

자동시준형 분광굴절률 측정장치*

이운우 · 조현모 · 이인원

한국표준과학연구원, 광학그룹

(1994년 6월 1일 받음)

가시광선과 근적외선에서 광학유리 및 액체의 굴절률을 정밀측정하기 위하여 Littrow 프리즘을 이용한 자동시준형 분광굴절률 측정장치를 설계, 제작하였다. 먼저 여러가지 측정변수를 변화시켜 측정정확도를 분석하였으며 rotary encoder와 position sensitive detector를 이용한 고분해능 각도측정장치와 항온장치등을 제작하였다. 마이크로 컴퓨터를 사용하여 측정자동화 하였으며 자세한 설계변수와 성능평가 결과를 제시하였다.

I. 서 론

유리, 액체 혹은 새로운 광학물질들은 주로 분광굴절률을 측정하여 특성을 평가한다. 특히 최근에 와서 높은 순도를 가진 물질의 생산으로 높은 측정정확도에 대한 요구가 현저히 증가하였다. 그러나 분광굴절률을 정확하게 측정하는 것은 매우 힘들고 지겨운 일이기 때문에 가능한 측정자동화하여 측정시간을 줄이고 재현성을 높일려고 한다. 여러가지 분광굴절률 측정방법중 측정자동화가 가능한 방법은 최소편각법, 자동시준법, V-블럭법, 그리고 임계각법 등이다.^[1,2] 물질의 경계면에서의 기하광학적 성질을 이용하여 굴절률을 직접측정하는 최소편각법과 자동시준법은 측정정확도가 매우 높지만 측정하고자 하는 시료를 반드시 프리즘으로 가공해야 하는 불편함이 있다.^[3,4,5] V-블럭 방법과 임계각 방법은 굴절률을 알고 있는 광학유리와 비교하는 간접측정 방법으로서 정확도는 앞의 방법보다 낮지만 측정이 간편하므로 현장용으로 많이 사용되고 있다.^[6,7] 이들 방법중 자동시준 방법은 최근에 와서 새로운 고정밀 각도 측정장치와 각도 감지센서 등의 개발에 의하여 측정자동화를 비교적 쉽게 할 수 있게 되었으므로 많이 사용되고 있다.

본 연구에서는 광학유리와 액체 등의 분광굴절률을 매우 정확하게 측정하기 위하여 Littrow 프리즘을 이용한 자동시준형 분광굴절률 자동측정장치를 설계, 제작하였다. 먼저 굴절률 측정정확도는 본질적으로 각도측정 정확도에 좌우되므로 예상되는 각도 측정정확도 0.2 arc

sec에서 여러가지 측정변수를 변화시켜 굴절률 측정오차를 분석하였다.^[8] 그리고 고정밀 rotary encoder와 PSD(Position Sensitive Detector)를 사용하여 고분해능 자동 각도측정장치, 프리즘 항온장치등을 제작하였으며 마이크로 컴퓨터를 사용하여 측정자동화하였다. 제작된 측정장치의 각도측정 분해능과 재현성 등을 시험하였다.

II. 자동시준 방법

그림 1은 Littrow 프리즘을 사용한 자동시준 굴절률 측정방법이다. 프리즘의 한면을 알루미늄 코팅하여 반사되도록 함으로써 최소편각에서 입사광선이 프리즘을 두번 통과하게 한다. 이것은 자동시준장치를 사용하여 출사광선의 위치를 확인하고 프리즘만 회전하도록 함으로써 측정자동화를 가능케 한 측정방법이다. 프리즘의 굴절률은 첫번째 면에서 굴절각과 입사각의 비에 의하여 주변공기에 대한 상대굴절률로 주어진다.

$$n_{\lambda} = \frac{\sin i_{\lambda}}{\sin \alpha} \quad (1)$$

여기서 i_{λ} 는 파장에 따른 입사각이고 α 는 굴절각이며 또한 프리즘의 꼭지각이다. 단 $\alpha < \sin^{-1}(1/n)$ 이다.

액체의 굴절률을 측정하기 위해서는 그림 2와 같은 속이 빈 Littrow 프리즘을 제작하여 액체를 넣은 다음 같은 방법으로 측정한다. 그림에서 프리즘을 구성하는 면들의 췌기각을 고려하여 구한 액체의 굴절률은 다음과 같다.^[4]

*본 연구는 과학기술처 연구비 지원으로 수행된 것임.

