

Спектрофотометрические установки Государственного первичного эталона единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм ГЭТ 156–2015

А. Ю. Дунаев, Ю. М. Золотаревский, С. П. Морозова, В. И. Саприцкий, Г. С. Фиданян, А. А. Ерикова

Всероссийский научно-исследовательский институт оптико-физических измерений, Москва, Россия, e-mail: dunaev@vniiofi.ru

Описаны принципы работы и составы установок, входящих в Государственный первичный эталон единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от 0,2 до 20,0 мкм ГЭТ 156–2015. Рассматриваемые установки предназначены для воспроизведения и передачи спектральных коэффициентов направленного пропускания, зеркального и диффузного отражений в диапазоне длин волн 0,2–20,0 мкм.

Ключевые слова: спектрофотометрия, направленное пропускание, диффузное отражение, зеркальное отражение, инфракрасный Фурье-спектрометр.

Спектрофотометрические измерения являются одними из наиболее важных в области оптических измерений. Спектрофотометрические единицы характеризуют фундаментальные свойства веществ. На основании пересчёта спектрофотометрических единиц в видимом диапазоне воспроизводится шкала единиц координат цвета и цветности [1]. Исследование спектров молекул в видимой и ультрафиолетовой областях позволяет установить вид электронных переходов и структуру молекул. Инфракрасная спектроскопия широко применяется как один из наиболее эффективных и универсальных методов для количественного и качественного анализа состава веществ. Измерение спектральных оптических характеристик в инфракрасном диапазоне также позволяет косвенным образом охарактеризовать излучательные свойства покрытий и материалов [2].

Основные спектрофотометрические характеристики твёрдых веществ и покрытий: направленное пропускание, поглощение, зеркальное и диффузное отражения. Прямые спектральные измерения пропускания являются наиболее точными среди методов оптической спектроскопии при определении состава и концентрации веществ в испытуемом образце, однако проведение этих измерений требует специальной подготовки образцов для анализа. Режим спектрального диффузного отражения исключает специальную механическую обработку образцов, но является менее точным.

Возросший спрос на современное метрологическое обеспечение новой высокоточной техники создал необходимость модернизации спектрофотометрической аппаратуры. Совокупность высокоточной спектрофотометрической установки и стабильной меры образует эталон, с помощью которого воспроизводятся спектрофотометрические единицы, характеризующие оптические свойства материалов и поверхностей. Настоящая статья посвящена описанию установок, входящих в состав ГЭТ 156–2015 [3] и предназначенных для прецизионных измерений спектрофотометрических величин.

Установка для воспроизведения и передачи единиц спектрального коэффициента направленного пропускания

и (СКНП), оптической плотности и спектрального коэффициента зеркального отражения (СКЗО) в диапазоне длин волн 0,2–2,5 мкм. В установке реализованы абсолютные методы измерения СКЗО и СКНП. Используемый метод измерения указанных величин заключается в определении отношения мощности потока излучения, проходящего через образец (при измерении СКНП) или отражённого от его поверхности (при измерении СКЗО), к мощности потока, падающего на поверхность исследуемого образца на заданной длине волны.

В процессе работы с помощью мультиметра последовательно измеряют напряжения: создаваемые потоком падающего излучения при введённом и выведенном образцах соответственно $U_o(\lambda)$ и $U(\lambda)$; создаваемые потоком фонового излучения при введённом и выведенном образцах соответственно $U_{ф.о}(\lambda)$, $U_{ф.}(\lambda)$.

Таким образом, СКНП $\tau(\lambda)$ и СКЗО $\rho(\lambda)$ рассчитывают по формулам

$$\tau(\lambda) = \frac{U_o(\lambda)_{\text{СКНП}} - U_{ф.о}(\lambda)}{U(\lambda)_{\text{СКНП}} - U_{ф.}(\lambda)},$$

$$\rho(\lambda) = \frac{U_o(\lambda)_{\text{СКЗО}} - U_{ф.о}(\lambda)}{U(\lambda)_{\text{СКНП}} - U_{ф.}(\lambda)}.$$

Функциональная схема установки представлена на рис. 1. Основные элементы установки: блок источников излучения с оптикой, фокусирующей излучение на вход монохроматора; двойной монохроматор; каналы измерений СКНП и СКЗО. Установка закрыта герметичным светозащитным металлическим кожухом. Блок источников излучения расположен в отдельном отсеке.

