

**ДИФРАКЦИОННЫЙ ИНТЕРФЕРОМЕТР ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ
ИЗМЕНЕНИЙ ПОКАЗАТЕЛЯ ПРЕЛОМЛЕНИЯ*****И. Г. Пальчикова¹, В. И. Ковалевский¹, В. В. Шелковников²**¹*Институт автоматики и электрометрии СО РАН, г. Новосибирск
E-mail: pal@iae.nsk.su*²*Новосибирский институт органической химии СО РАН, г. Новосибирск
E-mail: vsh@nioch.nsc.ru*

Создана экспериментальная установка и разработана методика для изучения динамики фотопревращения голографических фотополимерных материалов спектрофотометрическим и интерферометрическим методами одновременно. Разработан специальный дифракционный интерферометр с совмещенными ветвями, обеспечивающий чувствительность к изменению показателя преломления $\Delta n \sim 10^{-3}$ для образцов толщиной ~ 100 мкм.

Введение. В настоящее время разработка голографических фотополимерных материалов (ГФПМ) – актуальная проблема, требующая проведения фундаментальных исследований механизма голографической записи. При этом важным параметром для оптимизации качественного и количественного состава фотополимерной композиции является изменение показателя преломления материала в ходе фотополимеризации.

Цель данной работы – создание методики и экспериментальной установки для изучения динамики фотопревращения ГФПМ спектрофотометрическим и интерферометрическим методами. Для визуального наблюдения и измерения изменения показателя преломления ГФПМ в процессе экспонирования построен дифракционный интерферометр (ДИ) френелевского типа с совмещенными ветвями на основе зонных пластинок (ЗП). Рекомбинация интерферирующих пучков осуществляется без дополнительных оптических компонентов, оптические ветви совмещены и интерферирующие пучки имеют общий ход, что обеспечивает улучшенные характеристики виброустойчивости и помехозащищенности. В отличие от интерферометра из [1] в предлагаемой работе ДИ построен на основе двух ЗП. Конфигурация ДИ позволяет реализовать оба метода на одной установке и проводить измерения одновременно.

* Работа выполнена при частичной поддержке междисциплинарного интеграционного проекта СО РАН (грант № 17).

Анализ оптической схемы дифракционного интерферометра. Интерферометр для измерения динамики показателя преломления ГФПМ, подобный интерферометру Тальбота [2], образован двумя дополнительными амплитудными ЗП (фокусные расстояния ЗП1 и ЗП2 одинаковы, а дифракционные структуры негативны относительно друг друга).

Принципиальная оптическая схема ДИ и ход опорного и измерительного пучков изображены на рис. 1. Зонные пластинки ЗП1 и ЗП2 расположены конфокально. Интерферометр освещается широким коллимированным лазерным пучком. Плоская монохроматическая световая волна после прохождения через две зонные пластинки образует множество пучков, обозначенных как $[m; n]$: пучки, попавшие в m -й порядок ЗП1 и n -й порядок ЗП2. Рабочими порядками в интерферометре являются $[0; 0]$ и $[+1; +1]$. Их дифракционные эффективности η_0^2 и η_{+1}^2 составляют соответственно 6,25 и 1,027 %, т. е. почти 93 % света после ЗП2 уходит в паразитные порядки. Для их устранения в схему включен узел фильтрации, представляющий собой два конфокально расположенных объектива (О1 и О2), в фокальной плоскости О1 расположена диафрагма (Д). Диафрагма пропускает лишь пучки рабочих порядков, которые фокусируются в плоскости Д, и на экране (Э) в плоскости регистрации наблюдается чистая двухлучевая интерференция. Объектив О2 позволяет увеличить интерференционную картину на экране, если его фокусное расстояние больше, чем у объектива О1. Качество интерференционной картины определяется узлом фильтрации, основным элементом которого является диафрагма. Легко показать, что радиус диафрагмы r_D должен удовлетворять условию $\alpha F < r_D \ll (dF/f)$, где α – максимальный угол, на который отклоняется падающий луч после прохождения через образец; F – фокусное расстояние объектива О1; $2d$ – рабочий диаметр ЗП2; f – фокусное расстояние 1-го порядка дифракции ЗП.

