

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского»

М.О. Марычев

**ОСВОЕНИЕ РЯДА МЕТОДОВ НАБЛЮДЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ
ОПТИЧЕСКИХ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ КРИСТАЛЛОВ
НА ПРИМЕРЕ ОБРАЗЦОВ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ ФЛЮОРИТОВ**

Практикум

Рекомендовано методической комиссией физического факультета
для студентов ННГУ, обучающихся по направлению подготовки
03.03.02 «Физика»

Нижегород
2021

УДК 535
ББК 22.374

Освоение ряда методов наблюдения и исследования оптических неоднородностей кристаллов на примере образцов твердых растворов флюоритов: практикум / М.О. Марычев. – Нижний Новгород: Издательство Нижегородского государственного университета им. Н.И. Лобачевского, 2021. – 29 с.

Автор: Марычев М.О., канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры кристаллографии и экспериментальной физики физического факультета ННГУ;

Рецензент: Горшков А.П., доцент, канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры физики полупроводников, электроники и наноэлектроники физического факультета ННГУ.

Данный практикум посвящен освоению двух методов исследования оптических неоднородностей образцов реальных кристаллов – метода поляризационной оптической микроскопии и теневого метода. На примере ряда образцов кристаллов флюоритовых фаз (твердых растворов флюоритов) предлагается освоить указанные методы как для наблюдения их оптических особенностей, так и для измерения количественных характеристик последних.

Учебно-методические указания предназначены для студентов 4 курса физического факультета, осваивающих курс «Оптические свойства кристаллов».

Ответственный за выпуск:

Перов А.А., председатель методической комиссии физического факультета ННГУ, доцент, канд. физ.-мат. наук, доцент кафедры теоретической физики физического факультета ННГУ

УДК 535
ББК 22.374

© Национальный исследовательский
Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского,
2021

Цель работы: освоить на практике метод поляризационной оптической микроскопии и теневой метод для наблюдения и количественной оценки характеристик оптических неоднородностей реальных кристаллов на примере образцов кристаллов флюоритовых фаз (твердых растворов флюоритов).

Используемое оборудование и материалы, экспериментальная площадка: поляризационный микроскоп МИН-8, компенсатор Берека, гелий-неоновый лазер ЛГН-207Б, оптическая скамья ОСК-2, держатели оптических элементов на оптической скамье, собирающие линзы, экран, образцы кристаллов. Лаборатория кристаллофизики кафедры кристаллографии и экспериментальной физики физического факультета ННГУ.

1. Общая характеристика кристаллов флюоритовых фаз $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ ($M - Ca, Ba$; $R -$ редкоземельные элементы) и их оптических неоднородностей

Исследованиям многокомпонентных кристаллов $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ (где $M - Ca, Ba$; $R -$ редкоземельные элементы) посвящено много публикаций, например [1–4]. Поскольку эти материалы могут быть получены в широком интервале содержания редкоземельных элементов в исходной кристаллической флюоритовой матрице MF_2 , появляется возможность изменять их структурно-чувствительные свойства также в широких пределах (оптические свойства (в том числе фоторефрактивные), микротвёрдость [5], ионную проводимость, и др.).

Кристаллы выращиваются методом Бриджмена в установке с графитовым нагревателем [6]. В качестве шихты используются отходы монокристаллов BaF_2 , к которым добавляют реактивы RF_3 . Ростовая камера эвакуируется до давления 10^{-2} мм рт. ст. и заполняется гелием. Также в атмосферу камеры добавляют продукты пиролиза (термического разложения) фторопласта, то есть фтористые соединения. Скорость опускания тигля примерно равна 5 мм/ч. Таким путем выращиваются прозрачные кристаллические були длиной до 4 см и диаметром 10–12 мм.

Благодаря тому, что матрица MF_2 обладает по отношению к RF_3 значительной изоморфной емкостью, получающиеся при совместной кристаллизации твердые растворы могут содержать до 50 мол.% трифторида.

В кристаллической структуре флюоритовых фаз $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ наблюдаются микрон неоднородности, образованные суперкластерами дефектов и их ассоциатами нанометрового масштаба. Эти участки структуры обогащены ионами R^{3+} и сильно отличаются по составу от матрицы MF_2 . Таким образом, наличие гетеровалентных замещений ионов щелочноземельного металла и редкоземельного элемента приводит к образованию структурных дефектов в кристалле.

Рентгенографические исследования показывают, что кристаллическая решетка флюоритовых фаз $M_{1-x}R_xF_{2+x}$, выращенных в неравновесных условиях и не подвергавшихся отжигу, не может быть в полной мере признана кубической (об этом говорят уширение и расщепление рефлексов, соответствующих кубической структуре флюорита). По сути, такие искажения структуры вызваны упомянутой выше макронеоднородностью состава кристалла.

Более полное исследование предполагает также изучение особенностей и неоднородностей структуры флюоритовых смешанных фаз на более крупных масштабах, то есть масштабах порядка долей миллиметра и более (макронеоднородности).

В булях возникают два основных вида макронеоднородностей – осевая (монотонное изменение состава вдоль оси були) и радиальная. Последняя наблюдается в виде мелких ячеистых неоднородностей на поперечных срезах були сравнительно небольшой толщины и называется ячеистой субструктурой.

Ячеистую субструктуру прозрачного кристаллического образца, имеющего искажения кубической решетки, в объемах миллиметровых размеров удобно исследовать оптическими методами. Для этого из выращенных буль перпендикулярно оси роста вырезаются диски толщиной 1–2 мм и полируются.

На приготовленных таким способом образцах было установлено [6, 7] следующее:

1. Имеются значительные неоднородности показателя преломления (это видно при простейшем визуальном осмотре).

2. Наблюдения в поляризованном свете на поляризационном микроскопе показывают наличие двупреломления, причем в разных точках образца величина двупреломления различна, то есть двупреломление неоднородно, и кроме этого, неоднородна ориентация главных плоскостей световых колебаний, приводящая к неравномерной освещенности картинки при любом положении столика микроскопа.

3. На большинстве образцов (разные составы) наблюдается описанная выше ячеистая субструктура.

4. Характер ячеистой субструктуры может быть различным – расположение неоднородностей бывает как изотропным, так и анизотропным (вытянутые в одном направлении ячейки). Само наличие или отсутствие ячеистой структуры, а также ее особенности зависят как от качественного, так и от количественного состава кристалла (как сказано выше, последний можно варьировать в достаточно широких пределах).

На рис. 1 и 2 представлены характерные фотоснимки ряда образцов флюоритовых фаз, полученные на поляризационном микроскопе МИН-8 при скрещенных поляризаторах.

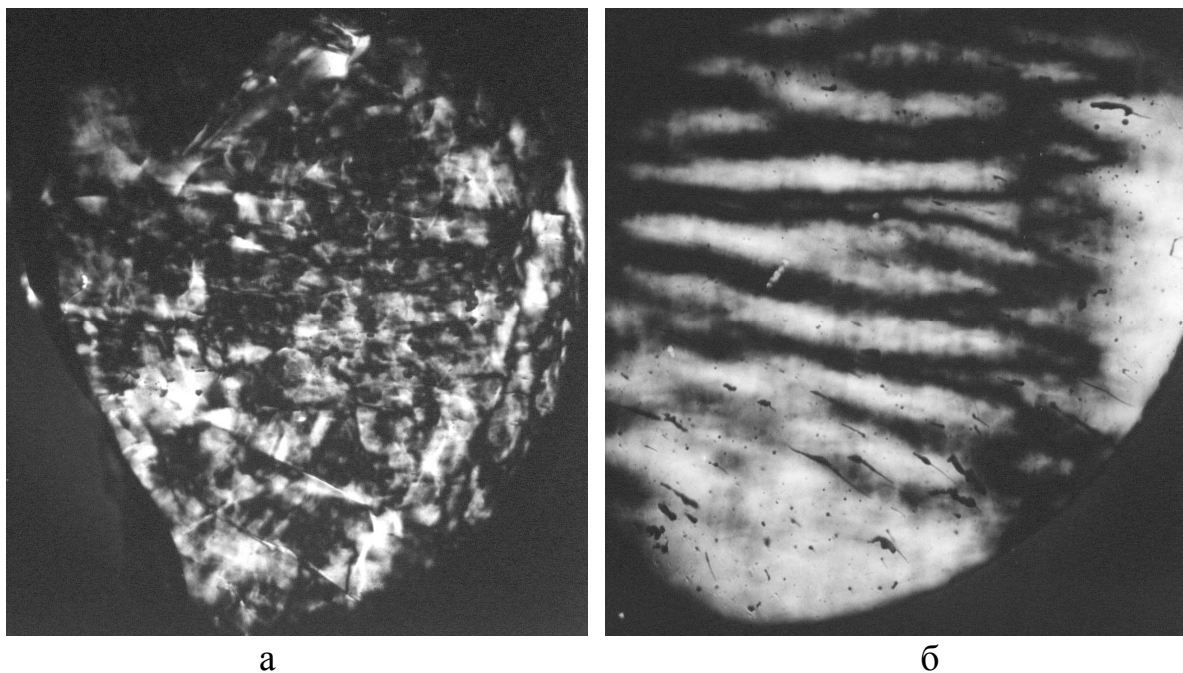


Рис. 1. Ячеистая субструктура макронеоднородностей в кристаллах $\text{Ba}_{0.75}\text{Er}_{0.249}\text{Nd}_{0.001}\text{F}_{2.25}$ (а) и $\text{Ba}_{0.75}\text{Nd}_{0.249}\text{Er}_{0.001}\text{F}_{2.25}$ (б) (съемка в поляризованном свете, микроскоп МИН-8), диаметр пластинок 10 мм

