

## 굴절률 측정의 분광 광도법

두 가지 분석법을 이용한 단결정 광학 물질의 굴절률 측정



### 저자

N.S. Kozlova<sup>1</sup>, A.P. Kozlova<sup>1</sup>,  
E.V. Zabelina<sup>1</sup>,  
Zh.A. Goreeva<sup>1</sup>,  
I.S. Didenko<sup>1</sup>, T. Burt<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Laboratory “Single crystals and Stock on their Base”  
NUST “MISiS”, Russia

<sup>2</sup>Agilent Technologies,  
Australia.

### 서론

첨단 소재를 생산하려면 물질 파라미터에 대한 빠르고 정확하며 최소한의 노동을 요구하는 측정이 필요합니다. 광학 물질, 특히 결정의 응용에 필요한 주요 파라미터 중 하나는 굴절률 ( $n$ )입니다.

굴절률을 측정하는 세 가지 일반적인 분석법이 있습니다(1-3):

#### 1) 각도 측정 분석법

각도계-분광기는 빛의 최소 편차 각도를 포함한 각도에서의 투과를 측정하는 데 사용되며  $n$ 은 스넬의 법칙을 통해 계산됩니다.

이 분석법은 바닥면과 연마된 작업면 사이의 정확한 각도를 가진 큰 프리즘 형태의 투명한 시료를 요구합니다.

#### 2) 타원 측정 분석법

타원계는 반사광의 진폭비와 위상 변이를 직접 측정하는 데 사용됩니다.

이 분석법은 각 물질에 대한 특정 광학 모델을 필요로 합니다. 상용 소프트웨어 패키지에는 표준 광학 모델이 포함되어 있지만 미지의 또는 새로운 재료가 있는 경우 광학 모델이 포함되지 않을 수 있습니다.

### 3) 분광 광도법

샘플링 액세서리가 장착된 분광 광도계는 절대 정반사 데이터 (또는 각도 투과 데이터)를 수집할 수 있는 각도로 시료와 검출기를 회전시키는 데 사용할 수 있습니다.

분광 광도법은 일반적으로 사용되는 세 가지 방법론으로 더 세분화될 수 있습니다:

#### 3.1) 프레넬 공식

입사광의 반사율과 투과율,  $p$ - 및  $s$ - 편광의 측정이 이루어지며,  $n$ 은 프레넬 공식으로 계산됩니다. 이 방법은 큰 연마된 시료 표면뿐만 아니라 프레넬 공식을 해결하기 위한 소프트웨어 지원도 필요합니다.

#### 3.2) 브루스터의 법칙 분석법

브루스터 각도에서  $p$ -편광의 입사광에 대한 반사율을 측정합니다 (브루스터의 법칙을 따릅니다). 큰 각도에 대한 높은 정확도의 측정을 달성하기 위해 표면적이 넓은 시료를 사용해야 합니다.

#### 3.3) 수직에 가까운 입사에서의 반사 분석법

이 분석법은 수직에 가까운 각도와 가까운 낮은 입사 각도(0도~약 10도)에서 한 표면의 반사 스펙트럼 측정을 기반으로 합니다. 이 분석법을 사용하면 단일 측정에서 시료의 단일 연마면에서 굴절률의 분산 성분을 측정할 수 있습니다.

분석법 3.2 및 3.3은 중요한 수학적 데이터 후처리를 필요로 하지 않으며 Cary UV-Vis-NIR 분광 광도계와 범용 측정 액세서리(UMA) (그림 1)을 장착한 모든 실험실에 도입할 수 있습니다.



그림 1. UMA 액세서리가 장착된 Cary-5000.

UMA가 장착된 Cary 5000은 여러 콘솔, 시료 교체 및 액세서리 재구성을 사용할 필요가 없습니다. 따라서 시료를 이동하지 않고도 시료에 대한 전체 정보를 얻을 수 있습니다.

UMA 도식도는 고정 광원, 360° 회전 가능한 시료 홀더 및 10~350° 각도 범위의 수평면에서 시료 홀더 주위를 이동할 수 있는 독립적인 검출기로 구성됩니다.

UMA는 시료의 일관된 단일 영역에서 모든 특성을 측정하여 고품질 데이터를 제공합니다. 이 액세서리의 장점은 그림 2에 나타난 도식도에 따라 하나의 작업 시퀀스 내 시료의 동일한 영역에서 다양한 입사광 편광 및 입사광의 서로 다른 각도에서 광학적 특성(절대 반사율 및 투과율)을 측정할 수 있다는 것입니다.