Пучок A (см. рис. 1) является опорным, пучок B – измерительным и несет информацию обо всех неоднородностях образца. Пройдя сквозь образец, пучок B претерпевает дополнительный набег фазы $\delta = k(n-1)L$, где k – волновое число, L – толщина образца, $n = n_0 + \Delta n$ – показатель преломления (Δn – неоднородности показателя преломления образца). Если L считать неизменной, то, внося постоянные величины в δ_0 , получим $\delta = \delta_0 + kL\Delta n$.

Измерить величину изменений оптической толщины образца можно по сдвигу интерференционных полос, которые легко получить, перемещая ЗП2 вдоль оси Y , что эквивалентно введению клиновидной пластины (КП), как показано на рис. 1. Часть пучка $[0; 0]$, прошедшая через КП, отклонится на угол $\alpha = \alpha_0(n_0 - 1)$, где α_0 – угол клина, n_0 – показатель преломления вещества, из которого сделан клин. Пучок $[+1; +1]$ остается параллельным оси, и в

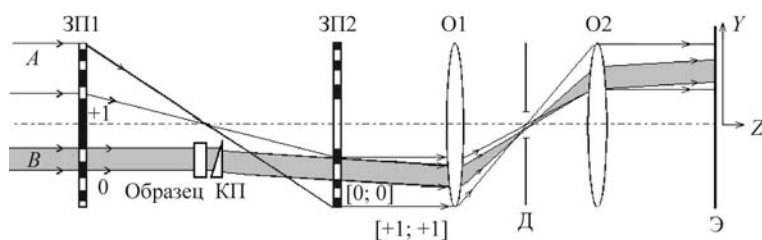


Рис. 1

отсутствие образца в плоскости экрана наблюдаются полосы от интерференции двух плоских волн. Образец, помещенный в интерферометр, вызывает смещение полосы. Ограничение на угол клина α_0 определяется выражением $\alpha_0 < \frac{r_D}{F(n_0 - 1)}$. Для $F = 75$ мм, $r_D = 0,2$ мм, $n_0 = 1,5$ находим $\alpha_0 < 5 \cdot 10^{-3}$ рад.

При таком ограничении на угол клина на участке апертуры образца шириной 10 мм может поместиться до 160 полос, т. е. интерферометрический метод позволяет получать полосы шириной 60 мкм и более.

Важной характеристикой интерференционной картины является ее контрастность. В случае низкой контрастности схема оказывается малочувствительной к изменениям оптической толщины объекта. В нашем случае контрастность картины $K = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}}$, где величины интенсивности в максимуме (I_{\max}) и минимуме (I_{\min}) определяются равенствами

$$I_{\max} = I_{[0; 0]} + I_{[+1; +1]} + 2\sqrt{I_{[0; 0]}I_{[+1; +1]}}$$

$$I_{\min} = I_{[0; 0]} + I_{[+1; +1]} - 2\sqrt{I_{[0; 0]}I_{[+1; +1]}}$$

Поскольку $I_{[0; 0]} = \eta_0^2 I_0$, а $I_{[+1; +1]} = \eta_1^2 I_0$, получаем $K = \frac{2\eta_0\eta_1}{\eta_0^2 + \eta_1^2} \approx 0,696$. При

таком подсчете не учтены частичные отражения от граней образца, вследствие чего $I_{[0; 0]}$ падает на несколько процентов и контрастность немного повышается. Изменение K легко рассчитать. Коэффициент отражения по амплитуде волны, падающей по нормали к плоскости раздела двух сред, описывается формулой Френеля $\rho = (n - 1)/(n + 1)$, где n – показатель преломления вещества исследуемого образца. С учетом этой поправки получаем $K = \frac{2\eta_0\eta_1(1 - \rho^2)}{\eta_0^2(1 - \rho^2)^2 + \eta_1^2}$. Для $n = 1,54$ (кварц) находим $K \approx 0,719$, для $n = 2$ (калий-гадолиниевый вольфрамат) – $K \approx 0,755$.

