

07;11;12

Развитие методов многомерных измерений при оптических исследованиях поверхности

© А.И. Родионов, Б.В. Зубков, А.П. Калинин, В.Н. Любимов, А.Ф. Осипов,
И.Д. Родионов, И.П. Родионова, И.Б. Шилов

Институт проблем механики РАН,
117526 Москва, Россия
e-mail: kalinin@ipmnet.ru

(Поступило в Редакцию 22 ноября 2001 г. В окончательной редакции 27 февраля 2002 г.)

Рассматриваются вопросы развития методов многомерного (многоканального) съема данных на примере экспериментов по применению оптических методов исследования поверхности. В отличие от обычно используемых методов перехода к многомерным измерениям, связанных с применением механического сканирования, в данной работе рассматриваются результаты применения детектирующих приборов нового типа, позволяющие проводить координатно-чувствительные и временные измерения. Приводится описание как самого детектора, так и созданных приборов, осуществляющих многомерные координатно-спектрально-временные измерения — „гиперспектрометров“. Применение таких установок позволяет во много раз повысить информативность измерений. Проведено исследование флуоресценции молекул красителя, нанесенных на поверхность германия и кремния, подвергнутых предварительному воздействию лазерного излучения. Исследованы спектры рассеяния этих же образцов.

Введение

При изучении многих физических явлений очень остро встает проблема перехода от измерений некоторого свойства в одной точке пространства к проведению многомерных (многоканальных) измерений. Примером такого перехода может служить проблема измерения двойных дифференциальных сечений рассеяния (по углу и энергии) на молекулярных пучках [1]. Традиционно [2] с помощью детектора с очень маленькой апертурой измерялась интенсивность рассеянного на определенный угол молекулярного пучка и энергия его частиц. Переход от одномерных к многомерным измерениям в этом случае осуществлялся путем механического сканирования детектора по различным углам рассеяния пучка. Недостатки такого подхода очевидны: использование детектора с точечной апертурой катастрофически ухудшает статистику измерений и значительно увеличивает время измерения. Любое механическое сканирование (тем более, если оно одномерное) затрудняет изучение анизотропных процессов и требует очень жестких требований к стабильности компонент системы (зачастую просто недостижимых). Фактически в данном подходе повышение точности измерений (за счет уменьшения апертуры детектора) ведет квадратичному пропорциональному уменьшению скорости счета с аналогичным удлинением времени эксперимента. Более того, при использовании механического сканирования изменение параметров экспериментальной установки со временем накладывает жесткое ограничение на увеличение точности измерений за счет уменьшения апертуры детектора. По этой же причине трудно выполнимыми становятся корреляционные измерения с использованием нескольких точечных апертур. Аналогичные проблемы возника-

ют и при оптических методах исследования поверхностей, которые в настоящее время находят все большее применение в задачах микро- и нанотехнологий.

Проблемы многомерных (многоканальных) измерений дифференциальных сечений рассеяния молекулярных пучков мы уже несколько касались в работе [3] на примере исследования двойных дифференциальных сечений рассеяния молекулярных пучков на малые углы. В настоящей работе на примере изучения неоднородности поверхности полупроводников методом красителей-зондов рассматривается возможность перехода от измерений в одной точке ($0D$) к двумерным ($2D$) и в перспективе к многомерным (ND) измерениям. В настоящее время уже классическими стали исследования поверхностных состояний методом молекулярных зондов. Инструментом таких исследований обычно являются установки на базе использования пары монохроматоров, позволяющих измерять зависимость интенсивности флуоресценции на длине волны λ_1 при длине волны подсветки λ_2 в одной точке пространства параметров.

Переход от $0D$ к измерениям в ND пространстве данных обычно проводится механическим сканированием как образца, так и настроек монохроматора. Недостатком такого подхода является необходимость огромного числа измерений для всех интересующих значений параметров. К тому же при необходимости механического сканирования (возникающего, например, при смене координаты) всегда есть люфт двигателя или иная причина неточности позиционирования точки наблюдения. За время, необходимое для перехвата от одной точки (в пространстве координат или длин волн) к другой, могут происходить неучтенные изменения других параметров, влияющих на результат эксперимента. Поэтому разные точки фактически снимаются в разных условиях.

Отметим, что при $0D$ -регистрации шумы используемых фотоприемных устройств (ФПУ) полностью приходится на измеряемую точку, что является пределом, ограничивающим чувствительность методики.

