LI Międzyuczelniana Konferencja Metrologów

MKM 2019

Opole - Moszna, 23-25 września 2019

doi: 10.32016/1.66.08

# MODYFIKACJA METODY PROSZKOWEJ POMIARU WYBRANYCH WŁAŚCIWOŚCI MATERIAŁÓW NIELINIOWOOPTYCZNYCH

#### Artur MACIĄG

## Politechnika Częstochowska, Wydział Elektryczny tel.: 34 3250 822 e-mail: arturmaciag@o2.pl

**Streszczenie:** Metoda proszkowa Kurtza służąca do pomiarów parametrów nieliniowooptycznych wymaga uwzględniania nierównomiernego rozkładu natężenia światła rozproszonego przez badaną próbkę. Rozwiązanie tego problemu zaproponowane przez twórców tej metody polegało na rejestracji całego światła drugiej harmonicznej emitowanego przez badaną próbkę za pomocą komór odbiciowych. Przygotowanie odpowiedniej aparatury dla tego celu stanowi problem techniczny. Proponowana modyfikacja zakłada, że pomiar obu składowych harmonicznych światła będzie odbywał się w tym samym punkcie przestrzeni, przez co stosunek zarejestrowanych składowych harmonicznych pozostanie stały. W artykule opisano model i pomiary rozkładu natężenia obu harmonicznych światła wokół próbki. Badania te mają szczególne znaczenie w kwestii określenia odtwarzalności pomiarów wykonanych zmodyfikowaną metodą.

**Słowa kluczowe:** optyka nieliniowa, wyższe harmoniczne światła, lasery nanosekundowe.

## 1. METODA PROSZKOWA KURTZA

Metoda proszkowa badań materiałów nieliniowooptycznych, opracowana przez Kurtza i Perry'ego umożliwia pomiar próbek w postaci proszkowej. Jest to ważna zaleta, gdyż nie zawsze jest możliwość otrzymania odpowiedniej wielkości kryształu do celów pomiarowych wykonywanych innymi metodami. Metoda proszkowa umożliwia określenie niektórych współczynników nieliniowooptycznych próbki oraz właściwości dopasowania fazowego [1]. Wadą tej metody jest mała dokładność. Przytaczana przez literaturę niepewność pomiaru tą metodą wynosi 25% [2]. Mimo to jest to przydatna metoda do szybkich badań przesiewowych nowo otrzymywanych próbek.

Pomiary wykonywane za pomocą metody proszkowej przeprowadza się dla dwóch próbek: badanej i referencyjnej umieszczonych w dwóch torach optycznych. Obie próbki są oświetlone tym samym źródłem światła laserowego. Pomiaru natężenia wygenerowanej drugiej harmonicznej obu próbek dokonuje się za pomocą fotopowielaczy wyposażonych w filtry odcinające składową podstawową światła laser [1]. Metoda proszkowa Kurtza przyjmuje założenia:

 cząsteczki proszku są zanurzone w cieczy lub polimerze o dopasowanym indeksie (warunek ten nie musi być spełniony, jeżeli dokonywany jest pomiar całej ilości wygenerowanej drugiej harmonicznej w badanej próbce - nie jest wtedy też konieczne uwzględnienie niejednorodnego rozkładu wygenerowanej drugiej harmonicznej wokół próbki),

- cząsteczki proszku są monokrystaliczne, zbliżonej wielkości, ułożone losowo bez pustych przestrzeni,
- analiza nieskończonej fali płaskiej dla próbki jest odpowiednio uśredniona [1]. Ze względu na skomplikowaną aparaturę wymaganą przez metodę proszkową proponuje się jej uproszczenie. Modyfikacja opiera się o założenie, że rozkład natężenia składowych podstawowej (rozproszonego światła laserowego) i drugiej harmonicznej (wygenerowanej przez próbkę) wokół badanej próbki proszkowej jest identyczny. Stąd wniosek, że stosunek obu składowych harmonicznych w jednym punkcie przestrzeni wokół próbki będzie taki sam. Wykorzystując to założenie oraz stanowisko pomiarowe opisane w punkcie 3.1 możliwe jest uproszczenie metody proszkowej. Badania opisane w niniejszym artykule mają na celu zbadanie rozkładu natężenia składowych harmonicznych światła wokół badanej próbki i ich zgodność z przyjętym modelem.