Экспериментальная установка. Для изучения динамики фотопревращения ГФПМ создана комплексная экспериментальная установка путем введения в оптическую схему ДИ дополнительной ветви, позволяющей отслеживать изменение оптической плотности вещества спектрофотометрическим методом.

Схема экспериментальной установки показана на рис. 2. Интерференционная ветвь установки состоит из He–Ne-лазера (Л) ($\lambda = 0,6328$ мкм); коллиматора (М_к, Д_к, О_к); блока зонных пластинок (ЗП1, ЗП2); узла фильтрации (О1, Д, О2); экрана (Э), за которым помещается цифровой фотоаппарат. Зеркала (З1 и З2) изменяют направление оптической оси. Амплитудные линейные зонные пластинки рассчитаны на длину волны 0,6328 мкм и имеют фокусное расстояние 1-го порядка дифракции $f = 300$ мм. Зонные пластинки крепятся таким образом, чтобы дифракционные структуры на них были обращены друг к другу. Радиус диафрагмы $r_D = 0,2$ мм, фокусное расстояние объективов узла фильтрации О1 и О2 равно 75 мм. За вращающимся экраном из полупрозрачной бумаги размещается цифровой фотоаппарат Canon PowerShot A80 для регистрации интерферограммы. Образец помещается в

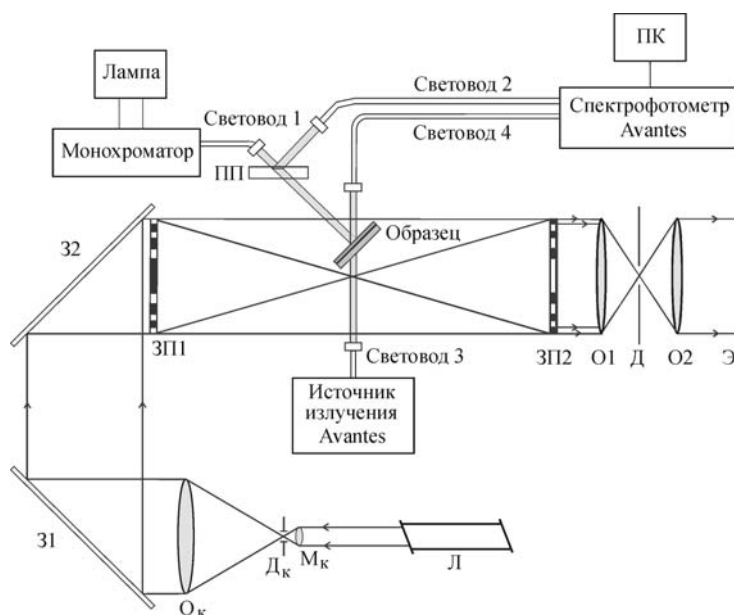


Рис. 2

измерительный пучок $[0; 0]$ интерферометра так, чтобы опорный пучок $[+1; +1]$ проходил, не задевая его.

Оптическая ось спектрофотометрической ветви пересекает ось ДИ под прямым углом. В спектрофотометрической ветви в качестве источника излучения используется газоразрядная лампа ДКСШ 1000 с монохроматором типа МДР2. После прохождения через монохроматор излучение вводится в световод 1.

Выходящий из световода 1 узконаправленный пучок попадает на светоделительную полупрозрачную пластину (ПП). При этом $\sim 90\%$ излучения (засвечивающий пучок) проходит через пластину и попадает на образец, $\sim 10\%$ отражается и по световоду 2 направляется на один из входов спектрофотометра для измерения его интенсивности. Для измерения спектра и интенсивности засвечивающего излучения используется спектрофотометр Avantes с высокостабильным широкополосным источником излучения. Выходящее из световода 3 излучение проходит через образец в том же месте, куда падает засвечивающий пучок, и по световоду 4 направляется на второй вход спектрофотометра. Сигналы со спектрофотометра подаются на компьютер для дальнейшей обработки. Программное обеспечение установки позволяет наблюдать и фиксировать как зависимость интенсивности падающего света от длины волны, так и спектры поглощения и пропускания исследуемого образца.