Мы развиваем этот классический базовый подход путем замены механического сканирования использованием детектирующих приборов нового типа, позволяющих осуществлять координатно-чувствительные и временные измерения. Возможность такого развития также обусловлена наличием совершенной вычислительной техники, позволяющей в режиме реального времени обрабатывать большие массивы получаемой информации.

Основой данной работы является развитие нового поколения ФПУ, отличающихся от традиционно используемых одноканальных ФПУ наличием пространственного ($2D$) и временного разрешения. Использование таких фотоприемных устройств дало возможность создать установки — гиперспектрометры, позволяющие проводить многомерные исследования. По сложившейся в настоящее время в специализированной литературе терминологии гиперспектральными называют измерения в диапазоне от нескольких сотен до тысячи спектральных каналов, а гиперспектрометром — прибор, осуществляющий одновременно измерение спектральной и пространственной координат. Также эти приборы называются видеоспектрометрами. Применение этих установок позволяет на несколько порядков (в зависимости от разрешения ФПУ) повысить информативность данных или же значительно увеличить чувствительность измерений.

Тестирование установок проводилось путем исследования степени неоднородности полупроводников германия, предварительно подвергшихся воздействию лазерного излучения. В качестве исследуемых образцов использовались пластины Ge, которые подвергались многократному ($N \sim 10^3 - 10^5$) воздействию импульсного ($\tau = 0.1 - 1 \mu s$) лазерного излучения (плотность поглощенной энергии $Q \sim 0.1 \text{ J/cm}^2$, радиус луча $\sim 25 \mu m$). Лазерное воздействие осуществлялось таким образом, что различные участки образца получали различную дозу лазерного воздействия. Затем на обработанный таким образом образец наносилась мономолекулярная пленка красителя родамина-В путем помещения образца в раствор родамина в этиловом спирте на заданное время.

Описание экспериментальной установки и методик измерений

В данной работе были созданы две установки. Эти установки отличаются использованием различных чувствительных элементов (детектора). Установкой первого типа является гиперспектрометр на основе электронно-оптического преобразователя (ЭОП), съем сигнала с которого осуществлялся прибором с зарядовой связью (ПЗС). Он представляет собой по сути очень

чувствительный видеоспектрометр. Эта установка позволяет получать $2D$ -видеоинформацию, где по одной оси отложена X — координата узкой полоски на образце (вдоль которой изменяется доза лазерного воздействия), по другой λ — длина волны исследуемого излучения, а по оси Z — интенсивность, определяющая спектральную плотность, т.е. мы получаем набор спектров, развернутых по координате.

Таким образом, за секунду установка позволяет получать сотни тысяч точек измерения (в пространстве координат и длин волн). Одновременное измерение по всей длине образца, вдоль которой изменяется его характеристика, дает точную картину излучения, не искаженную механическим сканированием. В принципе на тот случай, если бы свойства образца менялись и вдоль другой оси, в установке предусмотрено механическое сканирование узкой полоски вдоль другой координаты образца. Это позволяет получать изображение всего образца в гиперспектре.

Однако достоинство в использовании ЭОП + ПЗС как датчика с накоплением сигнала для относительно сильных сигналов является недостатком при исследовании сверхслабых сигналов и при исследовании временных характеристик сигнала флуоресценции.

Использование статистических методов позволяет выйти за рамки динамического диапазона ПЗС (для серийных ПЗС он не превышает 100, для специализированных коммерчески доступных ПЗС этот диапазон достигает 1000). За счет накопления, например, за 7 min он повышается на два порядка.

Ко второй модификации установки относится гиперспектрометр на основе оригинального время-координато-чувствительного датчика (ВКЧД) производства Научно-технического центра „Реагент“ [4]. Этот прибор позволяет регистрировать отдельные фотоны с определением их $2D$ -координат в плоскости регистрации, а также времени прихода фотонов с точностью до 40 ps (в наиболее прецизионном эксперименте). Конструкция ВКЧД будет рассмотрена ниже.

Использование ВКЧД как чувствительного элемента дает новое качество созданного на его основе гиперспектрометра — возможность исследовать слабые сигналы на фоне сильных (т.е. превосходящих их на порядки по интенсивности), так как динамический диапазон ВКЧД очень большой ($1 - 10^6$ l/s).

Прибор на основе ВКЧД может работать как видеоспектрометр, описанный выше, но, кроме того, возникает возможность получать трехпараметрическую информацию за счет добавления к координатам фотонов на плоскости регистрации задержки времени от момента посылки импульса освещения образца до момента регистрации фотона. Это дает следующие преимущества данного подхода (с использованием ВКЧД) над всеми остальными при исследовании флуоресценции.