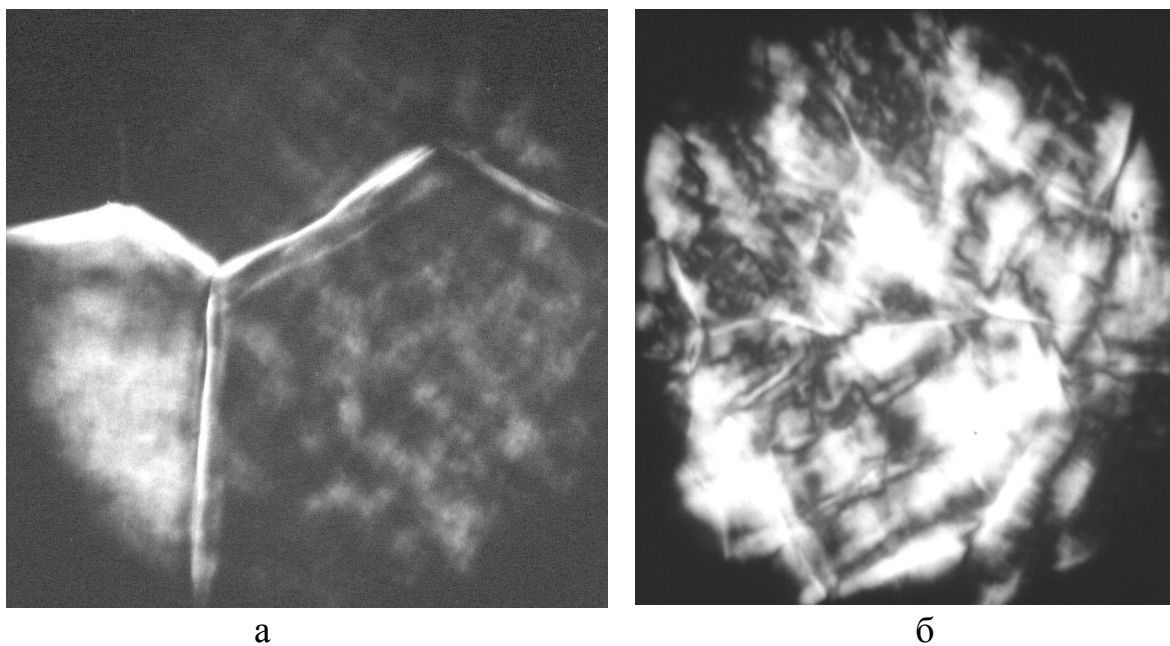


Рис. 2. а – участок ячеистой субструктуры кристалла $\text{Ca}_{0.6}\text{Ce}_{0.4}\text{F}_{2.4}$ при наблюдении в поляризованном свете (размер изображения – 1×1 мм). Отчетливо видны «границы» ячеек.
 б – участок размером 2×2 мм кристалла $\text{Ca}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35}$ в поляризованном свете

В поляризованном свете видно, что значительная часть площади кристаллического среза оптически анизотропна (это проверяется также поворотом столика микроскопа). Доля изотропных (остающихся темными при любом положении столика микроскопа) участков мала. Для измерения величины двупреломления отдельных участков кристаллов удобно применять компенсатор Берека [8–10]. В большинстве случаев двупреломление лежит в интервале от 5×10^{-6} – 2.5×10^{-5} , что говорит о заметных искажениях кубической симметрии. Размеры ячеек меняются в большинстве случаев в диапазоне 0.2–0.7 мм, а градиенты показателя преломления – в пределах 10^{-4} – 10^{-2} мм⁻¹.

Форма и расположение ячеек также хорошо проявляется на теневых картинах, рис. 3 (о теневом методе см. ниже раздел 6).

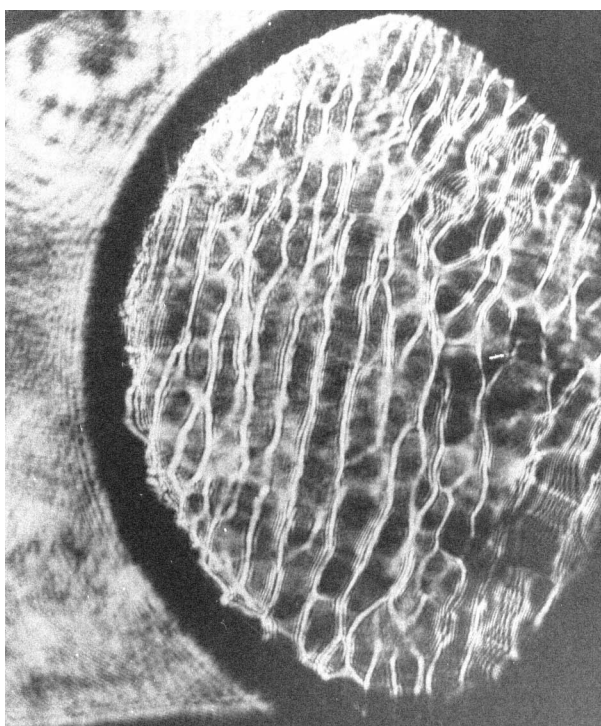


Рис. 3. Теневая картина образца кристалла $\text{Ba}_{0.898}\text{La}_{0.1}\text{Gd}_{0.002}\text{F}_{2.102}$ (толщина пластинки 3 мм, диаметр 10 мм)

Следует понимать, что “границы” ячеек на теневой картине возникают за счет фокусировки света, путь лучей которого искривляется при прохождении неоднородностей кристалла. Сами неоднородности при этом могут иметь плавный характер. Итак, видимые на теневой картине границы в общем случае не соответствуют фазовым границам между различными зернами. В целом наблюдается корреляция [6] теневой и поляризационной картин одного образца, хотя полного их соответствия нельзя ожидать хотя бы по той причине, что они являются результатом изменения разнородных величин – показателя преломления и двупреломления. Приближенная корреляция наблюдается потому, что областям с сильным градиентом показателя преломления соответствует больший градиент концентрации

примесного компонента R^{3+} , и, следовательно, большие напряжения и искажения решетки, вызывающие повышенную оптическую анизотропию.

Количественный анализ размеров и характера расположения неоднородностей как теневых, так и поляризационных картин в отдельности, а также установление степени их корреляции может быть проведен с помощью статистического метода анализа неоднородностей изображений, описанного в [11].

2. Наблюдение макронеоднородностей флюоритовых кристаллов $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ при помощи поляризационного метода. Ячеистая субструктура

Наблюдение и анализ макронеоднородностей кристаллов $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ (M – Ca, Ba; R – редкоземельные элементы) может быть проведено поляризационно-оптическим методом [8–10] с помощью стандартного поляризационного микроскопа (в данной работе – МИН-8), снабжённого компенсатором Берекса для измерения двупреломления и фотоаппаратом, см. рис. 4.



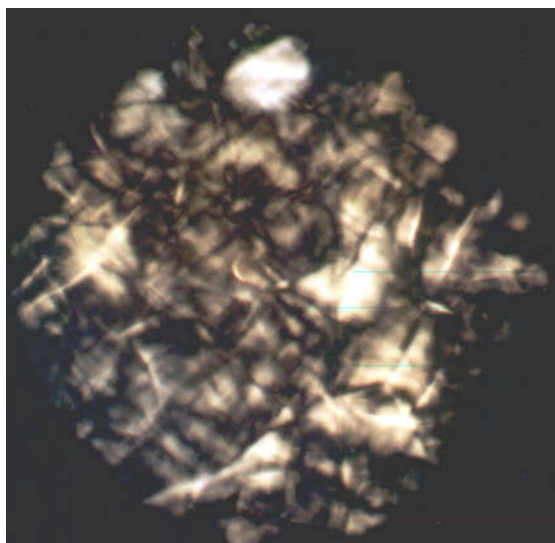
а



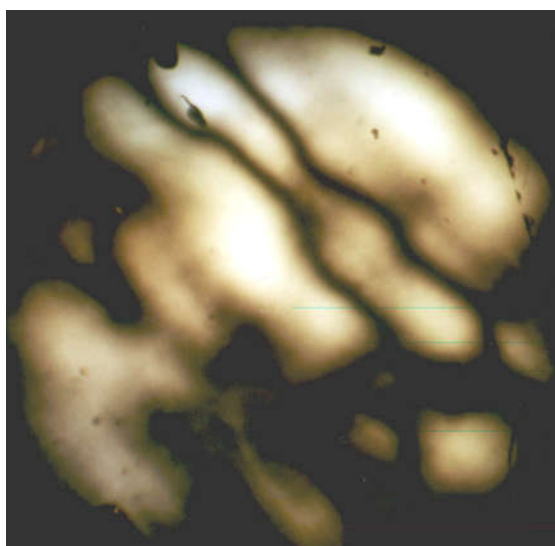
б

Рис. 4. Поляризационный микроскоп МИН-8 с компенсатором Берекса (а) и фотоаппаратом (б)

На рис. 5–7 приведены примеры фотоснимков участков кристаллов $\text{Ca}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$, полученные с помощью указанного на рис. 4 оборудования. Образцы имеют диаметр 10–12 мм и толщину 1–3 мм.