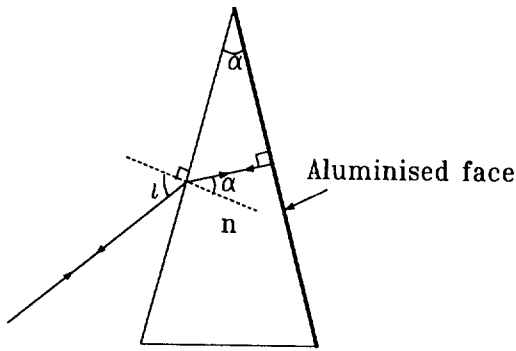


그림 1. Littrow 프리즘의 각도측정 원리.

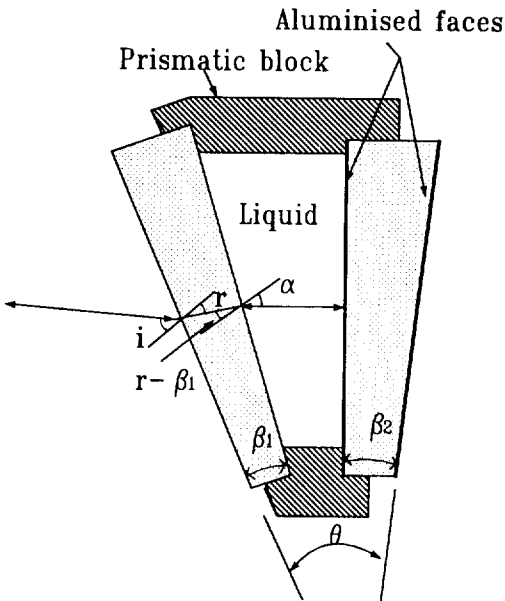


그림 2. 액체 굴절률 측정을 위한 Littrow 프리즘.

$$n_\lambda = \frac{\cos\beta_1 \sin i_\lambda - (n_{\lambda}^2 - \sin^2 i_\lambda)^{1/2} \sin\beta_1}{\sin\alpha} \quad (2)$$

단

$$\alpha \leq \sin^{-1} \frac{\cos\beta_1 - (n_\lambda^2 - 1)^{1/2} \sin\beta_1}{n_\lambda}$$

여기서 프리즘 꼭지각 α 는 $\theta - (\beta_1 + \beta_2)$ 이며 γ 는 앞면의 굴절각이다.

III. 정확도 분석

굴절률 측정오차는 식 (1)에서 꼭지각과 입사각을 미

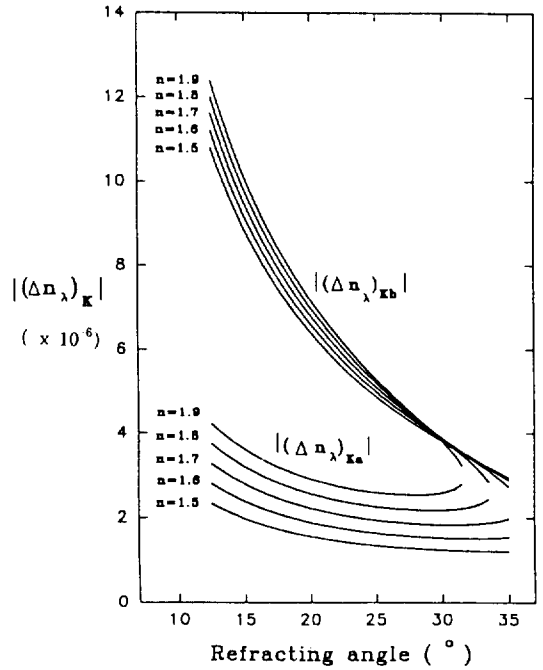


그림 3. 각도 측정오차와 프리즘 꼭지각변화에 따른 굴절률 측정오차.

