，设备和误差分析。此方法的主要优点是折射率能够比较容易地在广阔的光谱和温度范围内测出精度达小数点后 4 位，

技 术

采用利特罗 (Littrow) 棱镜或最小偏向方法进行透红外材料的折射率测定是现代最常用的测量方法。其后者，棱镜顶角 A 是用自准直方法从两个表面测量的；然后测出最小偏向角 D 。准单色光入射到棱镜的前表面并且旋转棱镜和探测器直到获得最小偏向。折射率的公式是：

$$n = \sin \frac{1}{2}(A + D) / \sin \frac{1}{2}A$$

在最小偏向时，光线平行于棱镜基底。利特罗 (Littrow) 技术是把一个反射镜放在棱镜之后。旋转棱镜直至准单色光沿入射光线光路反射回来。

因为我们要求测量在温度和波长的宽范围内的折射率，我们需要安装一加热式冷却棱镜的杜瓦 (Dewar) 瓶。因此不希望棱镜的任何运动。尽管我们的技术只达到以前提到的方法一半准确度 (由于它仅采用等价的最小偏向棱镜的基底的一半或仅仅一次通过同一利特罗 (Littrow) 棱镜，我们认为它的简单而又方便的特点足以补偿这个准确度的轻微损失。

我们在旋转台上放置样品棱镜。入射光束大于棱镜，这样就能直接探测未偏向的光束。因此可发现偏向的光束位置并且从下列

式中计算出折射率：

$$n = \sin(A + D) / \sin A$$

这个公式可以类似工作，以一半棱镜在最小偏向间接得出，或由两个表面计算其折射直接导出。用光源自准直装置对第一个表面将入射角调到零。然后用探测器装置测定未偏向和偏向光线的方法。

图 1 是我们的实验仪器。在平移台上移动检测装置测量偏向角的小变化。

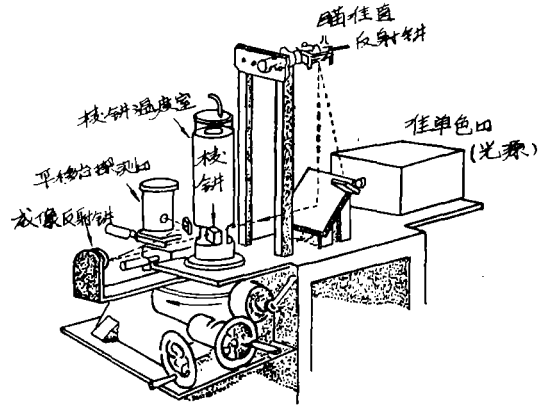


图 1 实验装置草图

光源是用 (光学实验室) 公司的园渐变干涉滤光器或钨灯、碳化硅炽热棒的 Perkin-Elmer 型 99 单色器。旋转台是 Genovaise' - 14，它的最小计数到 ± 1 弧秒，并且可重复到 0.5 弧秒。我们曾用 H_0CdTe 和 $Ge:Cu$ 探测器，它们的输出用 300 赫同步信号由 PAR 同步放大器来监视。

测量技术

一个给定实验过程所要求的数据包括参考光束的回转台读数, 单色器鼓读数, 温差电偶电压表读数, 旋转台和平移台读数。如果实验过程使波长变化, 每个数据点从单色器鼓和平移台上取两个读数; 如果温度变化了, 每个数据点取温差电偶电压和平台读数。定期检查温度和波长的恒定性, 并且在实验过程前后测量未偏向光的方向。

单色器用 Shau Yau Ho⁶ 方法和采用三个不同级的光栅单色器, 以二氧化碳激光器来校正。平移台通过检查旋转台来校正, 而它又用 Wild 经纬仪校正。

获得数据的程序包括波长变换和温度变换。前一变换在样品池中建立平衡温度, 并且随单色器调节到不同位置获得读数。第二种变换要求冷却或加热样品池到极数温度, 并且监视在恒定的波长下当加热或降温样品到室温时的偏向角。在各种情况下, 至少对每个数据点获得三个读数。

测量的准确度和精密度

测量有两个重要特点: 材料的折射率相对于空气折射率的准确度和测量精密度。这样如果在某些波长和温度获得准确的测量, 这个数值可用于获得其它波长和其它温度的折射率。

用准单色光装置测量折射率的基本公式是

$$n = \sin(A + D) / \sin A$$

误差平方和是

$$(dn)^2 = \left(\frac{\partial n}{\partial \lambda} d\lambda\right)^2 + \left(\frac{\partial n}{\partial A} dA\right)^2 + \left(\frac{\partial n}{\partial D} dD\right)^2$$

由于用两个自准直装置测定 A, 我们可以写成与自准直角 R 的关系式:

$$dn^2 = \left(\frac{\partial n}{\partial \lambda} d\lambda\right)^2 + 3 \left(\frac{\partial n}{\partial A} dR\right)^2 + \left(\frac{\partial n}{\partial D} dD\right)^2$$

第一项要假设已知其色散值, 可采用文献的数值或测量结果。对于 Irtran 2, 在 8—14 微米我们测量的平均值是 0.00367 微米^{-1} 。波长准确度取决于校正线的接近程度和信号强度, 但最大误差是 0.005 微米。