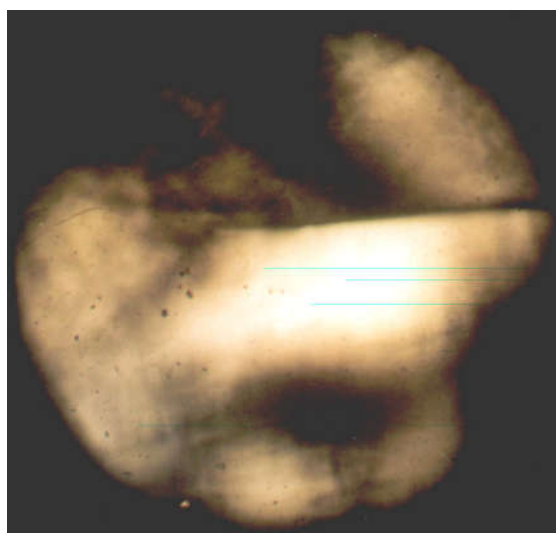


$\text{Ca}_{0.65}\text{Ce}_{0.35}\text{F}_{2.35}$

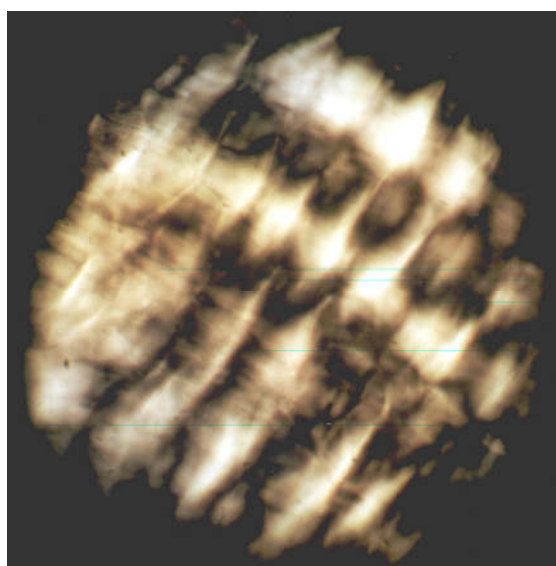


$\text{Ca}_{0.99}\text{Tb}_{0.01}\text{F}_{2.01}$

Рис. 5. Фотографии в поляризованном свете участков кристаллов $\text{Ca}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$, поляризаторы скрещены, размер поля зрения 2.5 мм, микроскоп МИН-8

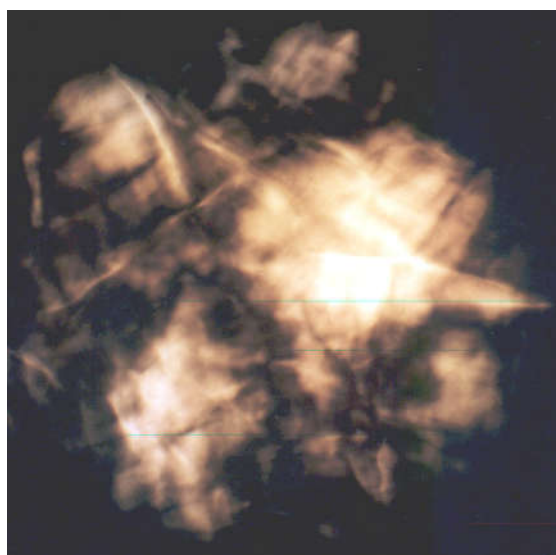


$\text{Ca}_{0.65}\text{Dy}_{0.35}\text{F}_{2.35}$

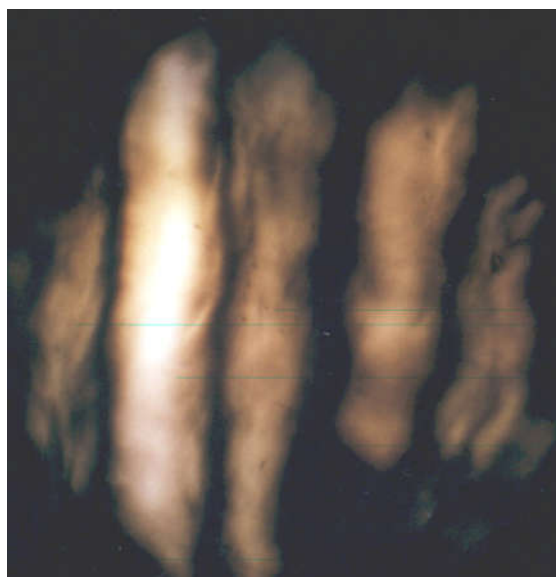


$\text{Ca}_{0.65}\text{La}_{0.35}\text{F}_{2.35}$

Рис. 6. Фотографии в поляризованном свете участков кристаллов $\text{Ca}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$, поляризаторы скрещены, размер поля зрения 2.5 мм, микроскоп МИН-8



$\text{Ca}_{0.65}\text{Nd}_{0.35}\text{F}_{2.35}$



$\text{Ca}_{0.8}\text{Ev}_{0.2}\text{F}_{2.2}$

Рис. 7. Фотографии в поляризованном свете участков кристаллов $\text{Ca}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$, поляризаторы скрещены, размер поля зрения 2.5 мм, микроскоп МИН-8

Приведённые на рис. 5–7 примеры убедительно свидетельствуют о наличии искажений кубической симметрии кристаллической матрицы CaF_2 при образовании твёрдых растворов $\text{Ca}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$. Как было отмечено выше, подобные искажения флюоритовой кубической решётки фаз $\text{M}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ могут быть вызваны микroneоднородностями химического состава выращенных образцов на миллиметровом и субмиллиметровом масштабах (осевая неоднородность и радиальная ячеистая субструктура).

В таблице 1 приведены типичные измеренные на поляризационном микроскопе с помощью компенсатора Берка средние значения двупреломления на ряде образцов. Средние значения двупреломления в

каждом образце можно оценить по результатам измерений двупреломления в произвольно выбранных точках образцов.

Таблица 1. Характеристики двупреломления ряда образцов кристаллов $Ba_{1-x}R_xF_{2+x}$ ($R - Pr, Gd, Tb$).

Состав	Среднее двупреломление $\Delta n, 10^{-6}$	Стандартное отклонение двупреломления Δn от среднего, 10^{-6}	Минимальное и максимальное двупреломление (по данным измерений в 30-ти точках), 10^{-6}
$Ba_{0.894}Pr_{0.106}F_{2.106}$	1.5	0.8	0.37 / 3.3
$Ba_{0.9}Gd_{0.1}F_{2.1}$	4.4	2.0	1.0 / 8.0
$Ba_{0.94}Tb_{0.06}F_{2.06}$	3.3	1.8	0.9 / 9.0

Данные таблицы 1 показывают, что исследованные кристаллы имеют оптическую анизотропию, свидетельствующую об искажении кубической кристаллической структуры соответствующей матрицы MF_2 . Следовательно, anomalous двупреломление можно использовать в качестве одной из мер характеристики искажений таких структур.

3. Сущность поляризационно-оптического метода исследования оптически анизотропных сред

Составим простейшую поляризационную оптическую схему (полярископ), рис. 8.

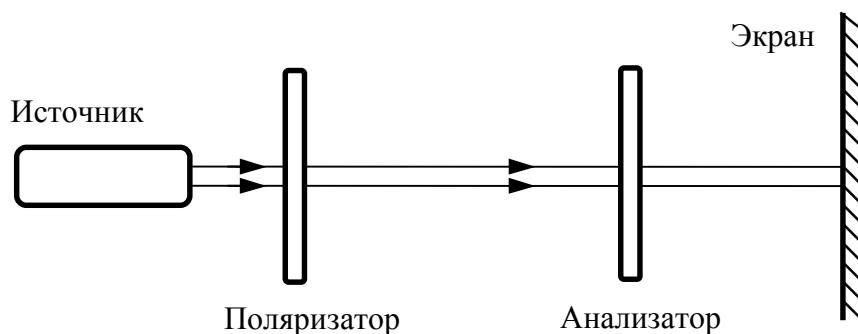


Рис. 8. Простейшая поляризационная схема

Если выставить плоскости пропускания поляризатора и анализатора перпендикулярно друг другу, то такие поляризатор и анализатор называются скрещенными, в этом случае свет, выходящий из поляризатора, полностью гасится в анализаторе и не доходит до экрана. При помощи такой простой схемы можно определить, является ли некоторый прозрачный объект оптически изотропным или анизотропным. Для этого объект необходимо поместить в промежуток между поляризатором и анализатором и поворачивать его вокруг оси светового пучка (по азимуту). Если на экране

обнаружится пропускание света анализатором, это будет говорить об оптической анизотропии данного объекта. Это явление обусловлено особым характером распространения света в оптически анизотропной среде, отличным от такового для изотропной среды. Возьмем прозрачную плоскопараллельную анизотропную пластинку, например, листок слюды и поместим ее в схеме рис. 8 так, чтобы плоскость пластинки была перпендикулярна световому пучку. Изобразим преобразования световой волны в проекции на плоскость пластинки (рис. 9).