Источниками излучения в установке служат осветители на основе ленточной и галогенной ламп (соответственно ТРУ 1100-2350 и OSRAM 64640 HLX 150W), работающие в диапазоне длин волн 0,2–2,5 мкм. Применение двух источников из-

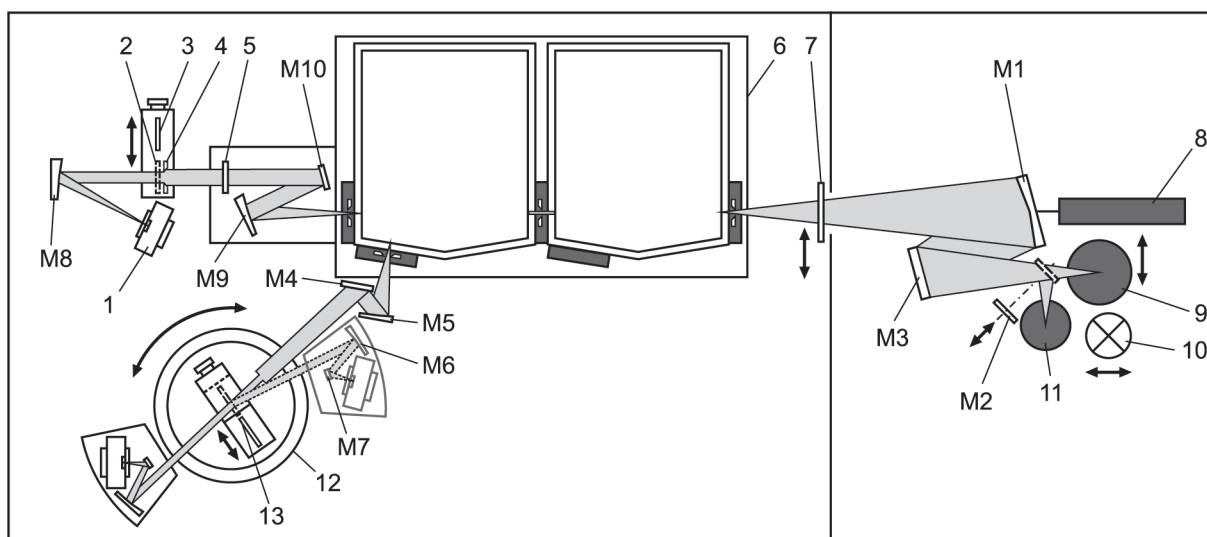


Рис. 1. Схема установки для измерения СКНП и СКЗО:

1 – приёмник в термостатированном корпусе с заслонкой; 2 – измеряемый образец СКНП; 3 – устройство ввода-вывода образца; 4 – апертурная диафрагма; 5 – поляризатор; 6 – двойной монохроматор с фильтровым колесом; 7 – заслонка; 8 – юстировочный He-Ne-лазер; 9–11 – ленточная лампа ТРУ-1100-2350, ртутная лампа ДРГС-12 и галогенная лампа OSRAM 64640 HLX 150W соответственно; 12 – автоматизированное поворотное устройство; 13 – измеряемый образец СКЗО; M1 – сферическое зеркало; M2, M3 – плоские зеркала осветителя; M4, M7, M10 – плоские зеркала; M5, M6, M8, M9 – внеосевые параболические зеркала

лучения обусловлено большей пространственной однородностью излучения ленточной лампы по отношению к галогенной и большей энергетической яркостью галогенной лампы по отношению к ленточной. В блоке источников излучения расположены также спектральная ртутно-гелиевая лампа и лазер. Спектральная ртутно-гелиевая лампа применяется для калибровки двойного монохроматора по длинам волн, а лазер – при настройке и юстировке элементов оптической схемы. С помощью зеркал излучение от источников направляется на входную щель двойного монохроматора Bentham DTMc 300, перед которым расположен узел заслонки, управляемой компьютером.