- 1) Возможно проведение измерения времени с дискретностью 10^{-11} s.
- 2) Скорость счета фотонов ВКЧД достигает 10^6 l/s.

3) Отличительной особенностью прибора является почти полное отсутствие шумов. В точке — пикселе изображения величина шума составляет 10^{-3} 1/s. В сравнении с потоком полезной информации это пренебрежимо малая величина.

4) Новый подход позволяет измерять не только пространственную зависимость спектра для гетерогенных образцов, но и другие зависимости для гомогенных образцов, подвергающихся неоднородным взаимодействиям (температуры, электрического и магнитного полей, деформаций, воздействий лазерного и других излучений) по пространственной координате.

Новые фотоприемные устройства, позволяющие осуществлять пространственное и временное разрешение падающего на его вход излучения, отличаются от традиционных ФПУ наличием сборки микроканальных пластин (осуществляющих размножение фотоэлектронов) и применением специального коллектора электронов, дающего возможность определять координаты попавших на вход фотокатода отдельных фотонов. Схема такого координато-чувствительного детектора излучений совместно с цифровыми подсистемами детектора, осуществляющих переход от аналоговых сигналов к цифровым, показана на рис. 1. Модификация ВКЧД [4] позволяет проводить синхронные измерения и обеспечивает 6D-поток данных.

В данной работе мы использовали этот подход для наблюдения изменений спектра флуоресценции при воздействии на поверхность полупроводников лазерным излучением (установка на основе ВКЧД — регистрация слабых сигналов) и измерения дисперсионной кривой поверхности при таком же лазерном воздействии на нее (установка на основе ЭОП — регистрация сильных сигналов).

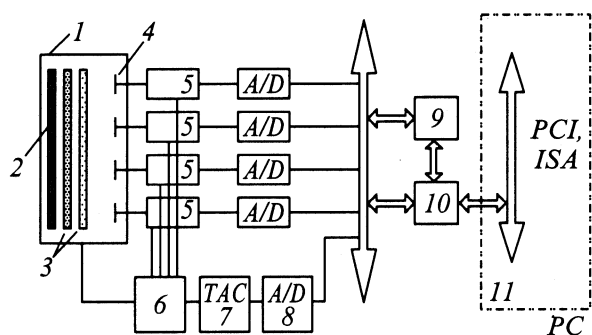


Рис. 1. Схема координато-чувствительного детектора излучений: 1 — металло-керамическая вакуумная камера, 2 — фотокатод, 3 — микроканальные пластины (шеврон), 4 — многоанодный коллектор. Цифровые подсистемы датчика: 5 — цифровой аналоговый процессор, 6 — временной канал (электроника, позволяющая присваивать каждому фотону точное время прихода), 7 — преобразователи время-амплитуда, 8 — аналого-цифровой преобразователь, 9 — сигнальный процессор, 10 — интерфейсный модуль, 11 — персональная ЭВМ.

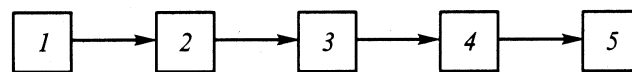


Рис. 2. Схема экспериментальной установки. 1 — источник излучения, 2 — ячейка флуоресценции, 3 — оптико-механический блок, 4 — детектор, 5 — компьютер с программным обеспечением.

Принципиальная схема гиперспектрометра как на основе ВКЧД, так и ЭОП является одинаковой (отличаются только детектором) и показана на рис. 2. В качестве базового источника излучений использовалась галогенная лампа мощностью 1 kW. Кроме этого, использовался импульсный зеленый лазер (длина волны 532 nm) с периодом ~ 20 ps и частотой импульсов ~ 5 kHz. Применялись также ультрафиолетовые (УФ) источники на базе лампы ДДС-30 и эритемной лампы и монохроматор с калиброванной широкополосной лампой.

Ячейка флуоресценции представляет собой замкнутый объем, защищенный от посторонних засветок, в котором на двухмерном координатном столике помещен исследуемый образец. Возможны два варианта работы ячейки.

1. Ячейка имеет два окна, одно из которых входное, содержит фильтр, пропускающий от источника излучения только возбуждающую составляющую излучения. Излучение широким равномерным пучком освещает образец под наклоном Θ° , где Θ может изменяться в пределах 10° вокруг 45 -градусного направления к плоскости образца.