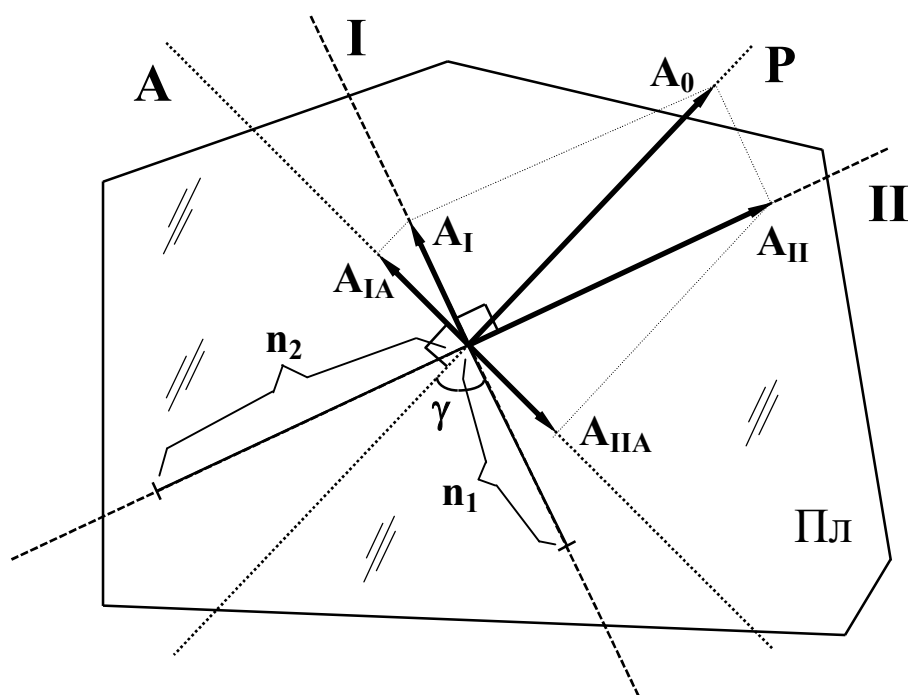


Рис. 9. Оптически анизотропная пластинка в полярикопе

Плоскополяризованная световая волна A_0 (вектор на рисунке указывает амплитуду волны и ориентацию ее плоскости поляризации), выходящая из поляризатора P , попадает в пластинку $Пл$. Оптическая анизотропия пластинки проявляется в том, что волна A_0 в ней раскладывается на две линейно поляризованные волны A_I и A_{II} , плоскости поляризации которых взаимно перпендикулярны и жестко связаны с пластинкой. Соответственно, есть две так называемые главные плоскости колебаний световых волн в пластинке (обозначены на рис.4.6.3 I и II). Их ориентация относительно светового пучка изменяется поворотом пластинки по азимуту. Главной особенностью волн A_I и A_{II} является то, что их показатели преломления различны (на рис. 9 их величины схематично показаны отрезками n_1 и n_2 соответственно). Данное свойство оптически анизотропной среды называется двупреломлением, а разность

$$\Delta n = n_1 - n_2 \quad (1)$$

называется величиной двупреломления или просто двупреломлением пластинки. Заметим, что оптическая анизотропия проявляется еще и в том, что показатели n_1 и n_2 зависят от направления распространения света в среде. Поэтому, говоря о двупреломлении, вообще говоря необходимо указывать направление, для которого оно измерено.

Различие показателей n_1 и n_2 говорит о разнице скоростей волн A_I и A_{II} . Оптическая разность хода этих волн при прохождении пластинки толщины d будет равна

$$\Delta = (n_1 - n_2) \cdot d. \quad (2)$$

При сложении волн A_I и A_{II} на выходе из пластинки получится в общем случае эллиптически поляризованная волна. В анализаторе произойдет проецирование векторов A_I и A_{II} на плоскость пропускания анализатора A и интерференция соответствующих волн A_{IA} и A_{IIA} с учетом разности хода (2). Через анализатор пройдет часть света, интенсивность которого определяется выражением (см., например, [11])

$$I = I_0 \sin^2(2\gamma) \cdot \sin^2\left(\frac{\pi}{\lambda} \cdot \Delta\right), \quad (3)$$

где $I_0 = (A_0)^2$ – интенсивность падающего на пластинку света, γ – угол между, например, плоскостью поляризатора P и главной плоскостью пластинки I (если взять угол между A и I , то есть $(\pi/2 - \gamma)$, то результат не изменится), λ – длина волны света вне пластинки, Δ – разность хода (2).

Если $\gamma = 0$ или 90° , то анализатор свет не пропустит, так как на него в этом случае будет падать линейно поляризованная волна, плоскость поляризации которой перпендикулярна плоскости A . Действительно, вектор A_0 будет параллелен либо I , либо II , и в пластинке возбудится только одна из волн (A_I или A_{II}) с плоскостью поляризации, параллельной P . Таким образом, при повороте пластинки по азимуту четырежды за оборот будет наблюдаться погасание света на выходе из анализатора. Зная ориентацию плоскостей P и A , можно, следовательно, определить главные плоскости I и II пластинки $Пл$.

Путем измерения интенсивности (3) можно вычислить двупреломление анизотропной пластинки.

4. Метод компенсации для определения двупреломления

Идея метода компенсации ([10] с. 45, [13] с. 290) состоит в следующем. Поместим в поле полярископа, кроме исследуемого объекта, оптически анизотропную кристаллическую пластинку, называемую компенсатором. В зависимости от типа компенсатора она либо передвигается, либо поворачивается тем или иным способом относительно светового пучка.

Двупреломление, «вносимое» этой пластинкой в поляризационную схему, будет функцией соответственно либо линейной, либо угловой координаты перемещения компенсаторной пластинки. Если совместить главные плоскости компенсатора и главные плоскости исследуемой пластинки, то две световые волны, вышедшие из исследуемой пластинки, попав в компенсатор, сохранят свои амплитуды и ориентацию плоскостей поляризации. Изменятся только их показатели преломления. Допустим, что первая волна в исследуемой пластинке отстала от второй волны (в силу различия скоростей). Соответствующая разность хода будет иметь положительный знак. Если первая волна в компенсаторе будет иметь большую скорость, чем вторая, то разность хода, добавляемая компенсатором, будет отрицательной. Сложение разностей хода световых волн A_1 и A_2 , приобретенных ими в исследуемой пластинке и в компенсаторе, в этом случае приведет к уменьшению суммарной разности хода. Изменением положения компенсатора можно добиться обнуления этой суммы. При этом так называемое положение компенсации можно легко заметить по полному погасанию света на выходе из анализатора. Так как разность хода в компенсаторе при любых его положениях известна, мы автоматически получаем с точностью до знака разность хода в исследуемой пластинке. Действие компенсатора показано на рис. 10.

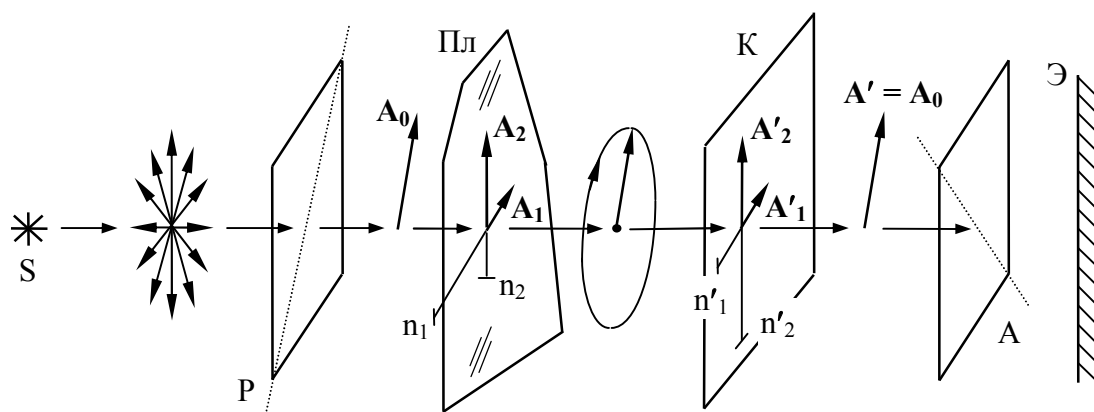


Рис. 10. Схема действия компенсатора

Помимо приведенных выше обозначений здесь К – компенсатор, Э – экран.

5. Поворотный компенсатор Берка

Компенсатор Берка ([10] с. 53, [13] с. 293, [14], [15] с. 178) представляет собой тонкую (порядка десятых долей миллиметра) плоскопараллельную пластинку, вырезанную из оптически одноосного двупреломляющего кристалла (обычно кальцита) перпендикулярно его оптической оси. Она поворачивается вокруг оси, лежащей в ее плоскости и перпендикулярной световому пучку. Когда пластинка перпендикулярна оси поляризатора,

вносимая ею разность хода равна нулю, так как свет в этом случае идет вдоль оптической оси пластинки. При повороте пластинки из нулевого положения она начинает вносить в схему разность хода, монотонно растущую с увеличением угла поворота. Разность хода в компенсаторе Берека дается зависимостью:

$$\Delta = C \cdot F(\alpha), \quad (4)$$

где C – константа данного экземпляра компенсатора, $F(\alpha)$ – некоторая функция угла падения светового пучка на компенсаторную пластинку, четная относительно α (приблизительно квадрат синуса угла α).