Двойной монохроматор собран по схеме Черни–Тернера. Внутри двойного монохроматора установлено колесо с отрезающими фильтрами. Переключение между каналами, измеряющими СКНП и СКЗО, происходит в результате изменения положения плоского зеркала, установленного внутри монохроматора перед выходной щелью. На выходных щелях монохроматора установлены узлы сменных выходных круглых апертур. Излучение с помощью независимых систем, состоящих из внеосевого параболического и плоского зеркал, формируется в параллельные световые пучки.

В канале для измерения СКНП этот параллельный световой пучок ограничивается круглой или прямоугольной диафрагмой. Круглая диафрагма имеет диаметр 17 мм и используется при проведении ключевых сличений по СКНП ССР-К6 [4]. Прямоугольная диафрагма имеет высоту 10 мм и ширину 4 мм и применяется для измерения параметров фильтров, входящих в состав вторичных эталонов СКНП. За диафрагмой расположено программно-управляемое автоматизированное устройство ввода-вывода образца. Излучение, прошедшее через измеряемый фильтр, фокусируется на приёмник излучения с помощью параболического зеркала.

Для измерения падающего и прошедшего через образец излучения используются приёмники фирмы Hamamatsu: фотодиод на основе кремния Si для работы в спектральном диапазоне 0,2–1,0 мкм и набор фотодиодов на основе арсенида индия-галлия InGaAs в диапазоне 1,0–2,5 мкм. Приёмники на основе InGaAs используют с интегрирующей сферой.

В канале измерения СКЗО основой является оптико-механический узел, который позволяет измерять излучение, падающее на образец в диапазоне углов 8–75°, а также отражённое от образца. Оптико-механический узел состоит из автоматизированного поворотного устройства, устройства закрепления и перемещения образца и приёмно-регистрирующей системы с фокусирующей оптикой. С помощью поворотного устройства производится перемещение приёмно-фокусирующего узла между двумя заданными положениями. Точность установки поворотного позиционера составляет 0,02°. Угол падения излучения на образец регулируется в диапазоне 8–75°. Конструкция держателя образца позволяет устанавливать в него измеряемые образцы габаритными размерами от 15×15 мм до 60×60 мм.

Приёмно-фокусирующий узел в канале измерения СКЗО установлен на отдельной плите и состоит из фокусирующей системы, содержащей внеосевое параболическое и плоское зеркала, и приёмника излучения в термостатированном корпусе. Приёмно-регистрирующая система аналогична системе в канале измерения СКНП.

Расчёт спектральных значений оптической плотности производится по измерениям СКНП по формуле