顶角和偏向角的测量误差是

$$\frac{\partial n}{\partial A} = \frac{\cos(A + D)}{\sin A} - \frac{\sin(A + D)\cos A}{\sin^2 A},$$

$$\frac{\partial n}{\partial D} = \frac{\cos(A + D)}{\sin A}.$$

棱镜的角 A 和偏向角 D 由二次测量相减来找到。棱镜角准确度取决于入射光束准直的准确度和偏向光束的测量误差。后一误差将取决于材料的折射率。这里一系列测量中大的折射率为锗的 4。其它各种材料具有的数值都稍大于 2。锗棱镜顶角为 7° ; 其它的顶角为 20° , 在第一种情况下 D 是 22° 。对后者 D 是 25° 。因此 $A + D$ 从 $29^\circ - 45^\circ$ 。

一般范围的数值是 $dn/dA \approx 10^{-4}$ 每弧秒; $dn/dD \approx 10^{-8}$ 每弧秒。A 和 D 的误差大约分别是 ± 1 弧秒和 ± 5 弧秒。因此, 这些折射率误差总计大约 ± 0.0001 (色散误差总计大约为 2×10^{-5})。

样品池两窗口的影响

用两个透明窗封闭的抽真空样品池能影响读数。如果两个窗都是平面并且精确的调整垂直于准直参考光束, 它们就不影响参考光束, 但偏向光束不能以直线通过窗口。对这校正不是简单的乘法, 指导公式是

$$n = \sin(A + D') / \sin A$$

$$= \sin[A + \arcsin(n_a \sin D')] / \sin A$$

我们已经用 $A \approx 7^\circ$ $D' \approx 22^\circ$ 的数值对这影响做估计。于是我们选择空气折射率标称数值为 $n_a = 1.0003$ 。结果 n 的变化是:

$$\Delta n = 3.97810 - 3.97890 = 8 \times 10^{-4}$$

对于大棱镜角来说, 影响是较小的。例如, $A = 20^\circ$ $D = 30^\circ$, 误差大约 3×10^{-4} 。(同样的影响产生在采用真空样品空间的最小偏向装置) 但这是系统误差, 它能校正到相当于在实验室的波长和温度所测量的空气折射率

n_a 的准确度。在室温从1到20微米，空气折射率为 1.00027 ± 0.000004 。

如果密封真空的窗是楔形的，则有一附加误差。同时计算楔形物和真空二者的影响。图2表示光线和角，楔角已放大。标志具有折射率 n_p 的棱镜是在实验的情况下的样品。窗折射率是 n_w ，而角是 a 和 b 。实验过程中，我们自准直了检验棱镜第一表面。如果窗不是楔形的或不倾斜于光线，参考光是光线0，否则，如果两个窗口是楔形的甚至第二窗不倾斜于光线，它就成为光线2，因此，当参考光假定为光线0时，实际上却是光线2。同样，偏向光线认为是光线4而不是光线3。这样通过与假定关系式之间的不同可得出误差。假定关系式为：

$$n = \sin(A + D) / \sin A$$

而用真实线偏向获得的对 n 的解为：

$$d = \sin^{-1} \left\{ \frac{n_w}{n_a} \sin \left[b - \sin^{-1} \left(\frac{1}{n_w} \sin \left\{ \phi - A + \sin^{-1} \left[n_p \sin \left(A - \sin^{-1} \left(\frac{n_w}{n_p} \sin a \right) \right] \right\} \right) \right] \right] \right\}$$

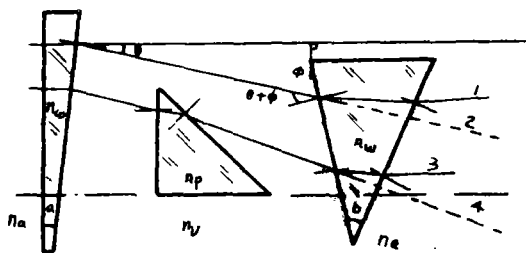


图2 真空室窗的几何装置。表示实验中光线的误差分析。

为了进行它们之间的比较，我们假定某些数值 ϕ, a, b （关系到我们未确定的值）， A, n_w 和 n_p （实验数值）， n_e （是取自 Penndorf 的值）。所得相对误差是：

$$RE = 1 - \sin(A + d) / \sin(A + D)$$

表，表示结果

表1 测量误差

| ϕ | a | b | A | n_w | n_p | d | D | RE |
|--------|-----|-----|-----|-------|-------|---------|---------|--------------------|
| 0 | 1 | 1 | 7 | 2.4 | 4 | 16.958 | 22.1749 | 0.200 |
| 15 | 1 | 1 | 7 | 2.4 | 4 | 20.9565 | 22.1749 | 0.055 |
| 30 | 1 | 1 | 7 | 2.4 | 4 | 46.0816 | 22.1749 | -1.07 ₁ |
| 15 | 0.1 | 0.1 | 20 | 2.4 | 4 | 20.648 | 22.1749 | 0.02 |
| 15 | 0.1 | 0.1 | 20 | 2.4 | 2.4 | 11.514 | 10.007 | -0.13 |
| 15 | 0.1 | 0.1 | 7 | 2.4 | 2.4 | 24.498 | 10.007 | -0.59 |

如果知道窗口的楔角和它们的方位，能够校正全部测量误差。剩余误差是由于这些测量的不可靠。我们仪器所测量出的折射率数值达到小于小数点后4位上的 ± 1 。

结 论

只要比较仔细，从1—30微米在80—500K的折射率的测量是用上述安排比较容易进行。然而必须注意窗的楔形和它们的调准。必须采用尽可能大的棱镜角。第二窗口有一最佳角，窗可不必垂直于出口光束。

译自“Journal of the Optical Society of America” Vol. 65. No. 11. November 1975. (苏录译卢寿耕校)