분함으로써 구할 수 있다.

$$\Delta n_\lambda = -\frac{n_\lambda \cos\alpha}{\sin\alpha} \Delta\alpha + \frac{\cos i_\lambda}{\sin\alpha} \Delta i_\lambda \quad (3)$$

여기서 Δn_λ , $\Delta\alpha$, Δi 는 각각 분광굴절률, 꼭지각, 그리고 입사각 측정오차이다. 실제로 꼭지각과 입사각은 같은 측정장치에서 측정되므로 같은 정밀도를 갖는다고 가정하면

$$|\Delta\alpha| = |\Delta i| = |\Delta\theta| \quad (4)$$

로 나타낼 수 있으며, 여기서 $\Delta\theta$ 는 각도 측정에서 기호오차이다. 식 (1)과 (4)를 식 (3)에 대입하면 식 (3)은

$$\Delta n_\lambda = -K\Delta\theta \quad (5)$$

이다. 여기서 K 는 두 경우에 대해 다르게 표현된다. 먼저 꼭지각과 입사각 측정오차가 같은 경우, 즉 $\Delta\alpha = \Delta i = \Delta\theta$ 일 때

$$K_a = \frac{n\cos\alpha - [1 - n^2 \sin^2\alpha]^{1/2}}{\sin\alpha} \quad (6)$$

이고 $(\Delta n_\lambda)_{K_a} = -K_a \Delta\theta$ 이다. 또한 두 측정오차의 크기는 같지만 부호가 반대인 경우, 즉 $\Delta\alpha = -\Delta i$, $\Delta\alpha = \Delta\theta$ 일

표 1. 두 개의 Littrow 프리즘 꼭지각과 세개의 파장에서 계산한 여러 광학유리의 굴절률 측정오차. (각 값들은 10⁻⁶을 곱한 것임.)

Glass	n_d	$\alpha=22.5^\circ$			$\alpha=30^\circ$		
		$\Delta n_{404.7 \text{ nm}}$	$\Delta n_{546.1 \text{ nm}}$	$\Delta n_{643.8 \text{ nm}}$	$\Delta n_{404.7 \text{ nm}}$	$\Delta n_{546.1 \text{ nm}}$	$\Delta n_{643.8 \text{ nm}}$
BK7	1.51680	3.58	3.56	3.55	2.57	2.55	2.54
SK4	1.61272	3.82	3.78	3.77	2.74	2.71	2.70
LaK10	1.72000	4.08	4.03	4.02	2.93	2.89	2.88
LaFN7	1.74950	4.19	4.11	4.08	3.00	2.95	2.93
BaF4	1.60562	3.82	3.77	3.75	2.74	2.70	2.69
FN11	1.62096	3.87	3.80	3.78	2.77	2.73	2.72
BaSF14	1.69968	4.06	3.99	3.97	2.92	2.86	2.85
SF11	1.78472	4.31	4.19	4.16	3.09	3.01	2.98

때

$$K_b = \frac{n \cos \alpha + [1 - n^2 \sin^2 \alpha]^{1/2}}{\sin \alpha} \quad (7)$$

이며 $(\Delta n_\lambda)_{Kb} = -K_b \Delta \beta$ 이다.

굴절률을 한번 측정할 경우 기기오차는 $(\Delta n_\lambda)_{Ka}$ 혹은 $(\Delta n_\lambda)_{Kb}$ 이다. 그러나 동일한 시료에 대하여 여러번 반복해서 측정할 경우 각각의 측정에서 기기오차는 $(\Delta n_\lambda)_{Ka}$ 와 $(\Delta n_\lambda)_{Kb}$ 사이에서 불규칙하게 진동하며 평균값은 $(\Delta n_\lambda)_{Ka}$ 와 $(\Delta n_\lambda)_{Kb}$ 의 산술평균으로 근사된다.

그림 3은 본 연구에서 예상되는 각도측정 정밀도 $\Delta \theta$ 가 0.2 arc sec일 때 프리즘의 꼭지각을 변화시켜 계산한 $|(\Delta n_\lambda)_{Ka}|$ 와 $|(\Delta n_\lambda)_{Kb}|$ 값을 보여준다. 꼭지각과 입사각 측정오차가 같은 경우가 다른 경우보다, 그리고 꼭지각이 클 수록 굴절률 측정오차가 작아지는 것을 알 수 있다.

표 1은 실제로 많이 사용하는 여러 종류의 광학유리에 대하여 세개의 파장과 두개의 꼭지각에서 0.2 arc sec의 각도측정 오차에 상당하는 평균굴절률 오차의 절대값을 계산하였다. 파장에 따른 측정오차는 거의 같지만 광학유리 종류에 따라서 2.5~4.3×10⁻⁶ 정도의 측정오차가 있음을 알 수 있다.