Функция $F(\alpha)$, одинаковая для любого экземпляра компенсатора Берека, вычислена обычно для значений угла α в интервале от 0 до 30° и прилагается к компенсатору в виде таблицы (см. Приложение). Константа C зависит от длины волны используемого в полярископе света, от величины двупреломления кристалла, из которого изготовлен компенсатор, и от толщины компенсаторной пластинки.

Таким образом, градуировка компенсатора Берека сводится к определению константы C . Для этого компенсатор поворачивают в ту и другую сторону до первого положения погасания, что соответствует разности хода в одну длину волны λ . Измеряют соответствующие углы α_1 и α_2 и находят среднее значение $\alpha = (\alpha_1 + \alpha_2)/2$ для исключения влияния сдвига нулевого деления шкалы относительно истинного нулевого положения компенсатора. Взяв из таблицы (см. Приложение) соответствующее значение $F(\alpha)$, находят C из (4), принимая $\Delta = \lambda$ (обычно в нанометрах).

Заметим, что в монохроматическом свете, вообще говоря, можно измерить лишь избыток разности хода сверх целого числа длин волн, либо разность хода в пределах одной длины волны. Целое число длин волн в измеряемой разности хода обычно определяется в белом свете.

6. Наблюдение макронеоднородностей флюоритовых кристаллов $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ при помощи теневого метода

Теневой метод был впервые предложен Леоном Фуко в 1858 г. для контроля качества изготовления астрономических объективов высокой разрешающей силы. Немецкий физик Август Теплер применил этот метод для исследования газовых неоднородностей.

Волновая теория света позволила объяснить основные закономерности теневых методов, что позволило расширить области их применения. Они стали использоваться для исследования практически всех прозрачных неоднородностей. С основами теневых методов можно ознакомиться по книге [16].

Теневой метод основан на том, что при прохождении через оптически неоднородную среду световой луч меняет своё направление. Таким образом, если пропустить пучок лучей через такую среду, то лучи, выходя из неё,

сфокусируются в некоторой плоскости и дадут нам теньевую картину, на которой будут видны области повышенной и пониженной освещённости, коррелирующие с картиной неоднородностей показателя преломления в исследуемом образце (рис. 11).

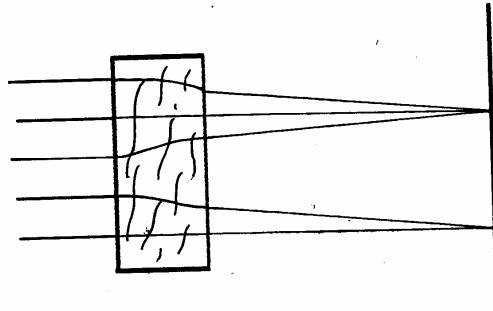


Рис. 11. Искривление световых лучей в неоднородной среде с последующей их фокусировкой на экране, формирующей особенности теневого картины

Как правило, измеряемой величиной при таких методах исследования является угол отклонения световых лучей при прохождении ими области оптической неоднородности (показателя преломления). Радиус кривизны луча в общем случае изменяется вдоль пути последнего. Справедливо соотношение $r = \frac{n}{dn/dr}$, где r – радиус кривизны луча, n – показатель преломления среды, dn/dr – градиент показателя преломления [17].

Для его вывода воспользуемся рис. 12. Предполагаем, что луч света распространяется в некоторой точке среды в направлении, перпендикулярном градиенту показателя преломления.

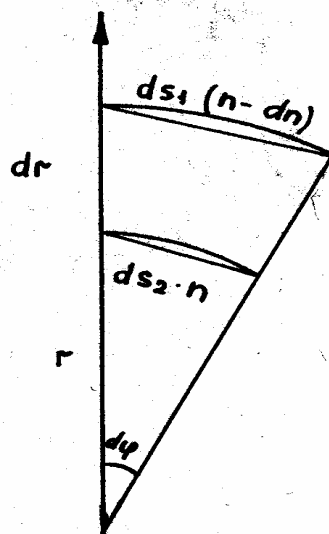


Рис. 12. К выводу связи градиента показателя преломления среды с кривизной светового луча в ней

Для оптической длины пути (произведения показателя преломления на путь) $ds_1(n - dn) = ds_2 n$. Геометрические соотношения, ясные из чертежа, дают $ds_1 = d\varphi(r + dr)$ и $ds_2 = rd\varphi$. Тогда

$$(r + dr)(n - dn) = rn, \quad (5)$$

$$rn + drn - rdn - drdn = rn. \quad (6)$$

Поскольку $drdn \ll rdn$, то

$$rdn = ndr, \quad (7)$$

откуда

$$r = \frac{n}{\frac{dn}{dr}} = \frac{n}{\text{grad } n}. \quad (8)$$

Общий вид теневой установки, с помощью которой здесь проводятся исследования оптических неоднородностей кристаллов $M_{1-x}R_xF_{2+x}$, показан на рис. 13.

Она состоит из источника монохроматического света (гелий-неоновый лазер ЛГН-207Б с длиной волны излучения 0.63 мкм), системы линз и экрана. Первые две линзы обеспечивают почти параллельный пучок света, который затем проходит через образец. Далее находится собирающая линза, дающая на экране перевернутое увеличенное изображение теневой картины кристалла.

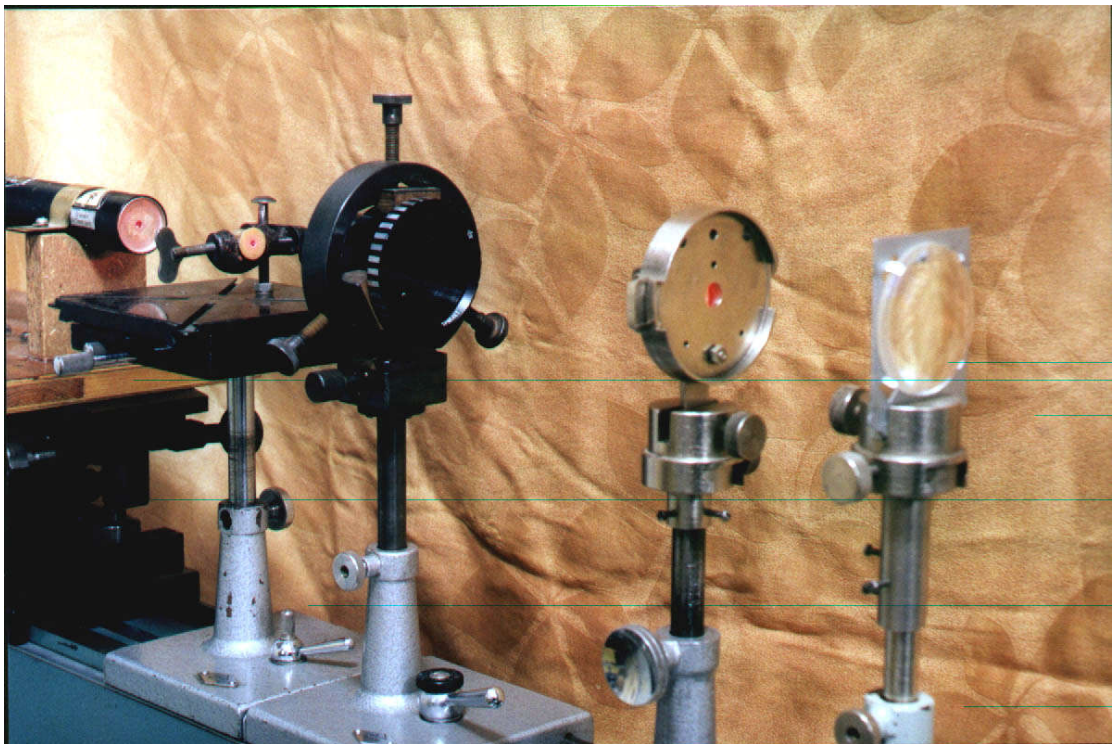
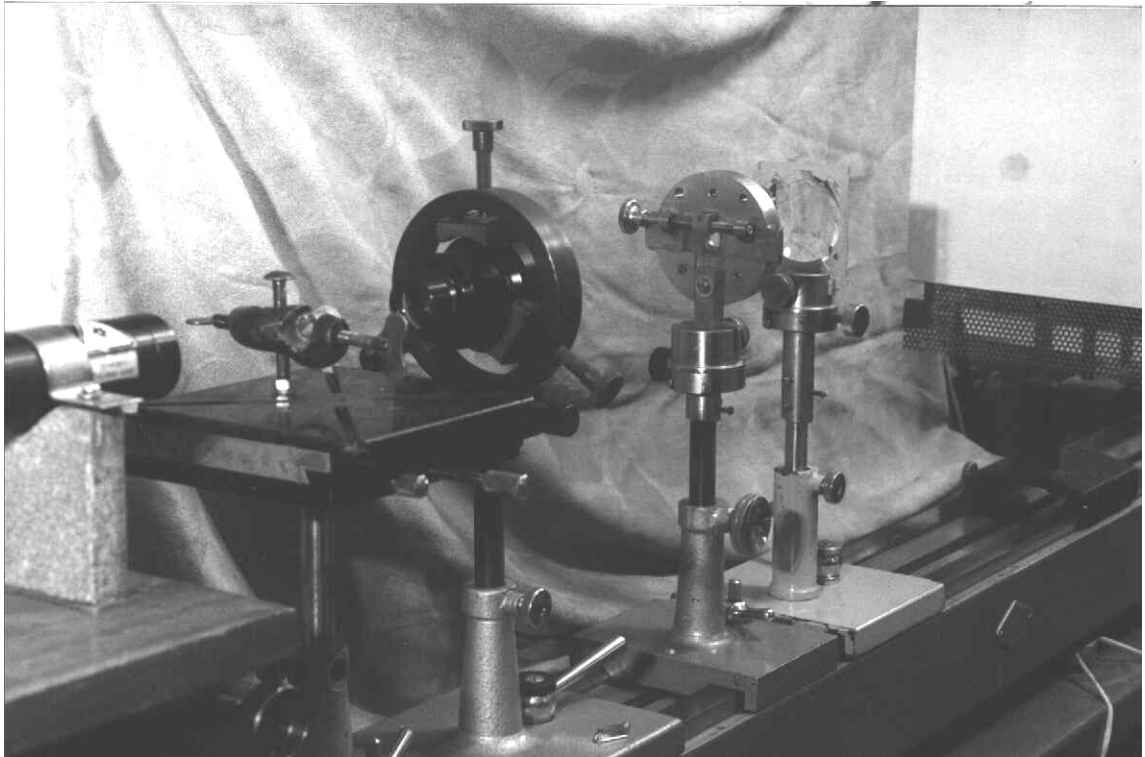