Исследуемые образцы [3] представляют собой нанесенные на стеклянные подложки пленки поливинилацетата с растворенными в нем синтезированными красителями барбитурового ряда двух типов: I – 5-[5-(1,3-диметил-2,4,6-триоксо-тетрагидро-пиримидин-5-илиден)-пента-1,3-диенил]-1,3-диэтил-6-оксо-2-тиоксо-1,2,3,6-тетрагидро-пиримидин-4-олят тетрабутиламмония; II – 5-[5-(1,3-диметил-2,4,6-триоксо-тетрагидро-пиримидин-

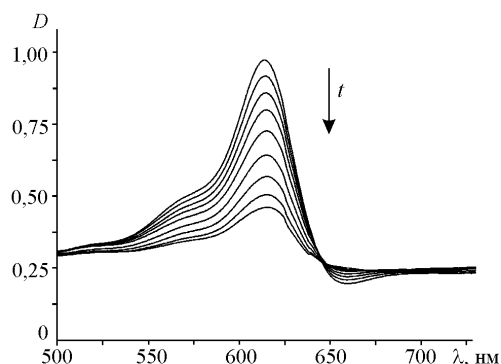


Рис. 3

5-илиден)-пента-1,3-диенил]-1,3-диметил-2,6-диоксо-1,2,3,6-тетрагидропиримидин-4-олят тетрабутиламмония

Измерения спектрофотометрическим методом. В первой фазе эксперимента для каждого образца измеряется спектр поглощения и определяется рабочая длина волны излучения, на которой поглощение максимально. Интенсивность падающего света составляет $0,2 \text{ мВт/см}^2$. Вторая часть эксперимента представляет собой непрерывное освещение образца светом рабочей длины волны. В процессе освещения производится измерение спектра поглощения образца через равные временные интервалы δt . Динамика изменения спектра поглощения красителя I во времени t показана на рис. 3, где D – оптическая плотность.

Графики зависимости относительного изменения оптической плотности образца $\Delta D/D_0$ от времени экспозиции для исследованных красителей I (кривая 1) и II (кривая 2) приведены на рис. 4. Эти графики можно аппроксимировать прямой вблизи начала координат. Тангенс угла наклона прямой характеризует скорость фотопревращения и относительный квантовый выход

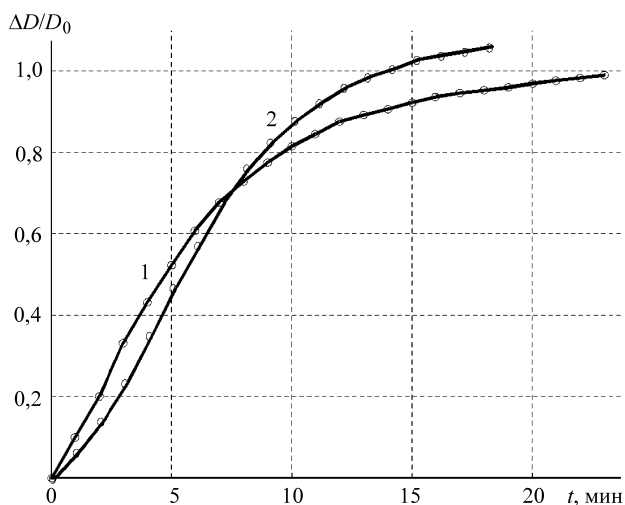


Рис. 4

системы. Чем больше тангенс угла наклона, тем быстрее меняется показатель поглощения исследуемого образца. Спектрофотометрическим методом показано, что скорости фотопревращения исследованных красителей I и II в процессе обесцвечивания близки по величине и составляют около $0,1 \text{ мин}^{-1}$.