$$D(\lambda) = \lg \tau(\lambda).$$

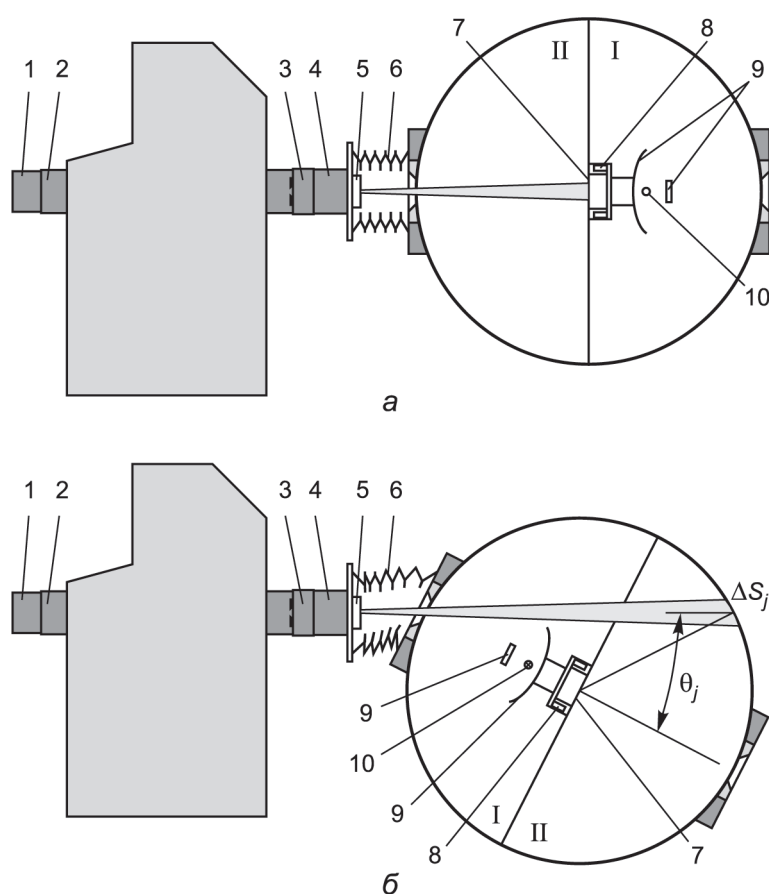


Рис. 2. Схема установки для измерения СКДО методом Эрба: а, б – измерение сигнала излучения, отражённого соответственно от исследуемого образца и стенок внутренней поверхности сферы; I, II – полусферы; 1 – приёмник излучения; 2 – монохроматор; 3 – узел фильтров; 4 – бленда; 5 – апертурная диафрагма; 6 – светозащитный сильфон; 7 – образец СКДО; 8 – держатель образца; 9 – экран лампы; 10 – галогенная лампа

Установка для воспроизведения и передачи единицы спектрального коэффициента диффузного отражения (СКДО) в диапазоне длин волн 0,2–0,8 мкм. Измерение СКДО в диапазоне 0,2–0,8 мкм осуществляется методом Эрба [5]. Метод Эрба для измерения СКДО относится к группе методов с использованием полусферических излучателей. Данный метод предполагает измерение сигнала излучения, отражённого от исследуемого образца и стенок интегрирующей сферы при её повороте на шесть различных углов (по три угла по и против часовой стрелки).

СКДО при использовании метода Эрба рассчитывается как

$$\rho(\lambda) = \frac{(1 + r^2/R^2) U_{06}(\lambda) \sum_{j=1}^6 \sin 4\theta_j}{\sum_{j=1}^6 [\sin 4\theta_j U_{\text{сф}}(\lambda, \theta_j)]},$$

где r – радиус выходной апертуры интегрирующей сферы; R – радиус интегрирующей сферы; θ_j – j -й угол поворота интегрирующей сферы; $U_{06}(\lambda)$ – сигнал приёмника излучения при

измерении яркости исследуемого образца; $U_{\text{сф}}(\lambda, \theta_j)$ – сигнал приёмника излучения, отражённого от поверхности сферы, повернутой на j -й угол.

Для реализации измерения СКДО в диапазоне длин волн 0,2–0,8 мкм методом Эрба разработана установка на базе монохроматора SOL Instruments MS 350 (Беларусь) и интегрирующей сферы. Схема установки приведена на рис. 2. Внутри интегрирующей сферы расположена лампа, излучение от которой освещает полусферу I, которая, в свою очередь, освещает полусферу II. Диффузно отражённое от полусферы II излучение попадает на исследуемый образец. Между лампой и образцом установлен защитный экран, предназначенный для защиты образца от нагревания в процессе измерений. Также предусмотрен экран для уменьшения потерь излучения. На лампу подаётся стабилизированный ток. Внутренняя поверхность интегрирующей сферы покрыта сульфатом бария BaSO_4 .

Для усреднения яркости по внутренней поверхности сферы измеряется яркость с разных участков сферы. Для измерений яркости участка ΔS_j сферы её поворачивают на 180° относительно вертикальной оси, проходящей через центр сферы, затем разворачивают на углы $\theta_j = \pm 37,5; 32,5; 27,5^\circ$ относительно вертикальной оси, проходящей через центр выходного отверстия сферы (см. рис. 2, б).

Между окном интегрирующей сферы и монохроматором закреплена бленда. Бленда предназначена для ограничения телесного угла, в пределах которого измеряется СКДО, а также для уменьшения засветки в процессе работы. Диаметр измеряемого участка на образце составляет 25 мм.

Излучение от образца и поверхности интегрирующей сферы направляется на входную щель монохроматора, выделяющего необходимый участок спектра шириной 5 нм. Далее излучение попадает на фотоприёмник, сигнал которого после усилителя измеряется мультиметром.

Установка для передачи единиц СКДО в диапазоне длин волн 0,2–2,5 мкм на основе спектрофотометра PerkinElmer Lambda 900 с приставкой PELA-1000. Для измерения СКДО в диапазонах длин волн 0,2–0,4 мкм и 0,8–2,0 мкм в состав ГЭТ 156–2015 введён спектрофотометр PerkinElmer Lambda 900 с приставкой серии PELA-1000, предназначенной для измерения СКДО образцов в диапазоне длин волн 0,2–2,5 мкм.