Рис. 13. Теневая установка для наблюдения неоднородностей показателя преломления флюоритовых кристаллов $M_{1-x}R_xF_{2+x}$

На рис. 14 и 15 показан ход лучей в установке в целом, и через исследуемый образец, содержащий неоднородность показателя преломления, приводящую к искривлению пути света в образце.

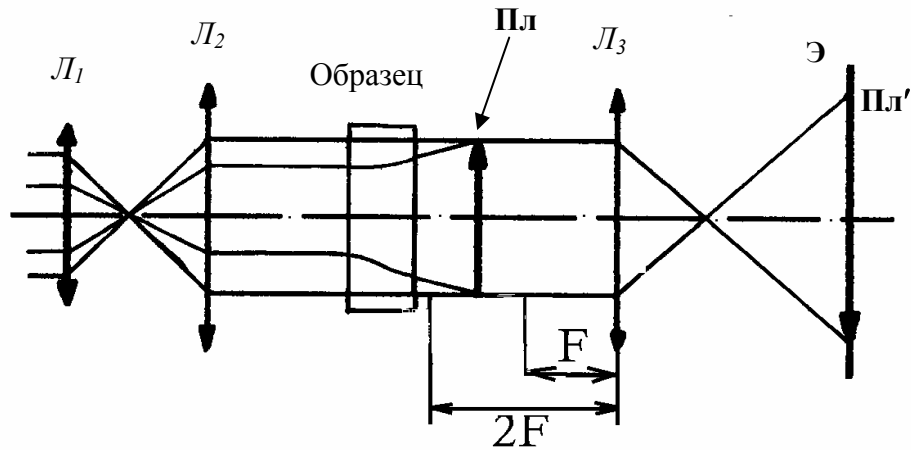


Рис. 14. Ход лучей в теневой установке рис. 13 (указаны фокусное и двойное фокусное расстояния последней линзы L_3). Слева в установку идут лучи от источника света (на данном рисунке не показан). Справа – экран Э для наблюдения теневой картины

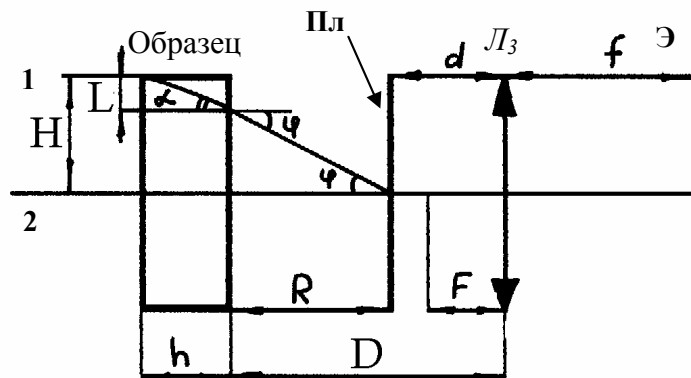


Рис. 15. Ход лучей в теневой установке рис. 13 (подробно показана область исследуемого образца)

На рис. 14 и 15: L_1 , L_2 и L_3 – собирающие линзы, Э – экран для наблюдения теневой картины, Пл – плоскость, в окрестности которой преимущественно наблюдаются области фокусировки лучей, прошедших различные участки образца, Пл' – изображение плоскости Пл на экране Э, формируемое линзой L_3 . На рисунке 15 изображена упрощенная схема хода лучей в образце. Параллельный пучок световых лучей, ограниченный на рис. 15 лучами 1 и 2, падает слева на образец перпендикулярно его поверхности. Пусть луч 2 проходит через однородный участок образца прямолинейно, а луч 1 из-за неоднородности показателя преломления искривляется и падает

на выходную грань образца под некоторым углом α . На границе образца с воздухом он преломляется и идёт под углом φ к нормали. Таким образом, лучи 1 и 2, выходя из образца, фокусируются в плоскости $Пл$, находящейся между фокусным расстоянием F ближайшей к экрану $\mathcal{Э}$ линзы $Л_3$ и её двойным фокусным расстоянием. Сам образец толщиной h находится на расстоянии D от линзы $Л_3$, а последняя – на расстоянии f от экрана. Плоскость $Пл$ фокусировки лучей находится на расстоянии d от линзы $Л_3$ и на расстоянии R от образца. Пусть H – характерный размер неоднородностей образца (расстояние между лучами 1 и 2 на рис. 15), L – расстояние, на которое луч 1 сместился при прохождении образца относительно точки своего входа в образец. Нетрудно видеть, что

$$\sin(\varphi) = \frac{H - L}{\sqrt{(H - L)^2 + R^2}} = \frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{R}{H - L}\right)^2}} \quad (9)$$

Если расположить образец так, чтобы плоскость фокусировки световых лучей совпала с фокальной плоскостью третьей линзы, то мы сможем найти величину R , так как в этом случае $D = R + F$. Это сравнительно нетрудно, так как при этом должно произойти почти полное исчезновение теневой картины на экране – будет видно почти равномерно освещенное поле. Кстати, то, что в эксперименте именно так и происходит, подтверждает наше предположение о фокусировке большинства выходящих из образца лучей примерно в одной плоскости. Это говорит также о том, что каждый из исследуемых образцов может быть достаточно хорошо охарактеризован величиной среднего градиента показателя преломления.

Наблюдение тенью методом ряда образцов кристаллов $Ва_{1-x}R_xF_{2+x}$ показало, что типичные значения отношений $\frac{H}{R} \sim 0.03$, $\frac{H}{R} \approx \text{tg}(\varphi)$. Из этого следует, что угол φ достаточно мал, и можно положить $\text{tg} \varphi \approx \sin \varphi$.

Для вывода формулы, по которой мы будем вычислять средний градиент показателя преломления кристалла, воспользуемся рис. 16, на котором путь луча 1 в кристалле упрощенно показан в виде дуги окружности радиуса r .

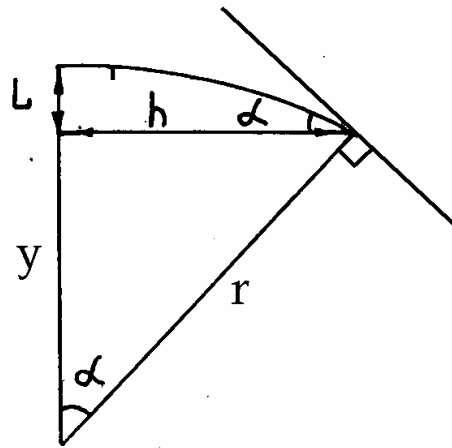


Рис. 16. К вычислению среднего градиента показателя преломления (см. далее вывод формулы (16))

Из рис. 15 и 16 следует, что

$$L = r(1 - \cos(\alpha)), \quad r = \frac{h}{\sin(\alpha)}, \quad (10)$$

$$L = \frac{h(1 - \sqrt{1 - \sin^2(\alpha)})}{\sin(\alpha)}. \quad (11)$$

Учитывая закон преломления

$$\sin(\alpha) = \frac{\sin(\varphi)}{n}, \quad (12)$$

где n – средний показатель преломления исследуемых кристаллов (можно взять значение $n \approx 1.47$ для BaF_2), получаем характерную величину сноса луча l

$$L = \frac{h(n - \sqrt{n^2 - \sin^2(\varphi)})}{\sin(\varphi)}. \quad (13)$$

Подставив характерное экспериментальное значение $\sin(\varphi) \approx 0.03$ и $n \approx 1.47$ в (13), мы получим $L \approx 0.01 \cdot h$. Учитывая, что характерная толщина h кристаллических пластинок равна $1 \div 5$ мм, а средний размер неоднородностей H порядка 0.5 мм, получаем, что $L \ll H$, поэтому L в (9) можно пренебречь, и (9) принимает вид