### 2. ROZPRASZANIE ŚWIATŁA PRZEZ PRÓBKI PROSZKOWE

Badana próbka jest sproszkowanym kryształem nieliniowooptycznym umieszczonym między dwoma szklanymi płytkami. Światło laserowe padające na próbkę proszkową ulega odbiciu i rozproszeniu na jej nierównomiernej powierzchni. Przyjmuje sie. że mikrokryształy proszku są poukładane w sposób losowy i rozproszenie światła na powierzchni jest równomierne we wszystkich kierunkach, podobnie jak w idealnym dyfuzorze. W takim przypadku posłużono się modelem płaskiego źródła światła. Natężenie światła w takim modelu maleje z kwadratem odległości, a rozkład kątowy natężenia oświetlenia określa prawo Lamberta, gdzie obserwowane oświetlenia natężenie źródła płaskiego będzie proporcjonalne do cosinusa kata obserwacji [3]. Prawo Lamberta dotyczy również odbicia światła na idealnym dyfuzorze (rozpraszanie lambertowskie). Cecha charakterystyczna rozpraszania lambertowskiego jest to, że rozkład natężenia światła odbitego nie zależy od kata padania światła na powierzchnię dyfuzora, a jedynie od kąta obserwacji [4].

Wynikowe obserwowane natężenie światła odbitego od próbki proszkowej będzie proporcjonalne do iloczynu cosinusów kąta obserwacji  $\alpha$  oraz kąta padania światła lasera  $\beta$ , co opisuje wzór (1).

$$E = E_0 \frac{1}{r^2} \cos \alpha \cdot \cos \beta \tag{1}$$

gdzie: E – obserwowane natężenie oświetlenia,  $E_0$  – natężenie oświetlenia przy powierzchni próbki, r – odległość od próbki,  $\alpha$  – kąt obserwacji próbki,  $\beta$  – kąt oświetlenia próbki.

Powyższy model nie uwzględnia światła wiązki laserowej odbitej od powierzchni szklanej obudowy próbki, które obserwator może zarejestrować jako fałszywy sygnał pomiarowy. Dla próbek proszkowych umieszczonych między szklanymi płytkami należałoby również uwzględnić współczynniki odbicia Fresnela takiej płytki [5].

## 3. POMIARY ROZKŁADU NATĘŻENIA ŚWIATŁA LASEROWEGO ROZPROSZONEGO PRZEZ PRÓBKĘ

#### 3.1. Stanowisko pomiarowe

pomiarowe wykorzystane Stanowisko niżej W przytoczonych badaniach zostało opisane w publikacji [6], jego schemat blokowy przedstawiono na rysunku 1. Pomiar amplitudy impulsu składowej podstawowej (oznaczanej akronimem "FUN") i drugiej harmonicznej (oznaczanej akronimem "SHG") światła dokonywany jest po odbiciu światła lasera impulsowego od mierzonej próbki. Odbite od próbki światło lasera o częstotliwości ω i wygenerowana przez próbkę druga harmoniczna o częstotliwości 2ω trafia do detektora, wewnątrz którego jest rozdzielane na dwa niezależne tory pomiarowe za pomocą rozdzielacza wiązki (ang. Beam Splitter). W każdym z torów pomiarowych dokonywana jest filtracja i pomiar obu składowych harmonicznych światła lasera.



Rys. 1. Schemat blokowy stanowiska pomiarowego użytego w badaniach [4]

Zespół rozdzielacza wiązki, fotodetektorów i filtrów został zintegrowany w jeden instrument pomiarowy – tzw. detektor zespolony. Scalenie części aparatury pomiarowej stanowiska w jeden detektor ułatwiło badania rozkładu natężenia laserowego światła rozproszonego i wygenerowanego przez próbkę.