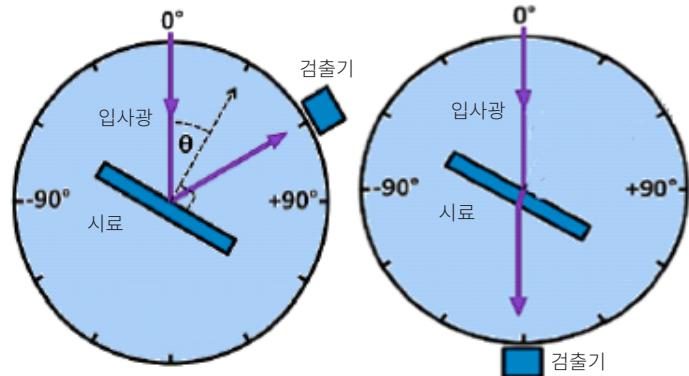


그림 2. 반사율(왼쪽)과 투과율(오른쪽) 측정의 도식도.

UMA가 장착된 Cary 5000은 까다로운 모양의 시료를 포함한 시료 및 물질의 굴절률을 측정해야 하거나 프리즘 형태의 시료를 생산하는 것이 불가능한 경우에 적합한 독특한 솔루션입니다.

이 연구는 두 가지 분광 광도법을 통해 UMA가 장착된 Cary 5000을 사용하여 새로운 결정  $Gd_3Al_2Ga_3O_{12}:Ce$  (GGAG) (4)에 대한 굴절률 측정 결과를 제시합니다:

1. 브루스터의 법칙(분석법 3.2) 사용;
2. 수직에 가까운 낮은 입사각에서 한 표면의 반사 스펙트럼 이용 (분석법 3.3).

## 실험

GGAG는 등축정계에 속하므로 단일 굴절률  $n$ 을 통해 특성을 규명합니다. 우리는 각도 범위(6~71°)에서  $p$ - 및  $s$ -편광의 반사 계수의 스펙트럼 및 각도 의존성을 얻었습니다. 예를 들어, 그림 3은  $\lambda = 589\text{nm}$ 에 대해 각각  $p$ - 및  $s$ -편광,  $R_p$  및  $R_s$ 의 반사 계수의 각도 의존성을 보여줍니다. 이 결과는 이전에 발표되었습니다(4).

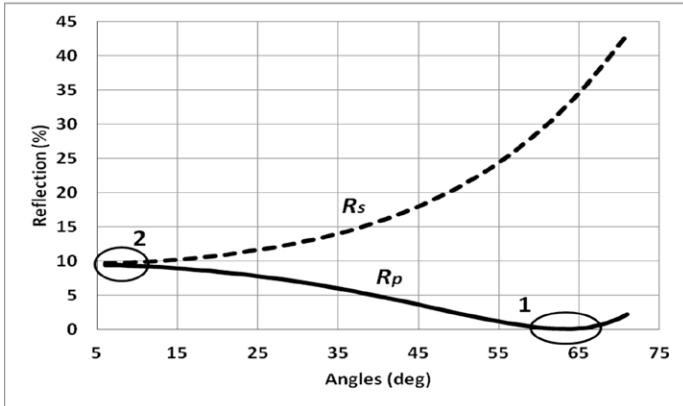


그림 3.  $\lambda = 589\text{nm}$ 에서  $p$ - 및  $s$ -편광의 반사의 각도 의존성(4): 1 - 브루스터 각도 영역, 2 - 빛의 수직 입사에서 한 표면의 반사 분석법에 대한 영역.

## 결과 및 토의

### 브루스터의 법칙에 따른 굴절률 측정(분석법 3.2).

브루스터의 법칙(2)에 따르면 입사광이 입사면에서 편광( $p$ -편광) 되면 어떤 입사각에서 반사율은 zero  $R \sim 0$ 에 가깝습니다. 이 각도를 브루스터 각도  $\theta$ 라고 하며 공식 1(2)을 통해 계산된 물질의 굴절률  $n$ 과 관련이 있습니다:

$$\Theta_B = \arctan(n/n_0)$$

여기서  $n_0$ 은 공기에서의 굴절률( $n_0=1$ )입니다.