IV. 측정장치 제작

그림 4는 본 연구실에서 구성한 자동시준형 분광굴절률 측정장치이다. 전체장치는 광원부, 자동시준 광학부, 그리고 마이크로 컴퓨터를 이용한 신호처리 및 모터구동 장치등으로 구성된다. 텅스텐 할로겐 램프와 quartz로 만든 집속렌즈에 의하여 모여진 광은 모노크로메이터에 의하여 분광된다. 출사슬릿의 상은 거울 M2에 의하여

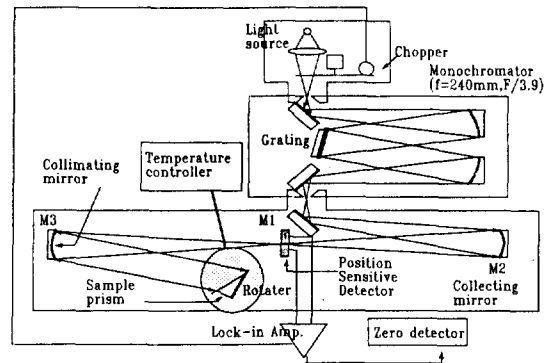


그림 4. 제작된 분광굴절률 측정장치.

시준거울 M3의 초평면에 1:1의 배율로 상을 맺으며 다시 시준되어 Littrow 프리즘에 입사한다. 프리즘에서 반사된 광은 시준거울 M3의 초평면에서 광축보다 약간 밑에 위치하는 PSD에 입사한다. PSD는 중심이 광축과 일치 하도록 고정되어 있다. 만약 프리즘이 약간 회전되어 있으면 반사된 광은 PSD의 중심에서 좌우로 벗어난 곳에 상을 맺게 되므로 위치변화의 크기에 비례하고 회전방향을 나타내는 양 혹은 음의 출력전압을 얻는다. 프리즘은 회전각을 디지털로 나타내는 rotary encoder가 부착된 대물대 위에 놓여져 있으므로 출력전압의 차이만큼 다시 역회전 시킴으로써 각도를 측정할 수 있다.

텅스텐 할로겐 램프를 사용할 경우 PSD의 신호가 약하므로 chopper를 사용하여 변조하였다. 그리고 정렬을 위하여 헬륨네온 레이저를 사용하였다. 모노크로메이터는 초점길이가 240 mm, f수가 F/3.9, 세개의 회절격자를 사용하여 분광영역이 300~2400 nm이며 최대 분해능이 0.06 nm (1200 g/mm grating) 이하인 CVI사의

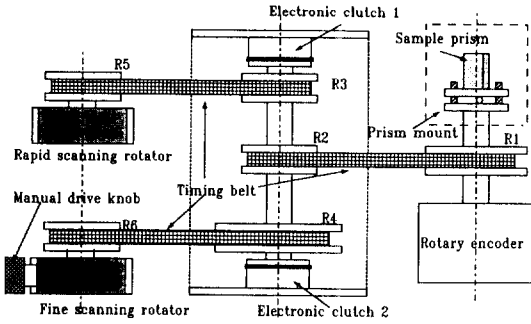


그림 5. 분광굴절률 측정장치의 각도 측정장치.

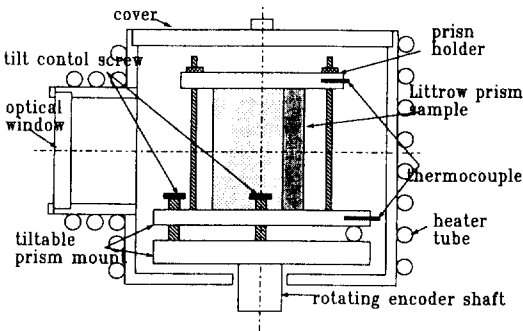


그림 6. 프리즘 고정 및 항온장치.

Digikrom 240이다. 거울 M1은 평면이며 M2와 M3는 초점길이가 각각 250 mm와 500 mm인 오목거울이다.