В спектрофотометре с приставкой реализован метод измерения СКДО, когда измеряемый образец сличается с эталонным (с известным СКДО в измеряемом диапазоне спектра). СКДО измеряемого образца $\rho_{\text{и.о}}(\lambda)$ в данном случае определяется по формуле

$$\rho_{\text{и.о}}(\lambda) = \rho_{\text{э.о}}(\lambda) I_{\text{и.о}}(\lambda) / I_{\text{э.о}}(\lambda), \quad (1)$$

где $I_{\text{и.о}}(\lambda)$, $I_{\text{э.о}}(\lambda)$ – спектры излучения, отражённого от измеряемого и эталонного образцов соответственно; $\rho_{\text{э.о}}$ – коэффициент отражения эталонного образца.

Приставка PELA-1000 состоит из интегрирующей сферы (150 мм) с покрытием из спектролона, фокусирующей оптики, фотоприёмника PbS и фотозлектрического умножителя. Схема приставки PELA-1000 приведена на рис. 3. Приставка работает в двухлучевом режиме с геометрией, учитывающей зеркальную составляющую (при угле падения на образец равном 8°) или исключаяющей её.

Установки на основе инфракрасного фурье-спектрометра PerkinElmer Spectrum GX Optica. Широкое применение инфракрасных спектрофотометрических измерений создало необходимость в их современном метрологическом обеспечении. Потребовалось разработать установки, удовлетворяющие современным требованиям и основанные на использовании прецизионного инфракрасного фурье-спектрометра [6]. Эти установки были включены в состав ГЭТ 156–2015.

Установка для воспроизведения и передачи единиц СКНП и оптической плотности в диапазоне длин волн 2,5–20,0 мкм. Для измерения СКНП в диапазоне длин волн 2,5–20,0 мкм в состав ГЭТ 156–2015 введён инфракрасный фурье-спектрометр PerkinElmer Spectrum GX Optica, состоящий из двухлучевого интерферометра, источника и приёмника излучения, оптической системы и блока электроники.

Измерение СКНП в фурье-спектрометре осуществляется методом прямого измерения интерферограмм образца и фонового излучения с последующим вычитанием интерферограммы фонового излучения из интерферограммы образца.

Реализация принципа действия инфракрасного фурье-спектрометра Spectrum GX Optica основана на том, что при движении одного из зеркал интерферометра происходит изменение разности хода между интерферирующими лучами. Регистрируемый световой поток на выходе интерферометра представляет собой фурье-образ регистрируемого оптического спектра. Спектр (в шкале волновых чисел) получается после математической обработки интерферограммы.

Движение зеркала в интерферометре осуществляется с помощью прецизионного механизма. Точное положение зеркала (разность хода в интерферометре) определяется с помощью стабилизированного He–Ne-лазера. Нулевое значение разности хода (основной максимум интерферограммы) рассчитывается. Это обеспечивает установку волнового числа с точностью до $\pm 0,01 \text{ см}^{-1}$.

Уникальный узел из двух ирисовых диафрагм с независимым программным управлением обеспечивает высокую точность проводимых измерений. Эти диафрагмы контролируют расходимость и интенсивность пучка, обеспечивая пользователю высокую степень контроля размера и качества пучка в плоскости установки образца.

Основные технические характеристики Spectrum GX Optica

Спектральный диапазон	10000–370 см^{-1}
Спектральное разрешение	0,2–64,0 см^{-1}
Точность градуировки шкалы волновых чисел	0,1 см^{-1}
Диаметр измеряемой поверхности на образце	2,0–12,5 мм

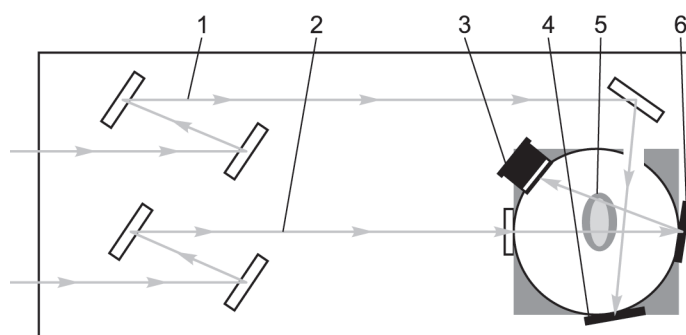


Рис. 3. Схема приставки PELA-1000 для спектрофотометра PerkinElmer Lambda 900 для измерения СКДО:

1, 2 – опорный и измеряющий лучи соответственно; 3 – порт исключения зеркальной составляющей; 4 – опорный образец; 5 – приёмники излучения; 6 – эталонный/измеряемый образец

Программным образом производится настройка прибора, оптимизация параметров, управление работой, фурье-преобразование интерферограммы, обработка выходной информации, печать результатов. Программный комплекс обеспечивает передачу измерительной информации в другие программы для подготовки документов с результатами измерений.

Установка для передачи единиц СКЗО в диапазоне длин волн 2,5–20,0 мкм на основе приставки для измерения СКЗО. Измерения СКЗО в диапазоне длин волн 2,5–20,0 мкм осуществляются также с помощью инфракрасного фурье-спектрометра Spectrum GX Optica фирмы PerkinElmer с использованием специально разработанной приставки. В приставке для измерения СКЗО реализован метод сличения измеряемого образца с эталонным, для которого известен СКЗО в измеряемом диапазоне спектра. СКЗО измеряемого образца $\rho_{и.о}(\lambda)$ в данном случае определяется по формуле (1).

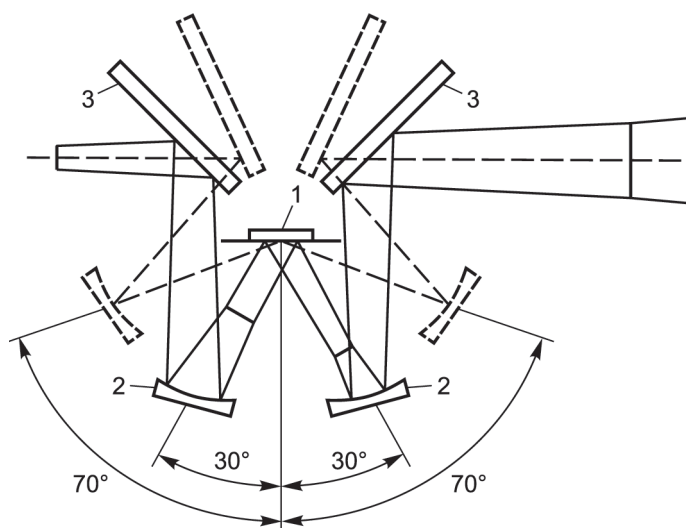


Рис. 4. Схема приставки для измерения СКЗО в диапазоне длин волн 2,5–20,0 мкм:

1 – образец; 2, 3 – тороидальное и плоское зеркала соответственно

Приставка для измерения СКЗО устанавливается в кюветное отделение инфракрасного фурье-спектрометра. Оптическая схема приставки приведена на рис. 4. Основные элементы приставки: два тороидальных зеркала; два плоских зеркала, установленных на специальной подвижной платформе, обеспечивающей регулировку углового положения измеренного образца по отношению к падающему пучку излучения; держатель образца. С помощью этой приставки можно измерять СКЗО для диапазона углов падения $15\text{--}70^\circ$.

Установка для воспроизведения и передачи единиц СКДО в диапазоне длин волн $2,0\text{--}20,0$ мкм на основе приставки для измерения СКДО. Для измерения СКДО в диапазоне длин волн $2,0\text{--}20,0$ мкм в составе ГЭТ 156–2015 используется приставка на основе интегрирующей сферы Mid-IR IntegratIR и пирозлектрического приёмника (PIKE, USA).

Приставка монтируется в отсеке для образцов спектрофотометра PerkinElmer Spectrum GX Optica. Основные элементы приставки: трёхдюймовая позолоченная интегрирующая сфера; высокочувствительный пирозлектрический приёмник излучения; сопрягающие оптические элементы; электронная система. Приёмник подключен к внешнему порту детектора фурье-спектрометра. В верхней части интегрирующей сферы расположено отверстие для исследуемых образцов, на которое устанавливают золотой эталонный образец или исследуемый образец.