W pomiarach wykorzystano laser impulsowy – nanosekundowego Nd: YAG produkcji Quanta-Ray INDI. Laser generuje impulsy świetlne o czasie trwania 2,5 – 7 ns, energii do 500 mJ i długości fali 1064 nm. Filtracja podstawowej harmonicznej światła laserowego odbywa się za pomocą filtru interferencyjnego 1064 nm FL1064-3, a pomiar amplitudy i kształtu impulsu podstawowej harmonicznej dokonywany jest za pomocą fotodetektora THORLABS DET10A/M. Wyemitowana przez próbkę druga harmoniczna światła lasera zostaje odfiltrowana za pomocą filtru interferencyjnego 532 nm FL532-3 i zarejestrowana przez fotopowielacz Hamamatsu H9305-05. Kształt i amplitudę impulsów obu składowych rejestruje się za pomocą oscyloskopu Tektronix MSO3054. Próbką użytą w badaniach jest sproszkowany kryształ borku bizmutu (BiB<sub>3</sub>O<sub>6</sub>) umieszczony między dwiema szklanymi płytkami.

#### 3.2. Charakterystyka odległościowa detektora (r)

Badania te miały na celu sprawdzenie zależności zarejestrowanego poziomu sygnału składowych FUN i SHG od odległości detektora zespolonego od badanej próbki i polegały na wyznaczeniu charakterystyki zmian amplitudy zarejestrowanych impulsów składowych harmonicznych w funkcji odległości detektora zespolonego od próbki.

W trakcie pomiarów dokonywano zmiany położenia detektora względem badanej próbki z zachowaniem stałego kąta (60°) między detektorem zespolonym, a próbką oświetlaną prostopadle przez laser.

Na rysunku 2 przedstawiono zarejestrowaną charakterystykę zmian składowych FUN (górny wykres) i SHG (dolny wykres) w funkcji odległości fotodetektora od próbki. W przypadku składowej podstawowej zarejestrowano wyraźną korelację między zarejestrowanymi, a spodziewanymi wartościami, określonymi na podstawie modelu rozpraszania światła przez próbkę.

Takiej korelacji nie widać w przypadku charakterystyki składowej drugiej harmonicznej.



Rys. 2. Charakterystyka zmian składowych FUN (górny wykres) i SHG (dolny wykres) w funkcji odległości detektora od próbki

Wyniki pomiarów w tym przypadku wykazują trend zmian bliski liniowemu. Ze względu na takie wyniki eksperyment powtórzono w innych warunkach z użyciem innych energii i próbek w celu wyeliminowania potencjalnego błędu techniki pomiaru. Inne wykonane pomiary wykazywały podobne wyniki w których nie można było wykazać zależności kwadratowej między odległością, a poziomem zarejestrowanej drugiej harmonicznej. Dokonano również pomiarów tej charakterystyki z użyciem lasera o długości fali 532 nm aby wykluczyć wpływ zjawisk związanych z generacją drugiej harmonicznej światła w próbce. Wyniki były podobne do otrzymanych wcześniej. Poprawną charakterystyką otrzymano stosując jako źródło drugiej harmonicznej diodę LED o emitowanej długości fali 532 nm, której światło rozproszono za pomocą dyfuzora. Nasuwa to wniosek o nieliniowej zależności rejestracji światła spójnego światła lasera przez fotopowielacz. Ten problem wymaga dalszych badań w celu jego wyjaśnienia i poprawy układu pomiarowego, co jest przedmiotem dalszych badań.

#### **3.3.** Charakterystyka kątowa detektora (α)

Badania te miały na celu sprawdzenie zależności zarejestrowanego poziomu sygnału składowych FUN i SHG od kąta ustawienia detektora zespolonego względem badanej próbki i polegały na wyznaczeniu charakterystyki zmian amplitudy zarejestrowanych impulsów składowych harmonicznych w funkcji kąta obserwacji próbki przez detektor.

W trakcie pomiarów dokonywano zmiany kąta położenia detektora względem badanej próbki z zachowaniem stałej odległości (0,2 m) między detektorem zespolonym, a próbką oświetlaną prostopadle przez laser.

rysunku 3 przedstawiono zarejestrowaną Na charakterystykę zmian składowych FUN (górny wykres) i SHG (dolny wykres) w funkcji kata położenia detektora względem próbki. Punkty pomiarowe skupiają się wokół linii odpowiadającej przewidywanej charakterystyce, a zmierzona amplituda podstawowej harmonicznej gwałtownie opada dla kątów powyżej 70° co jest spowodowane przesłanianiem próbki przez jej mocowanie oraz rosnącemu wpływowi współczynnika odbicia Fresnela obudowy próbki. Podobne wyniki można zaobserwować w przypadku pomiaru składowej drugiej harmonicznej SHG. Wartości amplitudy SHG gwałtownie spadają dla kątów powyżej 80°. Spowodowane jest to tymi samymi czynnikami jak w przypadku składowej FUN.