그림 5는 프리즘의 자동각도 측정장치이다. 프리즘은 미세 기울기 조종이 가능한 대물대 위에 놓이며 회전기어 R1과 함께 rotary encoder (Heidenhain, RON-905)의 회전축에 직접 연결되어 있다. 이것은 각도측정 정확도가 0.2 arc sec이며 분해능은 보간장치 (AWE 1024)를 사용하면 0.035 arc sec이다.^[8]

대물대를 회전시키기 위하여 스텝핑 모터로 구동되는 두대의 회전장치(Micro Controle UR80PP)를 사용하였다. 회전분해능이 0.01°인 회전장치 1은 회전기어 R5를 회전시키며 회전분해능이 0.001°인 회전장치 2는 R6를 회전시킨다. R5와 R6는 각각 R3와 R2에 연결되며 각각의 회전비는 1:10이다. 그리고 R3와 R4는 24V로 작동되는 전자클러치에 의하여 선택적으로 R2에 연결되며 다시 회전비가 1:10인 R1에 연결된다. 각 회전기어의 동력전달은 백래치를 줄이기 위하여 타이밍 벨트를 사용하였다. 대물대를 회전시키는 두 회전장치의 회전속도비는 100:1이며 분해능은 각각 0.001°, 0.00001°이다. 회전장치 2는 주로 미세회전 하는데 사용하며 측정장치

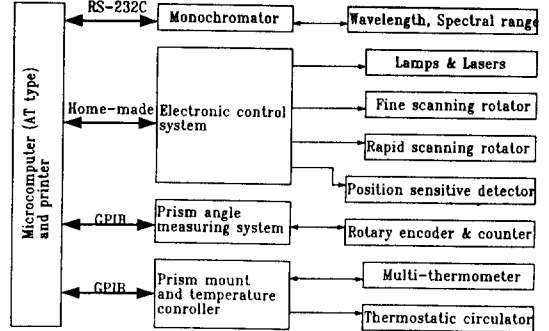


그림 7. 마이크로 컴퓨터를 이용한 모터구동 및 신호처리 장치의 개략도.

외부에서 수동으로 작동가능하게 하였다. 프리즘의 각도는 PSD 출력전압의 크기와 부호에 따라 회전장치 1 혹은 2의 회전방향을 변화시키면서 출력전압이 0V인 점을 기준으로 측정한다.

그림 6은 프리즘의 온도를 일정하게 유지시키기 위하여 만든 항온장치의 단면도이다. 프리즘은 기울기를 미세하게 조종할 수 있는 테이블 위에 프리즘 회전시 발생할 수 있는 미세요동을 방지하기 위한 덮개로 고정된다. 밑판과 덮개에는 프리즘 온도를 측정하기 위하여 각각 구멍을 뚫어 백금 열전대를 부착시켰다. 그리고 프리즘의 온도를 일정하게 유지시키기 위하여 프리즘 고정장치 전체를 brass 로 만든 원통형 항온장치 속에 넣었다. 항온조 (온도범위: -20°~+80°, 온도 안정도: ±0.1°)를 사용하여 항온장치 밖에 감은 brass 튜브로 물을 강제순환시켜 프리즘의 온도를 일정하게 유지시켰으며 온도측정은 다점 열전대 온도측정장치 (Stanford Research SR560)를 사용하였다. 그리고 광선을 입사시키기 위하여 투과 파장영역이 넓은 fused silica로 만든 창을 사용하였다. 전제장치중 프리즘 고정장치는 rotary encoder에 직접 연결되어 회전한다.

그림 7은 마이크로 컴퓨터를 이용한 모터구동 및 신호처리 장치의 개략도이다. 노노크로메타는 RS-232C, PSD 신호처리와 모터구동은 본 연구실에서 제작한 구동장치와 interface card, 그리고 rotary encoder의 출력펄스를 읽는 것과 온도조종은 GPIB에 의하여 마이크로 컴퓨터로 한다.

V. PSD를 이용한 각도측정 및 굴절률 측정실험

본 측정장치에서 프리즘의 꼭지각과 입사각을 측정하기 위해서는 그림 8과 같이 삼단계의 측정과정을 밟는다.

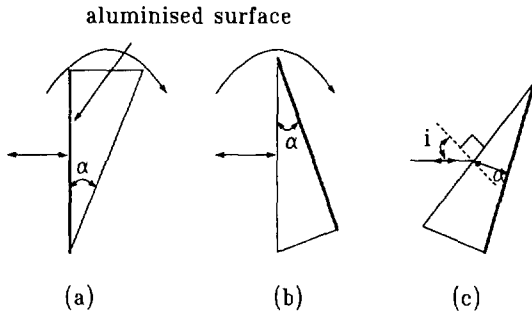


그림 8. 프리즘 각도측정 과정도.