굴절률의 값을 측정하기 위해, 우리는  $p$ -편광의 다른 입사각에서 반사 계수의 스펙트럼 의존성을 측정했습니다. 예를 들어 그림 3은 589nm의 파장에서 입사각이 60°에서 65°까지(영역 1) 1°씩 상승되는 경우 반사 계수  $p$ -편광의 각도 의존성에 대한 브루스터

각도 측정 도식도를 보여줍니다. 그 결과, 브루스터 각도는 약 60°인 것으로 확인되었습니다. 최소 각도(브루스터 각도)의 정확한 측정을 위해 입사광의 피치각을 1°에서 0.04° 단계로 변경하여 반복 분석법을 사용했습니다. 그런 다음 공식(1)로  $n$ 을 측정했습니다.

동일한 절차를 다른 파장에도 적용할 수 있습니다. 이 사례에서 우리는 다음 파장에서  $p$ -편광 반사 계수의 각도 의존성을 측정했습니다: 400nm, 425nm, 589nm, 650nm, 700nm, 800nm. 굴절률 실험 값의 근사치를 구하기 위해 코시 방정식(2)의 계수를 계산하여 굴절률의 분산 의존성을 얻었습니다(그림 4).

$$n = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4} + \dots$$

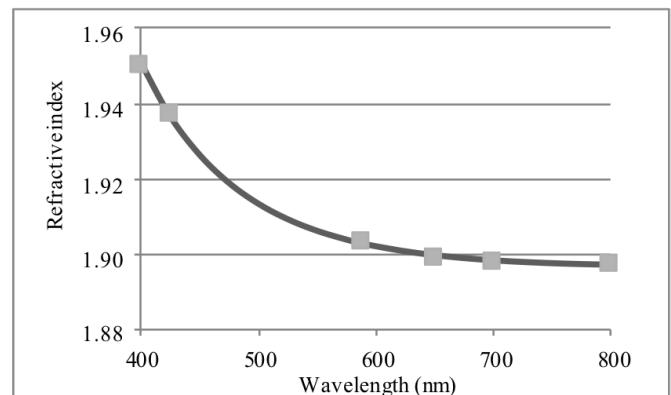


그림 4.  $\text{Gd}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}:\text{Ce}$  굴절률(4). 점 - 측정된 값, 선 - 코시 분산.

따라서 굴절률을 결정하기 위한 순서는 다음과 같습니다:

- 1) 필요한 파장에 대한  $p$ -편광 광선의 입사각에 따른 반사율의 스펙트럼 의존성을 측정합니다(그림 3);
- 2) 반사율의 최소값 영역에 해당하는 각도 영역을 찾습니다;
- 3) 2단계에서 측정한 1°에서 0.04°의 입사광 피치 각도를 변경하여 필요한 파장에 대해  $p$ -편광 광선의 입사각 영역에 따라 반복 분석법을 사용하여 반사율의 각 스펙트럼 의존성을 측정합니다;

- 4) 브루스터 각도 측정: 반사율 값이 최소일 때의 각도;
- 5) 공식(1)을 사용하여 이 파장에 대한 굴절률을 구합니다;
- 6) 다른 파장에 대해 1~5단계를 반복합니다;
- 7) 필요한 경우 굴절률 근사치를 구합니다.

#### 수직에 가까운 낮은 입사각에서의 한 표면의 반사 스펙트럼을 이용하여 굴절률 측정(분석법 3.3).

이 분석법에 따른 굴절률 측정 도식도는 그림 3의 영역 2에 해당합니다. 그림 3에 따르면 수직에 가까운 낮은 입사각 (**최대 10°**)에서  $p$ - 및  $s$ - 편광의 반사 강도가 가까워집니다.

이 경우 한 표면에서 나오는 빛의 반사 계수는 (2)로 나타낼 수 있습니다:

$$R = \frac{(n-1)^2 + \kappa^2}{(n+1)^2 + \kappa^2}$$

여기서  $k(\lambda)$ 는 소광 계수입니다.

식 (3)에 따르면 굴절률을 추정하기 위해서는 반사 계수  $R$ 의 값뿐만 아니라 소광 계수  $k$ 의 값도 알아야 합니다. 그러나 단결정  $\text{Gd}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}:\text{Ce}$ 의 경우 소광 계수  $k$ 의 값은 흡광 대역에서도 무시할 정도로 작습니다.