Rys. 3. Charakterystyka zmian składowych FUN (górny wykres) i SHG (dolny wykres) w funkcji kąta detektora względem próbki

Na podstawie otrzymanych wyników pomiarów można stwierdzić, że przyjęty model rozpraszania światła lasera przez badaną próbkę w zakresie zmian kąta obserwacji próbki znajduje potwierdzenie w badaniach doświadczalnych.

### 3.4. Charakterystyka kątowa próbki (β)

Badania te miały na celu sprawdzenie zależności zarejestrowanego poziomu sygnału składowych FUN i SHG od kąta oświetlenia próbki i polegały na wyznaczeniu charakterystyki zmian amplitudy zarejestrowanych impulsów składowych harmonicznych w funkcji kąta położenia próbki względem osi optycznej lasera przy zachowaniu stałego kąta i odległości próbki.

W trakcie pomiarów dokonywano zmiany kąta położenia próbki względem osi optycznej lasera z zachowaniem stałego kąta (30°) między osią optyczną lasera, a detektorem. Stała była również odległość detektora od obracającej się próbki (0,2 m).

Na rysunku 4 przedstawiono zarejestrowaną charakterystykę zmian składowych FUN (górny wykres) i SHG (dolny wykres) w funkcji kąta położenia próbki względem osi optycznej lasera.

Na charakterystyce SHG widoczny jest spadek charakterystyki w pobliżu kąta obrotu próbki wynoszącego 15°. Spowodowane jest to zakłóceniem pochodzącym z odbicia wiązki lasera od szklanej obudowy próbki. Drugim odstępstwem od spodziewanych wyników jest zbyt szybkie opadanie zmierzonej charakterystyki dla kątów powyżej 60°. Pierwszym powodem jest przesłonięcie próbki przez uchwyt mocujący próbkę do stolika obrotowego, przez co próbka była niedoświetlona światłem lasera. Drugim powodem jest wpływ współczynnika odbicia Fresnela szklanej obudowy próbki.

Zmierzona charakterystyka FUN w okolicach kąta 15° wykazuje nieliniowość spowodowaną bezpośrednim oddziaływaniem wiązki lasera odbitej od szklanej obudowy próbki z detektorem. Charakterystyka nie opada do minimum w końcowym zakresie charakterystyki jak to miało miejsce w przypadku składowej SHG. Jest to spowodowane odbiciem i rozproszeniem światła laserowego od elementów montażowych próbki, które w tym zakresie położenia próbki były oświetlone przez laser.



Rys. 4. Charakterystyka zmian składowych FUN (górny wykres) i SHG (dolny wykres) w funkcji kąta obrotu próbki względem osi optycznej lasera

Wyniki pomiarów tych charakterystyk potwierdzają założenia modelu matematycznego rozpraszania światła przez próbkę proszkową w zakresie zmian kąta oświetlenia próbki. Ponadto z wyników pomiaru wynika wniosek, iż konieczne jest unikanie oświetlania światłem laserowym elementów montażowych lub innych wchodzących w skład aparatury pomiarowej i nie biorących bezpośredniego udziału w generacji drugiej harmonicznej światła laserowego. Światło laserowe rozprasza się na takich elementach wprowadzając tym samym dodatkowy fałszywy sygnał składowej podstawowej harmonicznej.

### 3.5. Podsumowanie wyników pomiarów

Wyniki pomiarów charakterystyk katowych potwierdziły założenia modelu rozpraszania światła lasera przez próbkę proszkową. Niezgodności wystąpiły w charakterystyce odległościowej, gdzie nie udało się potwierdzić spadku natężenia światła z kwadratem odległości w przypadku rejestracji wygenerowanej drugiej harmonicznej światła. Dodatkowe pomiary sugerują, że przyczyną rozbieżności może być nieliniowa zależność rejestracji spójnego światła laserowego przez fotopowielacz, gdyż problem występuje tylko w konfiguracji tych dwóch czynników.