Приставка позволяет проводить измерения методом Тейлора [7]. Последовательно измеряют спектр диффузно отражённого образцом излучения и спектр излучения стенки интегрирующей сферы, облучающей образец. СКДО рассчитывается как отношение спектрального распределения диффузно отражённого образцом излучения к спектру излучения стенки интегрирующей сферы, облучающей образец.

Данная приставка позволяет измерять суммарное полусферическое диффузное отражение при угле падения луча на образец 12° с зеркальной составляющей и без неё.

Заключение. Метрологические характеристики спектрофотометрических установок из состава ГЭТ 156–2015 не уступают зарубежным аналогам. Измерения в среднем инфракрасном диапазоне основаны на применении современного прецизионного инфракрасного фурье-спектрометра. Измерения СКЗО и СКДО реализованы с использованием специальных приставок для инфракрасного фурье-спектрометра.

ГЭТ 156–2015 позволяет обеспечить единство измерений в об-

ласти спектрофотометрии на современном уровне, откроет новые возможности в развитии перспективных наукоёмких технологий в области космической техники, радиоэлектроники, обороны, светотехники, медицины, экологии, охраны окружающей среды и т.д. Это, в свою очередь, создаст предпосылки для повышения качества и конкурентоспособности продукции отечественных производителей.

Работа выполнена с использованием оборудования Центра коллективного пользования высокоточных измерительных технологий в области фотоники, созданного на базе ВНИИОФИ и поддержанного Минобрнауки России в рамках выполнения соглашения № 14.595.21.0003 от 28.08.2017 г. (уникальный идентификатор RFMEFI59517X0003).

Литература

1. Гуревич М. М. Цвет и его измерение. М.-Л.: Изд-во АН СССР, 1950.
2. Richmond J. C. Relation of Emittance to Other Optical Properties // J. Res. Natl. Bur. Stand. Engineering and Instrumentation. 1963. Vol. 67C. No. 3. P. 217–226.
3. Дунаев А. Ю., Золотаревский Ю. М., Морозова С. П., Саприцкий В. И., Фиданян Г. С., Ерикова А. А. Государственный первичный эталон единиц спектральных коэффициентов направленного пропускания, диффузного и зеркального отражений в диапазоне длин волн от $0,2$ до $20,0$ мкм ГЭТ 156–2015 // Измерительная техника. 2018. № 8. С. 7–9. DOI: 10.32446/0368-1025it-2018-8-7-9.
4. Annette Koo. Report on the consultative committee for photometry and radiometry key comparison of regular spectral transmittance 2010 (CCPR-K6.2010) // Metrologia. 2017. Vol. 54. 02001. DOI:10.1088/0026-1394/54/1A/02001.
5. W. Erb. Diffuse-directional radiance factor of reflection standards // Metrologia. 1997. No. 34. P. 431–432.
6. S. G. Kaplan, L. M. Hanssen, R. U. Datla. Testing the radiometric accuracy of Fourier transform infrared transmittance measurements // Appl. Opt. 1997. No. 36. P. 8896–8908.
7. Leonard M. Hanssen, Keith A. Snail. Integrating Spheres for Mid- and Near-infrared Reflection Spectroscopy // In book: Handbook of Vibrational Spectroscopy. John Wiley & Sons Ltd, Chichester, 2002.

Дата принятия: 20.07.2018.

Spectrophotometric facilities of Primary State Standard of spectral regular transmittance, spectral diffuse and spectral regular reflectance within the wavelength range from $0,2$ to $20,0$ μm GET 156–2015

A. Yu. Dunaev, Yu. M. Zolotarevsky, S. P. Morozova, V. I. Sapritsky, G. S. Fidanyan, A. A. Erikova
The All-Russian Research Institute for Optical and Physical Measurements, Moscow, Russia, e-mail: dunaev@vniiofi.ru

The principles of operation and composition of the facilities included in State Primary Standard GET 156–2015 and intended for realization and dissemination of the spectral regular transmittance and spectral specular reflectance and spectral diffuse reflectance in the wavelength range from $0,2$ to $20,0$ μm are described.

Key words: spectrophotometry, spectral regular transmittance, spectral diffuse reflectance, spectral regular reflectance, FTIR.