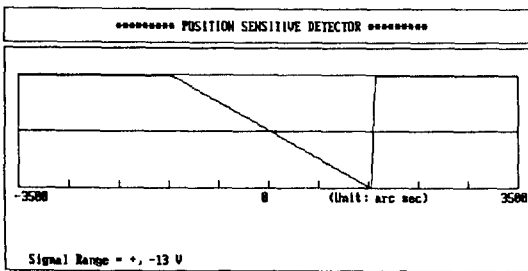


그림 9. PSD에서 입사광의 위치에 따른 출력전압.

먼저 알루미늄 코팅된 프리즘 면에 대한 회전각(θ_1)을 측정한다. 다른 면에 대한 회전각(θ_2)을 측정한다. 그러므로 꼭지각 α 는 다음과 같이 구해진다.

$$\alpha = 180 - \theta_1 + \theta_2 \quad (8)$$

그리고 프리즘을 계속 같은 방향으로 회전시키면서 입사광이 반사되는 회전각(θ_1)을 측정하면 입사각은 $\theta_1 - \theta_2$ 이므로 굴절률을 계산할 수 있다. 측정과정 중에서 회전각이 큰 경우는 회전장치 1을 사용하며 시준점 근방에서는 회전장치 2를 사용하여 미세회전시킨다.

다음은 제작된 각도측정장치의 분해능과 시간에 따른 안정도에 대하여 시험하였다. 본 측정장치에 사용된 PSD는 Hamamatsu S3931이며 감지영역은 1×6 mm이다. PSD의 원리와 전압 나누기회로를 이용한 신호처리 장치에 대해서는 이미 많은 문헌에 상세히 나와 있으므로 여기서는 생략한다.^[9]

그림 9는 프리즘의 회전에 의하여 PSD에 집속되는 광, 즉 출사슬릿 상의 위치변화에 따른 출력전압을 나타낸 것이다. 감지영역 내에서는 13V 범위내에서 거의 선형적으로 변하지만 벗어나면, 이 경우는 PSD 위에 광이 집속되지 않지만 전체적으로 균일한 세기의 광에 노출된 것과 같으므로 전압 나누기회로의 특성에 의하여 +13V를 나타낸다. 사용한 PSD의 감지영역은 6mm이

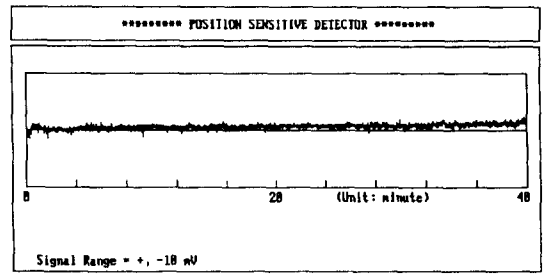


그림 10. 40분 동안 측정된 PSD의 출력안정도.

표 2. 측정된 fused silica의 분광굴절률($T = 20 \pm 0.1^\circ\text{C}$)

파장(nm)	굴절률
400	1.470115
500	1.462326
600	1.458035
632.8	1.457016
700	1.455293
800	1.453324

므로 출력전압에 대한 위치감지 분해능은 약 $0.23 \mu\text{m}/\text{mV}$ 이다. 그리고 이때 출사슬릿의 폭은 $100 \mu\text{m}$ 이다.

그림 10은 집속된 광이 PSD의 중앙에 위치한 경우, 즉 출력전압이 0V일 때 40분 동안 측정된 출력 안정도에 대한 그래프이다. 시간이 경과함에 따라 값이 증가하며 1mV 정도 변화였다. 제작된 장치를 사용하여 굴절률을 측정할 경우 가시광선 영역에서 연속적으로 측정하면 예상되는 측정시간은 30~40분이므로 PSD에서 최소변위 분해능은 $0.2 \mu\text{m}$ 정도이다. 그러므로 제작된 측정장치의 실제 각도분해능은 0.04 arc sec이다.^[10]

본 연구원 광학공실에서 제작한 Littrow 프리즘을 사용하여 각도측정 재현성을 실험하였다. 프리즘의 한 면에는 반사율을 높이기 위하여 알루미늄 코팅을 하였으며 광원으로 He-Ne 레이저를 사용하였다. 프리즘 꼭지각을 10번 측정하였으며 측정된 평균값은 30.24717° 이고 편차는 $\pm 0.00002^\circ$ 이었다. 이것을 앞에서 유도한 각도 측정오차에 따른 굴절률 측정오차의 크기를 유도한 식에 대입하면 굴절률 측정오차는 약 10^{-6} 이므로 제작된 측정장치의 재현성이 매우 높다는 것을 알 수 있다.