2. Галогеновая киловаттная лампа устанавливается рядом с ячейкой. К ней подводится световод (световод в диаметре 1 cm) выдерживает до 1 MW в импульсе, что позволяет установить вход световода достаточно близко к поверхности области свечения лампы. Диаметр отдельных волокон световода составляет $5 \mu\text{m}$. На конце световода ставится интерференционный фильтр (использовался фильтр на 530 nm). Световод подводится вплотную к образцу.

В случае использования УФ излучения для возбуждения флуоресценции возможна также организация освещенности перпендикулярно плоскости образца. Это достигается установкой в ячейке стеклянной пластины, отражающей одной из сторон поток УФ излучения в направлении образца и пропускающей сквозь себя видимое излучение флуоресценции.

Оптико-механический блок (рис. 3) состоит из следующих элементов.

1. Линза (входной объектив), в переднем фокусе которой находится исследуемый образец, а в заднем — вертикальная регулируемая калиброванная щель (регулировка может проводиться плавно в диапазоне от $10 \mu\text{m}$ до 0.4mm), расположена параллельно образцу и позволяет вырезать узкую полоску изображения образца вдоль оси X шириной до 10 mm.

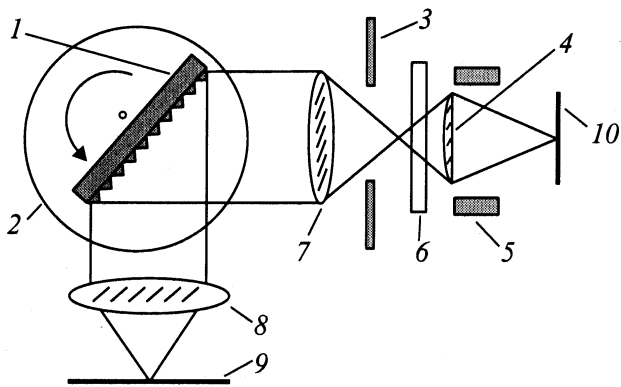


Рис. 3. Схема опико-механического блока: 1 — зеркало или дифракционная решетка, 2 — поворотный столик, 3 — регулируемая щель, 4 — входной объектив, 5 — бленда, 6 — фильтры сменные, 7 — второй объектив, 8 — выходной объектив, 9 — плоскость изображения, 10 — плоскость образца.

2. Второй объектив, в переднем фокусе которого находится калиброванная регулируемая щель, а задний фокус настроен на бесконечность. Отражающая поверхность, в качестве которой может использоваться зеркало или дифракционная решетка, направление штрихов которой параллельно направлению входной щели. Дифракционная решетка разлагает изображение по спектру вдоль оси, перпендикулярной оси щели. Отражающая поверхность установлена на поворачиваемой платформе.

3. Выходной объектив, передний фокус которого настроен на бесконечность, а в заднем фокусе находится поверхность детектора фотонов. Опико-механический блок проецирует на поверхность детектора спектр излучения в зависимости от координаты X вдоль полоски образца. Таким образом, получается непрерывная трехмерная картина в координатах „длина волны–координата узкой полоски вдоль оси образца–интенсивность излучения“. Используется дифракционная решетка, имеющая 300 линий на mm , что позволяет проецировать на плоскость фотоприемника спектральный диапазон в пределах от $0.4\text{--}0.7\ \mu\text{m}$. Для устранения фоновых засветок установлены защитные зачерненные экраны. Контроль светозащитности осуществляется полным закрытием щели и анализом фоновых засветок при включенном и выключенном источнике света.

Подробно о методике измерений на гиперспектрометре с датчиком на основе ЭОП и ВКЧД можно прочесть в работе [5]. Отметим только, что проводятся различные калибровки с помощью как объектов известной калиброванной формы, так и монохроматора; проверяется отсутствие фоновых излучений.

В качестве примера работы установки рассмотрим некоторые результаты, полученные на ней.

Экспериментальные результаты

На установке, в которой в качестве детектора использовался ВКЧД, проводились измерения флуоресцентного гиперспектра родамина, нанесенного на исследуемый образец германия, предварительно подвергнутого лазерному воздействию, как это было описано во Введении. Образец освещался излучением с длиной волны $530\ \text{nm}$.

Для примера на рис. 4 показан трехмерный спектр флуоресценции образца Ge, покрытого родамином-В.