Измерения интерферометрическим методом. Одновременно с измерениями спектрофотометрическим методом через временной интервал $\delta t = 30 \text{ с}$ фиксировались интерферограммы образцов. Серия интерферограмм, полученных при экспонировании образца с красителем I, показана на рис. 5. Временной интервал между снимками составляет 60 с, т. е. интерферограммы показаны через одну.

С течением времени в области, соответствующей засвечиваемому участку образца, становятся заметными существенные изменения. Кроме сдвига полос наблюдается качественное изменение картины: четко видна граница засвечиваемого пятна, которое постепенно просветляется, что объясняется уменьшением оптической плотности образца.

Для обработки интерферограмм создана специальная программа, которая позволяет строить график распределения яркости интерференционной картины вдоль любой прямой линии на интерферограмме (направление выбирается перпендикулярно направлению полос, как показано на последней интерферограмме рис. 5 для образца с красителем I). Изучение пространственного распределения величины показателя преломления не предполагается, поэтому и вычисления выполняются для одной полосы, расположенной примерно в центре пятна, где картина наиболее однородна. Из построенных графиков вычисляются координаты максимума этой полосы на каждой интерферограмме и рассчитывается величина изменения показателя преломле-

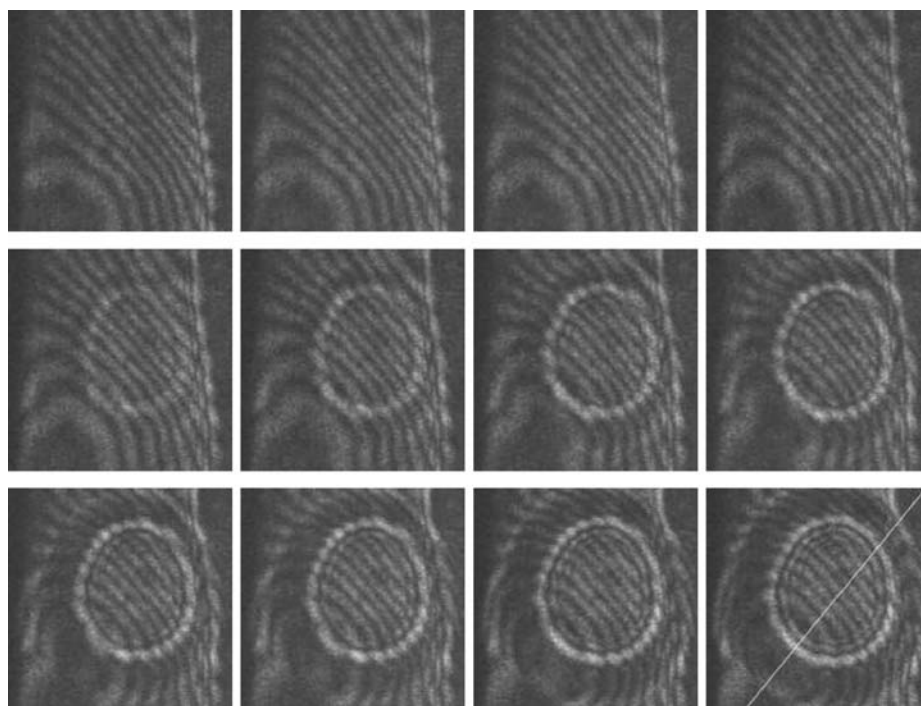


Рис. 5

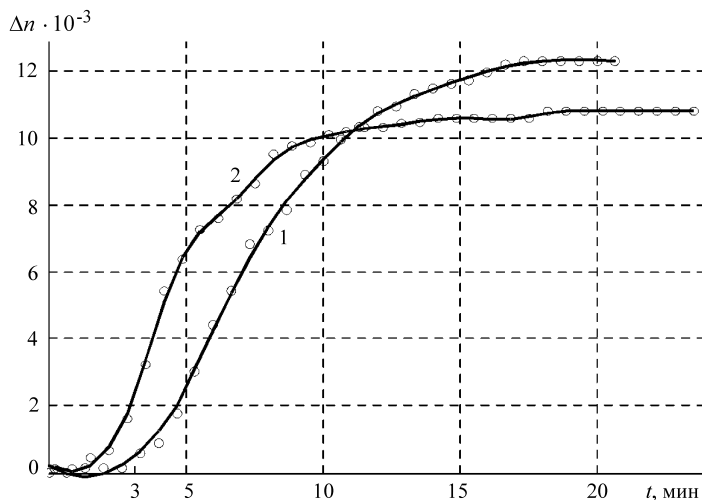


Рис. 6

ния. Основным источником погрешности в схеме (см. рис. 1) являются неточности в изготовлении ЗП и в настройке схемы, вследствие чего интерференционные полосы могут быть искривлены даже в отсутствие образца. Легко показать, что ошибка определения оптической толщины образца прямо пропорциональна отношению ошибки определения координаты экстремума к ширине полосы, которая зависит как от искривления интерференционной полосы, так и от собственно ошибки измерения координаты экстремума. Проведем оценку ошибки определения оптической толщины образца для заведомо значительных погрешностей. Если средняя неточность определения координаты экстремума составляет около 10 % от ширины полосы, то ошибка – приблизительно $0,1\lambda$, что соответствует погрешности измерений показателя преломления $\sim 10^{-3}$ при $L \sim 100\lambda$.

Графики зависимости показателя преломления Δn от времени для исследованных красителей I (кривая 1) и II (кривая 2) показаны на рис. 6.