표 2는 국내 광학회사에서 많이 사용하는 미국 코닝사의 fused silica의 분광굴절률을 측정된 값이며 제조 회사의 제시한 값과 비교하였다.^[11] 전체 파장영역에서 소수점 다섯 자리까지 거의 일치하였다.

앞으로는 본 측정장치의 정확도를 정확히 평가하기

위하여 독일 PTB에서 교정한 굴절률 기준물을 사용하여 비교측정하려고 한다. 그리고 프리즘 각도측정에서 가장 문제가 되는 프리즘의 피라미드 오차보정과 적외선에서의 측정영역 확대연구 및 액체의 굴절률 측정에 대해서 계속 연구할 예정이다.

VI. 결 론

가시광선에서 광학유리, 액체등의 분광굴절률을 자동으로 정확히 측정하기 위하여 Littrow 프리즘을 이용한 자동시준형 분광굴절률 측정장치를 개발하였다. 제작된 장치의 프리즘 각도 측정분해능은 ± 0.04 arc sec이며 굴절률 측정정확도는 $2.5 \sim 3 \times 10^{-6}$ 정도이다. 앞으로는 제작된 굴절률 측정장치의 정확도를 향상시키는 연구를 계속하려고 하며 한편으로는 정확도를 평가하기 위하여 독일 PTB와 국제비교도 할 예정이다. 또한 굴절률 기준물을 개발하여 국내산업체에 보급하고 굴절률 관련 산업에 사용할 새로운 분광굴절계도 개발하려고 한다.

감사의 말

본 연구를 수행함에 있어 광학부품을 제작해 준 이회윤, 이재철씨에게 감사드립니다.

참 고 문 헌

[1] Alan J. Werner, "Methods in high precision refractometry of optical glass," *Appl. Opt.*, **7**, 837

(1968).
 [2] G. E. Fishter, "*Applied and Optical Engineering*", **5**, (Academic Press, Inc., 1969) Chap.10.
 [3] K. W. Raine and A. B. Penfold, "An instrument for measuring the thermal coefficient of refractive index in the infrared," *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, **18**, 593(1985).
 [4] Hiroshi Yoshimura, "An automatic spectrorefractometer for solids and liquids from near-UV to the near-IR," *J. Phys. E: Sci. Instrum.*, **21**, 571 (1988).
 [5] Diana Tentori and Jesus R. Lerma, "Refractometry by minimum deviation: accuracy analysis," *Optical Engineering*, **29**, 160(1990).
 [6] Cooper P. R., "Refractive index measurements of liquids used in conjunction with optical fibers," *Appl. Opt.*, **22**, 3070(1983).
 [7] Diana Tentori and Carlos L. Farnazo, "High accuracy critical angle refractometry," *Optical Engineering*, **32**, 593 (1993).
 [8] 독일 Heidenhain사, "Operating Instructions for Incremental Rotary Encoder RON 905," (RON 905 Manual, 1991).
 [9] 일본 Hamamatsu사, "Position Sensitive Detectors," (PSD Catalog, 1991).
 [10] 이인원, 조현모, 이윤우, 이회윤, "굴절률 표준화립", 과학기술처 연구보고서, KRIS-93-035-IR(1993).
 [11] Malitson, I. H., "Interspecimen comparison of the refractive index of fused silica," *J. Opt. Soc. Am.*, **55**, 1205(1965).

Autocollimation Type Automatic Spectrorefractometer for Solids and Liquids

Yun-Woo Lee, Hyun-Mo Cho and In-Won Lee

Optics Laboratory, Korea Research Institute of Standards and Science, Taejon 305-606, Korea

(Received: June 1, 1994)

An automatic spectrorefractometer with a Littrow spectrometer arrangement has been designed and fabricated to measure the refractive indices of solids and liquids from the visible to the near IR. The achievable accuracy is numerically analyzed by varying the measuring parameters and the electromechanical system for measuring the prism angle with a rotary encoder and a position sensitive detector is fabricated. The performance of the instrument is discussed in detail and the results of measurements are given.