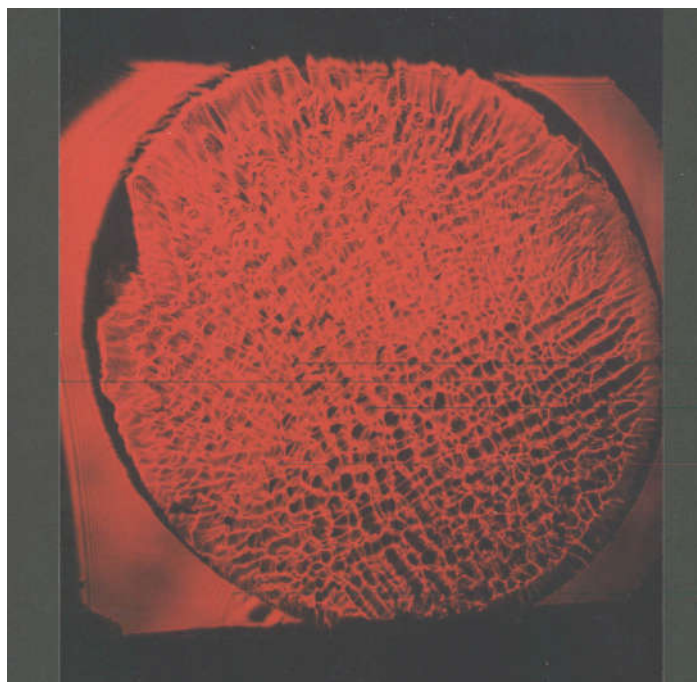
$$\sin(\varphi) = \frac{H}{\sqrt{H^2 + R^2}} \quad (14)$$

Исходя из приведённого выше выражения (8) для радиуса кривизны светового луча в неоднородной среде, получаем с учетом (10) искомое выражение для расчёта среднего градиента показателя преломления исследуемых кристаллов по данным эксперимента:

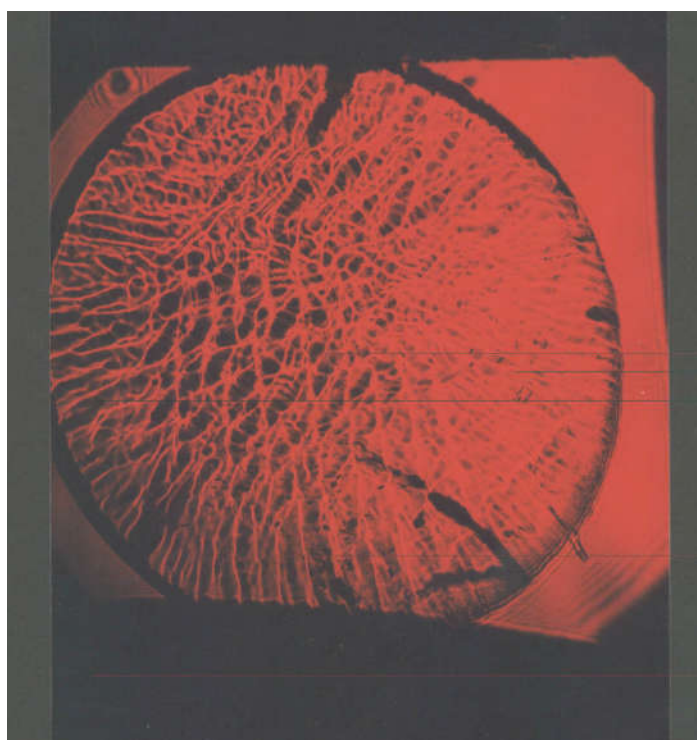
$$\Delta n / \Delta z = \frac{n \sin(\alpha)}{h} = \frac{\sin(\varphi)}{h}, \quad (15)$$

$$\Delta n / \Delta z = \frac{H}{h \sqrt{H^2 + R^2}}. \quad (16)$$

На рис. 17 и 18 показаны примеры теневых картин, полученных с помощью описанной выше установки, для ряда образцов кристаллов $\text{Ba}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ (диаметр образцов 10-12 мм).



$\text{Ba}_{0.9}\text{Pr}_{0.1}\text{F}_{2.1}$



$\text{Ba}_{0.7}\text{Tm}_{0.3}\text{F}_{2.3}$

Рис. 17. Фотографии теневых картин кристаллов $\text{Ba}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ ($R - \text{Pr}, \text{Tm}$)

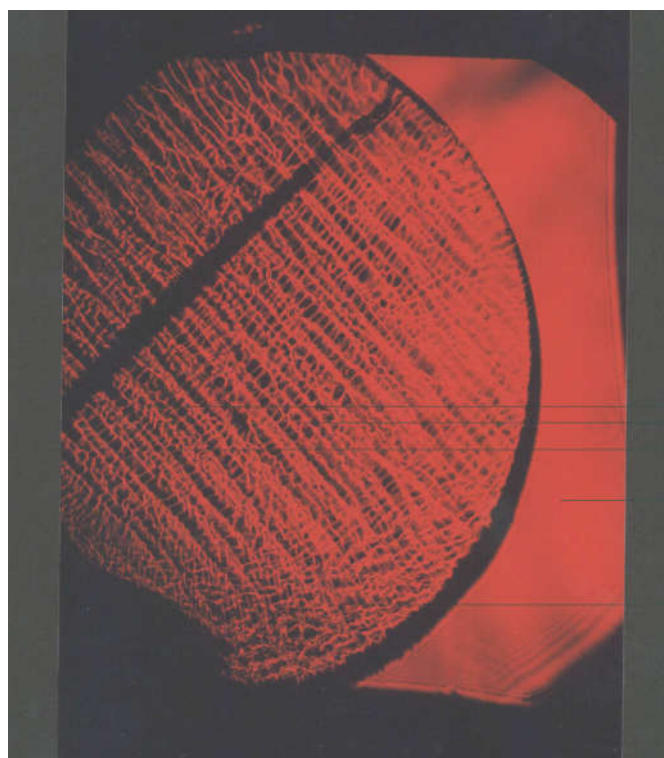
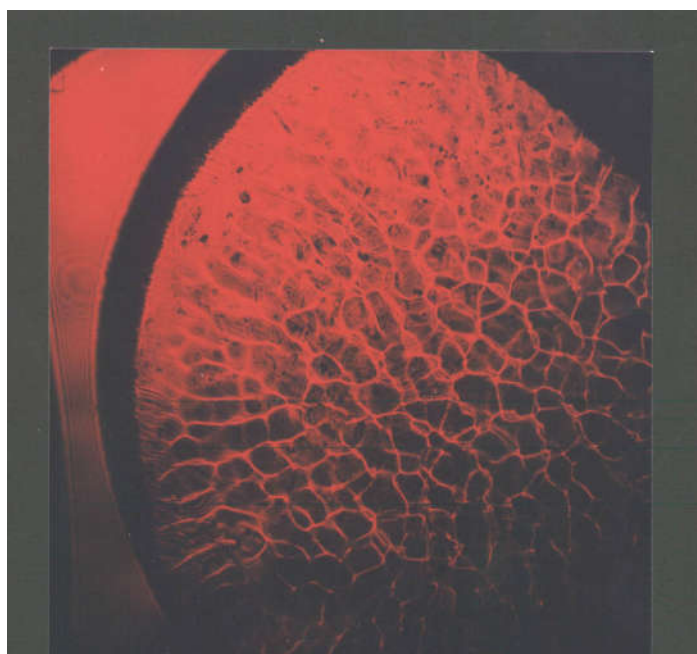


Рис. 18. Фотографии теневых картин кристаллов $\text{Ba}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ ($R - \text{Pr}, \text{Yb}$)

На рис. 17 и 18, как и на фотографиях в поляризованном свете (рис. 5–7), мы видим ячеистую субструктуру кристаллов флюоритовых твердых растворов, образованную на теневых картинах линиями достаточно резкой фокусировки лучей.

С помощью выражения (16) по экспериментальным данным измерений на теневой установке можно получить значения средних градиентов

показателей преломления для ряда кристаллов $Ba_{1-x}R_xF_{2+x}$, для которых типичные результаты представлены в таблице 2.

Таблица 2. Параметры неоднородностей и величины среднего градиента показателя преломления, полученные для ряда кристаллов $Ba_{1-x}R_xF_{2+x}$ с помощью теневого метода

Состав	Толщина кристалла, мм	Мол. доля, x	Средний размер неоднородностей, мм	Средний градиент показателя преломления, 10^{-4} мм^{-1}
$Ba_{1-x}Pr_xF_{2+x}$	1	0.1	0.16	4.5
	11.7	0.106	0.39	1.1
$Ba_{1-x}Gd_xF_{2+x}$	1.9	0.118	0.57	8.9
	2.1	0.2	2.12	55
$Ba_{1-x}Tb_xF_{2+x}$	2.1	0.06	6.24	73
	8.4	0.096	0.97	6.3
	1.9	0.1	0.48	6
	2	0.15	0.98	13

Погрешности значений средних размеров неоднородностей и средних градиентов показателя преломления, приведённых в таблице 2, обычно порядка 20 %. Методики обработки результатов экспериментов можно посмотреть в [18].