소광 계수  $k$ 를 제외한 공식 (3)을 변형하여, 1nm의 단계로 (200~720)nm의 파장 범위에서 수직에 가까운 입사 각도에서 반사 계수  $R$ 을 측정할 수 있습니다. 이러한 방식으로 앞의 공식에 따라 굴절률  $n$ 을 계산하고 분산 곡선(그림 5)을 구성할 수 있습니다:

$$n = \frac{1 + \sqrt{R}}{1 - \sqrt{R}}$$

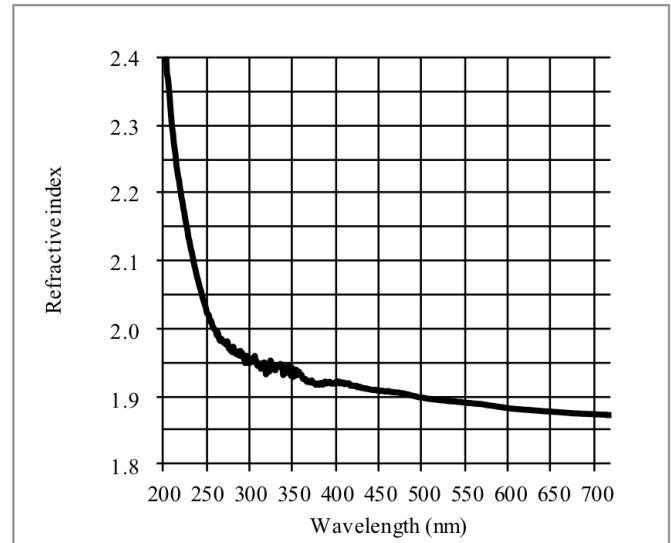


그림 5. 한 표면에서 반사되어 얻어진  $\text{Gd}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}:\text{Ce}$  굴절률 분산(4).

두 번째 면(시료의 내부 표면)에서 반사되는 것을 방지하려면 반대쪽에 연마된 표면이 있는 시료 또는 평면이 아닌 면이 있는 시료를 사용하는 것이 좋습니다.

이 두 가지 분석법으로 얻은 GGAG에 대한  $n$ 의 값은 근접합니다. 따라서 두 가지 분석법 모두 실험실 실무에 도입될 수 있습니다. 선택은 시료의 형태에 따라 달라집니다.

이 분석법의 신뢰 구간을 설정하기 위해 용해 석영의 참조 시료에 대한 계측 측정을 수행했습니다. 수직에 가까운 빛 입사각에서 반사 계수를 측정한 다음, 분석법의 계측 특성을 계산했습니다. 참조 시료의 경우 정확도는  $\pm 0.4\%$ 였습니다. 이 값은 분석법의 신뢰 구간에 속합니다.

## 결론

1. 범용 측정 액세서리가 장착된 Cary 5000 분광 광도계의 사용에 대한 연구는 두 가지 분광 광도법을 통해 다양한 유형의 물질, 특히 단결정 광학 물질의 굴절률을 구하기 위해 수행되었습니다
  - 브루스터의 법칙 분석법;
  - 수직에 가까운 낮은 입사각에서 한 표면의 반사.
2. 두 분석법으로 얻은 굴절률은 충분히 근접했습니다. UMA를 장착한 Cary 5000을 갖춘 실험실은 모든 분석법을 선택할 수 있습니다. 최고의 선택은 시료의 형태에 따라 달라집니다.
3. 분광 측광법의 정확도는 0.4% 미만입니다.

## 참고 문헌

1. C.F. Bohren, D.R. Huffman Absorption and Scattering of Light by Small Particles. Wiley Professional Paperback Edition Published, **1998**, 545 p.
2. S.I. Borisenko “Refraction Index and methods for its experimental determination”, Tomsk: Tomsk Polytechnic University, **2014**.
3. Kozlova N.S., Kozlova A.P., Goreeva Zh.A. “Spectrophotometric Methods and their Capabilities to Study Material Optical Parameters”, Proceedings of the 2nd International Ural Conference on Measurements (UralCon) **2017**, p. 281-288
4. N.S. Kozlova, O.A. Busanov, E.V. Zabelina, A.P. Kozlova, V.M. Kasimova “Optical properties and refractive indices of  $\text{Gd}_3\text{Al}_2\text{Ga}_3\text{O}_{12}:\text{Ce}^{3+}$  crystals”, Crystallography Reports, v. 61, No. 3, pp. 474-478, **2016**.

[www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem)

이 정보는 사전 고지 없이 변경될 수 있습니다.

© Agilent Technologies, Inc. 2019  
2019년 1월 4일 한국에서 발행  
5994-0052KO

한국애질런트테크놀로지스(주)  
대한민국 서울특별시 서초구 강남대로 369,  
A+ 에셋타워 9층, 06621  
전화: 82-80-004-5090 (고객지원센터)  
팩스: 82-2-3452-2451  
이메일: korea-inquiry\_lsca@agilent.com

 **Agilent**  
Trusted Answers