В отличие от зависимости изменения относительной оптической плотности от времени (см. рис. 4) на графиках рис. 6 имеет место так называемый индукционный период, обусловленный инерционностью процесса фотополимеризации. Длительность данного периода составляет около 3 мин для красителя I и около 1,5 мин для красителя II. Затем наблюдается быстрое изменение показателя преломления Δn . График на данном периоде можно аппроксимировать прямой, тангенс угла наклона которой будет характеризовать скорость фотополимеризации. Вычисленные скорости для красителей I и II составляют $0,031$ и $0,047 \text{ с}^{-1}$ соответственно. Длительность периода быстрого роста Δn составляет около 12 мин для красителя I и около 8 мин для красителя II. Далее рост Δn замедляется и наступает насыщение.

Интерферометрическим методом показано, что у красителя II индукционный период в 2 раза короче, чем у красителя I, а скорость фотополимеризации выше в 1,5 раза. Насыщение красителя II наступает в 1,5 раза быстрее.

Заключение. На основе дифракционного интерферометра создана методика измерения показателя преломления при фотополимеризации органических голографических материалов в сочетании с измерением эволюции

спектров поглощения образца. Показана достаточная чувствительность интерференционной схемы ($\sim 10^{-3}$) для измерения фотоиндуцированных превращений в ГФПМ толщиной ~ 100 мкм. Измерены значения Δn в ГФПМ на основе двух новых красителей-сенситизаторов – производных барбитуровой и тиобарбитуровой кислот. Проведено сопоставление динамики изменения Δn и оптической плотности в максимуме поглощения красителя в ходе экспонирования образца. Показано, что динамические кривые имеют различный характер. Созданная экспериментальная установка позволяет решать задачи измерения фотоиндуцированных изменений показателя преломления, возникающие при разработке новых регистрирующих сред.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Микерин С. Л., Пальчикова И. Г., Угожаев В. Д. Визуализация и измерение оптических неоднородностей в лазерном активном элементе $\text{KGd}(\text{WO}_4)_2$ с помощью интерферометров на зонных пластинках // Автометрия. 2005. 41, № 1. С. 71.
2. Пальчикова И. Г., Микерин С. Л., Шевцова Т. В., Угожаев В. Д. Дифракционные интерферометры на основе зонных пластинок. Ч. 1 // Компьютерная оптика /Под ред. Ю. И. Журавлева. М.: МЦНТИ, 2004. Вып. 26. С. 27.
3. Шелковников В. В., Герасимова Т. Н., Лоскутов В. А. и др. Голографические фотополимерные материалы // Наука производству. 2004. № 5. С. 2.

Поступила в редакцию 10 октября 2006 г.