7. Экспериментальные задания

1. Изучить принцип действия и устройство поляризационного микроскопа на примере модели МИН-8.
2. Проградуировать компенсатор Берека.
3. Научиться измерять оптическую разность хода, вызванную двупреломлением, на простых образцах (например, слюдяных пластинок).
4. Пронаблюдать неоднородности оптической анизотропии ряда образцов кристаллов твердых растворов флюоритов, предоставленных преподавателем, проявляющиеся при использовании поляризационно-оптического метода, с помощью поляризационного микроскопа МИН-8.
5. Провести измерения двупреломления одного-двух образцов таких кристаллов с помощью компенсатора Берека в различных точках образцов. Оценить средние значения двупреломления и погрешности результатов.
6. Настроить теневую установку для наблюдения неоднородностей показателя преломления, и пронаблюдать оптические неоднородности

ряда образцов кристаллов твердых растворов флюоритов, предоставленных преподавателем. Провести измерения по описанной выше методике и сделать численные оценки величин градиентов показателей преломления предоставленных образцов. Оценить погрешности результатов.

8. Контрольные вопросы

1. Расскажите об устройстве поляризационного микроскопа и его основных компонентах.
2. Опишите методику измерения оптической разности хода двупреломляющей кристаллической пластинки с помощью компенсатора Берка.
3. Опишите какие-либо примеры других вариантов теневых методов, известные из литературы. Опишите области их применения.
4. Какие источники погрешностей можно перечислить в применяемых в работе экспериментальных методиках?

Литература

1. Sobolev, V.P. Influence of concentration of trifluorides of some rare earths ($R = \text{La, Ce, Pr, Nd}$) on defect structure of $\text{Ba}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ nonstoichiometric fluorite phases /V.P. Sobolev, V.B. Alexandrov, L.P. Otroshchenko, L.E. Fykin //Butll.Soc.Catalanas Cien. Fis. Quim. Mat. 1995. V.100. P.323–331.
2. Соболев, Б.П. Флюоритовые фазы $M_{1-x}R_xF_{2+x}$ ($M - \text{Ca, Sr, Ba}$; $R -$ редкоземельные элементы) – наноструктурированные материалы /Б.П. Соболев, А.М. Голубев, П. Эрреро //Кристаллография. 2003. Т.48, №1. С.148–169.
3. Sobolev, V.P. The Rare Earth Trifluorides. Part 1. The High Temperature chemistry of Rare Earth Trifluorides /V.P. Sobolev //Barcelona: Institut d'Estudis Catalans, 2000. 520 p.
4. Sobolev, V.P. Multicomponent fluoride single crystals (current status of their synthesis and prospects) /V.P. Sobolev //«Growth of Crystals». Consultants Bureau. N.-Y. – London, 1992. V.18. P.197–211.
5. Марычев, М.О. Концентрационная зависимость микротвердости флюоритовых твердых растворов $\text{Ba}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ ($R = \text{Pr, Gd, Tb, Tm}$) / М.О. Марычев, Е.В. Чупрунов, Е.А. Кривандина, З.И. Жмурова, Б.П. Соболев //Вестник ННГУ, серия «Физика твердого тела». вып.4. Нижний Новгород: ННГУ, 2001. С. 111–113.
6. Соболев, Б.П. Фазы $\text{Ba}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ ($R = \text{Gd-Lu}$) с искаженной структурой флюорита – продукты кристаллизации инконгруэнтных расплавов в системах $\text{BaF}_2\text{-RF}_3$. I. Кристаллы $\text{Ba}_{0.75}\text{R}_{0.25}\text{F}_{2.25}$ (получение и некоторые характеристики) /Б.П. Соболев, А.М. Голубев, Е.А. Кривандина, М.О. Марычев, Е.В. Чупрунов, Х. Алькобе, С. Гали, Л. Паскуаль, Р.-М.

- Рохас, П. Эрреро //Кристаллография. 2002. Т.47, №2. С.237–248. (перевод в //Crystallography Reports. – 2002. V. 47, No. 2. P.201–212).
7. Бучинская, И.И. Рост кристаллов и дефектная кристаллическая структура CdF_2 и нестехиометрических фаз $\text{Cd}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ ($R =$ редкоземельные элементы и In). Часть 1. Рост монокристаллов $\text{Cd}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ ($R = \text{La-Lu, Y}$) / И.И. Бучинская, Е.А. Рыжова, М.О. Марычев, Б.П. Соболев //Кристаллография. 2004. Т.49, №4. С.544–552.
 8. Меланхолин, Н.М. Методы исследования оптических свойств кристаллов /Н.М. Меланхолин. М.: Наука, 1970.
 9. Грум-Гржимайло, С.В. Приборы и методы для оптического исследования кристаллов /С.В. Грум-Гржимайло. М.: Наука, 1972.
 10. Меланхолин, Н.М. Методы исследования оптических свойств кристаллов /Н.М. Меланхолин, С.В. Грум-Гржимайло. Изд-во АН СССР, 1954.
 11. Сиротин, Ю.И. Основы кристаллофизики /Ю.И. Сиротин, М.П. Шаскольская. М.: Наука, 1979.
 12. Марычев, М.О. Статистический метод анализа изображений неоднородностей в кристаллах $\text{Ba}_{1-x}\text{R}_x\text{F}_{2+x}$ / М.О. Марычев, Е.В. Чупрунов, П. Эрреро, Б.П. Соболев //Кристаллография. 2003. Т.48, №2. С.377–385. (перевод в //Crystallography Reports. 2003. V.48, No.2. P.339–346).
 13. Прикладная физическая оптика: Учеб. пособие / В. А. Москалев, И.М. Нагибина, Н. А. Полушкина, В. Л. Рудин; Под общ. ред. В. А. Москалева. СПб.: Политехника, 1995. 528 с.
 14. Белянкин Д. С., Петров В. П. Кристаллооптика. М.: Госгеолиздат, 1951.
 15. Ринне Ф., Берек М. Оптические исследования при помощи поляризационного микроскопа. М.: ОНТИ, 1937. 332 с.
 16. Васильев, Л.А. Теневые методы /Л.А. Васильев. М.: Наука, 1968.
 17. Р.В. Поль. Оптика и атомная физика. М.: Наука. 1966.
 18. Фаддеев М.А. Элементарная обработка результатов измерений. Нижний Новгород: Изд. ННГУ, 2004, 120 с.

Значения функции $F(\alpha)$ компенсатора Берека

$\alpha =$ $= (\alpha_1 - \alpha_2)/2$ градусов	,0	,1	,2	,3	,4	,5	,6	,7	,8	,9
0	0.00	0.03	0.12	0.27	0.49	0.76	1.10	1.5	1.9	2.5
1	3.0	3.7	4.4	5.1	6.0	6.9	7.8	8.8	9.9	11.0
2	12.2	13.4	14.7	16.1	17.5	19.0	20.6	22.2	23.9	25.6
3	27.4	29.3	31.2	33.2	35.2	37.3	39.5	41.7	44.0	46.3
4	48.4	51.2	53.7	56.3	58.9	61.6	64.4	67.2	70.1	73.1
5	76.1	79.1	82.3	85.5	88.7	92.0	95.4	98.8	102.3	105.9
6	109.5	113.2	116.9	120.7	124.6	128.5	132.5	136.5	140.6	144.8
7	149.0	153.3	157.6	162.0	166.5	171.0	175.6	180.2	184.9	189.6
8	194.5	199.3	204.3	209.3	214.4	219.5	224.6	229.9	235.2	240.5
9	245.9	251.4	257.0	262.6	268.2	273.9	279.7	285.5	291.4	297.4
10	303.4	309.5	315.6	321.8	328.1	334.4	340.7	347.2	353.7	360.2
11	366.8	373.5	380.2	387.0	393.8	400.8	407.7	414.7	421.8	428.9
12	436.1	443.4	450.7	458.1	465.5	473.0	480.6	488.2	495.8	503.5
13	511	519	527	535	543	551	559	567	576	584
14	592	601	609	618	626	635	644	653	661	670
15	679	688	697	706	716	725	734	713	753	762
16	772	781	791	801	810	820	830	840	850	860
17	870	880	890	901	911	921	932	942	953	963
18	974	985	996	1006	1017	1028	1039	1050	1061	1072
19	1084	1095	1106	1118	1129	1141	1152	1164	1175	1187
20	1199	1211	1222	1234	1246	1258	1270	1283	1295	1307
21	1319	1332	1344	1357	1369	1382	1394	1407	1420	1432
22	1445	1458	1471	1484	1497	1510	1523	1537	1550	1563
23	1577	1590	1603	1617	1631	1644	1658	1672	1685	1699
24	1713	1727	1741	1755	1769	1783	1797	1812	1826	1840
25	1855	1869	1884	1898	1913	1927	1942	1957	1972	1987
26	2001	2016	2032	2046	2062	2077	2092	2107	2123	2138
27	2153	2169	2184	2200	2215	2231	2247	2262	2278	2294
28	2310	2326	2342	2358	2374	2390	2407	2422	2439	2455
29	2471	2488	2504	2521	2537	2554	2570	2587	2604	2620
30	2637	2654	2671	2688	2705	2722	2739	2756	2773	2791

Михаил Олегович **Марычев**

**ОСВОЕНИЕ РЯДА МЕТОДОВ НАБЛЮДЕНИЯ И ИССЛЕДОВАНИЯ
ОПТИЧЕСКИХ НЕОДНОРОДНОСТЕЙ КРИСТАЛЛОВ
НА ПРИМЕРЕ ОБРАЗЦОВ ТВЕРДЫХ РАСТВОРОВ ФЛЮОРИТОВ**

Практикум

Федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего образования
«Национальный исследовательский Нижегородский государственный
университет им. Н.И. Лобачевского»
603022, г. Нижний Новгород, пр. Гагарина, 23