Analiza przyjętego modelu i otrzymanych wyników pomiarów daje możliwość określenia najkorzystniejszego ustawienia aparatury na stanowisku pomiarowym. Największy sygnał FUN i SHG występuje dla kątów  $\alpha$  i  $\beta$ możliwie bliskich 0°. Minimalizowany jest wtedy również wpływ współczynników odbicia Fresnela obudowy próbki.

## 4. WNIOSKI KOŃCOWE

Założenia, na jakich oparto modyfikację metody proszkowej pomiaru parametrów nieliniowooptycznych zostały częściowo potwierdzone w badaniach. Zdecydowana większość pomiarów jest zgodna z oczekiwanymi wynikami przewidzianymi przez przyjęty model. Niezgodność pomiaru z modelem uzyskano w przypadku charakterystyki zmian natężenia drugiej harmonicznej w funkcji zmiany odległości detektora od próbki. Rozwiązanie tego problemu wymaga zweryfikowania parametrów, doboru i dodatkowych badań innego przetwornika optycznego dla celów rejestracji wygenerowanej drugiej harmonicznej światła. Jest to przedmiotem dalszych badań nad udoskonaleniem i standaryzacją pomiarów drugiej harmonicznej światła.

Opisana modyfikacja metody proszkowej jest standaryzacji pomiarów sprawności propozycją przetwarzania drugiej harmonicznej światła. Zmodyfikowana metoda jest względem innych znanych metod najprostszą, najszybszą w realizacji i jednocześnie zapewnia akceptowalną dokładność pomiaru. Inne metody wymagają pracochłonnego przygotowania próbki lub nie gwarantują zachowania powtarzalności pomiarów [2].

Zaletami proponowanej metody pomiaru są:

- szybkość i łatwość przygotowania materiału do badań,
- prosta budowa stanowiska pomiarowego,
- szybkość przeprowadzania pomiaru,
- niepewność pomiaru 25% (wynikająca z niepewności metody bazowej [2]).

Wymienione wyżej zalety sprawiają, że przedstawiona modyfikacja metody proszkowej jest najlepszą (w opinii autora) metodą jaką można wykorzystać w pomiarach przesiewowych nowo otrzymywanych próbek materiałów nieliniowooptycznych pod kątem ich właściwości przetwarzania drugiej harmonicznej światła.

### 5. BIBLIOGRAFIA

- Kurtz S. K., Perry T. T.: A powder technique for the evaluation of nonlinear optical materials, J. Appl. Phys. 39:3798 (1968).
- 2. Sutherland R. L.: Handbook of Nonlinear Optics, Marcel Dekker, New York 2003.
- Żagan W.: Podstawy techniki świetlnej, Oficyna Wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa 2005.
- 4. Helbi E.: Podstawy fotometrii, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1975
- 5. Meyer-Arendt J. R.: Wstęp do optyki, Wyd. 1. PWN, Warszawa 1977
- Maciąg A.: Pomiar sprawności przetwarzania drugiej harmonicznej światła uwzględniający odbite sygnały pomiarowe, Zeszyty Naukowe Wydziału Elektrotechniki i Automatyki Politechniki Gdańskiej, Volume 54, (2017), p. 149 - 151.

## MODIFICATION OF POWDER METHOD FOR MEASURING SELECTED PROPERTIES OF NONLINEAR OPTICS MATERIALS

The Kurtz powder method is used in the screening test for new nonlinear optical samples. The powder method does not include uneven distribution of the intensity of light distracted by the sample. The original powder method requires registration of all generated second harmonic light by probe. Making such measuring apparatus is complicated.

A modification of the powder method has been proposed. The measuring set-up of the modified powder method is easier to manufacture. The modification assumes that the fundamental harmonics (FUN) and the second harmonics (SHG) will be measured at one point. For such a measurement the ratio of FUN and SHG at any point will be the same.

The article describes the adopted model of light distracted by a powder sample and the results of measurements of the light intensity distribution around the reference sample. Most studies confirm the correctness of the adopted model of light distracted by a powder sample. These tests are important for the reproducibility of measurements made with the modified powder method.

Keywords: nonlinear optics, harmonics of light, nanosecond lasers.