Далее из полученного гиперспектра выделялись спектры, соответствующие областям образца, характеризующимся различным воздействием лазерного излучения (для определения дозы этого воздействия была введена характеристика повреждений образца W , связанная с поглощенной энергией Q). На рис. 5 представлены спектры флуоресценции областей образца, характеризующихся различным лазерным воздействием (Q в произвольных

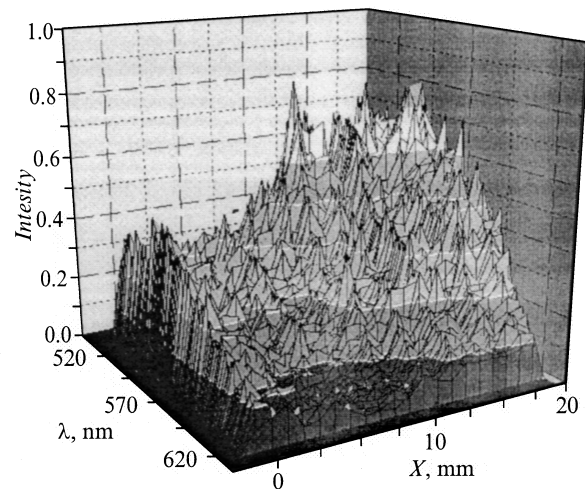


Рис. 4. Гиперспектр флуоресценции образца Ge, покрытого родамином-В (высота характеризует интенсивность).

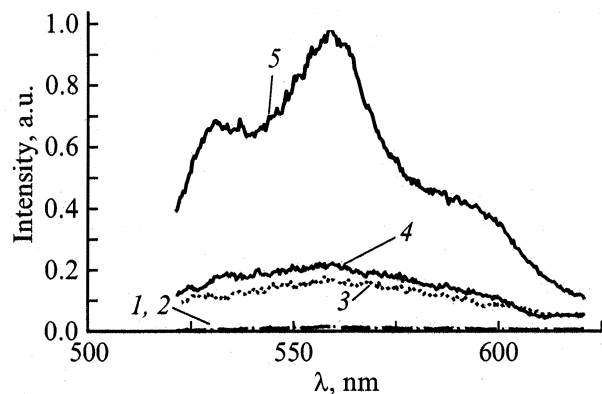


Рис. 5. Спектры флуоресценции областей образца германия, характеризующихся различным лазерным воздействием. $W_1 = 240$ (1), $W_2 = 190$ (2), $W_3 = 115$ (3), $W_4 = 87$ (4), $W_5 = 70$ (5).

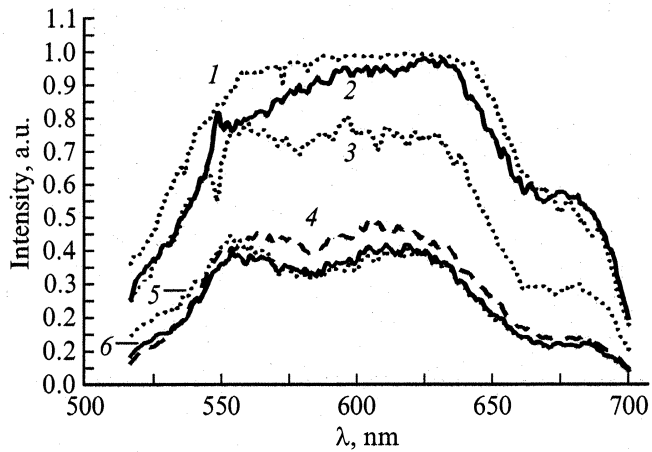


Рис. 6. Спектры рассеяния областей образца германия, характеризующихся различным лазерным воздействием. $W_1 = 240$ (1), $W_2 = 190$ (2), $W_3 = 115$ (3), $W_4 = 87$ (4), $W_5 = 70$ (5), $W_6 = 0$ (6).

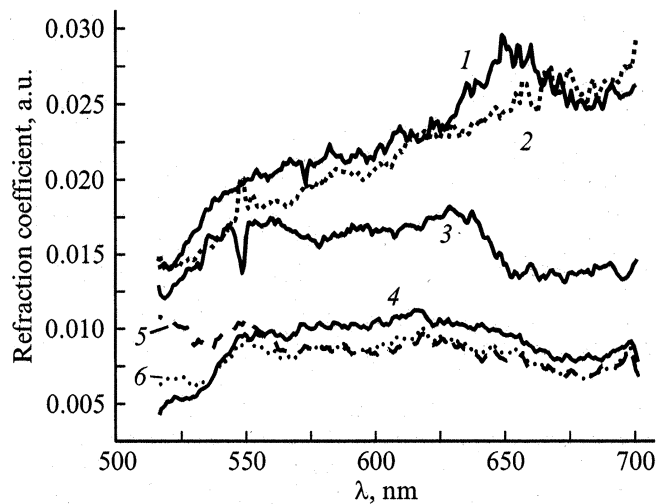


Рис. 7. Дисперсионные кривые для областей образца Ge с различным уровнем лазерного воздействия. 1–6 — то же, что и на рис. 6.

единицах). На основе этих спектров можно получить информацию о зависимости максимума интенсивности излучения флуоресценции от дозы лазерного воздействия, полной ширины на половине высоты спектра и т.п.

Из рис. 5 видно, что с увеличением лазерного воздействия происходит тушение флуоресценции, обусловленное, по-видимому, переносом энергии в твердое тело [6]. Также можно сделать вывод о том, что полная ширина спектров на половине высоты максимума интенсивности увеличивается с увеличением лазерного воздействия, что, по-видимому, обусловлено гетерогенностью поверхности и различными состояниями адсорбированных молекул [7].

На установке, которая была оснащена детектором на основе ЭОП, исследовались спектры рассеяния образцов Ge, подвергшихся лазерному воздействию. Для освещения использовалась лампа накаливания с калиброванным спектром. На рис. 6 приведены спектры рассеяния для различных областей образца в зависимости от степени повреждения этих областей лазерным излучением.

Из анализа спектров видно, что с увеличением воздействия лазера на поверхность и, следовательно, с увеличением дефектности поверхности, интенсивность рассеяния возрастает. На основе полученных спектров (так как спектр лампы нам известен) можно построить дисперсионные кривые (рис. 7). На этом рисунке показана зависимость коэффициента диффузного отражения от длины волны падающего света для областей с различным уровнем воздействия лазера. Обнаружен эффект сильного изменения спектрально-дисперсионной кривой в зависимости от повреждения поверхности лазерным излучением. Геометрическое объяснение этого явления может быть основано на факте образования на поверхности образца линий, структура которых схожа со структурой дифракционной решетки, и соответственно это ведет к интерференционным эффектам, вызывающим перераспределение спектров отраженного сигнала.

Заключение

В результате проведенной работы на примере изучения экспериментов по измерению флуоресцентных свойств материала продемонстрирована возможность многомерного (многоканального) съема данных.

Созданы уникальные установки для проведения 2D-гиперспектральных измерений для исследования пространственно неоднородных спектральных характеристик поверхности образцов. Модификации построены на различных вариантах фотоэлектронных устройств.

Разработана методика измерений, позволяющих краткие сроки получать спектр отраженного и флуоресцентного излучений от выделенной полосы на поверхности образца и обрабатывать его по выбранным областям.

Создан пакет программ управления экспериментальной установкой и обработки экспериментальных результатов.

Методом гиперспектрального анализа визуализированы в трехмерном виде зависимости спектров флуоресценции и спектров рассеяния от степени деформации поверхности.

Создана установка, и программное обеспечение за счет многомерности съема данных позволяет во много раз ускорить измерения спектральных характеристик образцов и получить информацию, недоступную традиционным одномерным системам.

Работа выполнена при частичной финансовой поддержке Российским фондом фундаментальных исследований (проекты № 97-03-33741а и 99-02-82007).

Список литературы

- [1] Калинин А.П., Дубровицкий Д.Ю., Морозов В.А. и др. // Химическая физика. 2000. Т. 19. № 7. С. 8–13.
- [2] Леонас В.Б. // УФН. 1972. Т. 107. № 1. С. 29–56.
- [3] Дубровицкий Д.Ю., Калинин А.П., Морозов В.А. Препринт Института проблем механики РАН. М., 1997. № 591. 51 с.
- [4] Rodionov I.D., Rodionov A.I., Shilov I.B. // Nuclear Inst. and Meth. Phys. Res. 2001. Vol. 471/1–2. P. 239–243.
- [5] Родионов А.И., Винценц С.В., Калинин А.П. и др. Препринт Института проблем механики РАН. М., 2001. № 685. 28 с.
- [6] Винценц С.В., Киселев В.Ф., Левшин Л.В. и др. // ДАН СССР. 1984. Т. 274. № 1. С. 96–99.
- [7] Зайцев В.Б. Канд. дис. М.: МГУ им. М.В. Ломоносова, 1991.