

3854  
0-62

**ОПТИКО-ИНФОРМАЦИОННЫЕ  
ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ И ЛАЗЕРНЫЕ  
ТЕХНОЛОГИИ И СИСТЕМЫ**

Юбилейный сборник избранных  
трудов КТИ ИП СО РАН

Новосибирск – 2012

## КОНЦЕПЦИЯ ПОСТРОЕНИЯ БЛИЖНЕПОЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ ПРИСТАВКИ ДЛЯ ТЕРАГЕРЦОВОГО СПЕКТРОМЕТРА НАРУШЕННОГО ПОЛНОГО ВНУТРЕННЕГО ОТРАЖЕНИЯ\*

*А.Г. Верховляд, В.В. Герасимов, М.А. Завьялова, Б.А. Князев,  
С.Н. Макаров, М.Ф. Ступак*

### 1. ВВЕДЕНИЕ

Неразрушающая диагностика современных микро- и наноструктур требует проведения фундаментальных исследований и создания на их основе новых, оригинальных, более совершенных образцов измерительной техники. Особый интерес представляют методы исследования веществ в малоизученных областях электромагнитного спектра, поскольку они позволяют получить качественно новые результаты. В настоящее время эффективность приемников излучения в терагерцовом (ТГц) диапазоне является чрезвычайно низкой, что требует мощных источников излучения при изучении его взаимодействия с веществом. Однако, благодаря разработке чрезвычайно мощного источника ТГц излучения – лазера на свободных электронах (ЛСЭ) [1] со средней мощностью излучения 0.5 кВт в диапазоне длин волн 30–240 мкм, появилась уникальная возможность исследования объектов в ТГц диапазоне. На данном этапе актуальной задачей является разработка научно-технических подходов к созданию приборов и методов исследования объектов, практически отсутствующих для данного диапазона.

Необходимость освоения ТГц диапазона обусловлена рядом достоинств ТГц излучения. Одним из них является попадание в эту область характерного спектра атомов и многоатомных молекул. По ТГц спектрам поглощения можно установить строение молекул различных органических (и неорганических) веществ: белков, жиров, углеводов, ДНК и др. По числу и положению пиков в ТГц спектрах поглощения можно судить о природе вещества (качественный анализ), а по интенсивности полос поглощения – о количестве вещества (количественный анализ). Другим ключевым достоинством является относительно хорошая проникающая способность ТГц излучения для многих конденсированных сред, которые абсолютно непрозрачны для видимого света и почти полностью прозрачны для рентгеновского излучения (исключая проводники). Считается, что ТГц излучение безвредно для человека, что позволяет применять его для медицинской диагностики, в современных системах безопасности, для контроля качества медикаментов и продуктов питания.

Фундаментальная особенность ТГц спектра позволит выйти на значительно более информативный уровень характеристики объекта по выбранным его собственным спектральным характеристикам, начиная от ридбер-

\* Данная работа частично поддержана Интеграционным проектом СО РАН № 89 «Разработка метода терагерцовой изображающей спектроскопии нарушенного полного внутреннего отражения с функцией ближнепольного микроскопа» и Госконтрактом 02.740.11.0556.

говских состояний отдельных атомов до молекулярных колебаний макромолекул и их комплексов. Эти информационные достоинства ТГц систем позволят провести новые фундаментальные исследования и их практическую реализацию, продвинуть ТГц оптику и фотонику в ряд критических технологий современности.

Одним из важнейших направлений является разработка основ методов терагерцовой спектроскопии, из которых метод нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО) [2] является одним из самых перспективных. НПВО-спектроскопия позволяет исследовать сложные объекты без пробоподготовки и является естественным (и часто единственным) методом исследования поверхностных пленок, метаматериалов, микро- и наноструктур. Однако большая длина волны ТГц излучения ограничивает разрешающую способность данного метода, поэтому актуальной является задача преодоления волнового предела, которую можно решить путем объединения метода терагерцовой НПВО-спектроскопии с методом ближнепольной зондовой сканирующей микроскопии (БЗСМ) [3]. Комбинация этих двух методов даст возможность исследовать спектральные характеристики тонких слоев материалов, обладающих очень большим коэффициентом поглощения в ТГц диапазоне, за счет введения специального зонда в область локализации эванесцентной волны, сканирования поверхности объекта и детектирования результата взаимодействия объекта и зонда. Тем самым появляется возможность исследовать оптические свойства образца в локальных областях, соответствующих размеру зонда (диаметр апертуры которого, как правило, много меньше длины волны излучения).

Целью работы является разработка концепции построения ближнепольной сканирующей приставки на базе НПВО-спектрометра для спектроскопии тонких пленок и нанобъектов на поверхностях. По сути дела, в будущей установке будут объединены два метода – метод терагерцовой НПВО-спектроскопии и метод БЗСМ.

Разработка такой приставки подразумевает создание прецизионного датчика для измерения расстояния до поверхности, решение задачи совмещения такого датчика со сканирующим зондом, изготовление сканирующего зонда, заостренного до субмикро- и наноразмеров, а также разработку датчика касания для повышения скорости подвода зонда к поверхности и калибровки системы в целом.

## **2. БЛИЖНЕПОЛЬНАЯ ЗОНДОВАЯ СКАНИРУЮЩАЯ МИКРОСКОПИЯ И ЕЕ ПРИМЕНЕНИЕ В ТГЦ ДИАПАЗОНЕ**

БЗСМ основывается на взаимодействии электромагнитной волны, падающей на образец, с зондом и/или образцом в области ближнего поля, т. е. когда расстояние между зондом и образцом значительно меньше длины волны излучения. Особенность ближнего поля состоит в том, что оно содержит, помимо компонент плоской волны (как в дальнем поле), эванесцентную волну. При взаимодействии с системой зонд–исследуемый объект эванесцентные волны могут быть преобразованы в распространяющееся поле в виде рассеянного от зонда излучения. Таким образом, информация о субволновых структурах передается в дальнее поле. Пространственное

разрешение, которое достигается в БЗСМ, в отличие от конфокальной микроскопии дальнего поля, превышает дифракционный предел и имеет порядок размера кончика зонда, диаметр которого обычно во много раз меньше длины волны.

Существуют различные экспериментальные реализации БЗСМ. Схемы отличаются тем, каким образом в них создается и измеряется ближнее поле [4], а также типом зонда (апертурные, безапертурные и антенны). Ближнее поле может формироваться и регистрироваться самим зондом, находящимся вблизи объекта. Здесь в качестве зонда может использоваться тонкостенный волновод. Например, в оптическом диапазоне используется оптическое волокно с заостренным концом. В другой ситуации источник и детектор могут располагаться вдали от объекта, т. е. в дальнем поле. Далее будем рассматривать только второй случай, который подходит для нашей задачи, а в качестве зонда – твердотельные металлические узконаправленные головки.

В ТГц диапазоне первые эксперименты по БЗСМ появились совсем недавно [2, 5, 6]. Все они основываются на спектроскопии высокого временного разрешения (Time-Domain spectroscopy) с широкополосными источниками ТГц излучения на основе фемтосекундных лазеров. В данных работах применяется геометрия, в которой объект и близко расположенный зонд освещаются под некоторым углом к плоскости образца сфокусированным ТГц излучением. Рассеянный сигнал из ближнего поля попадает на детектор, расположенный вдали от образца под тем же углом. В качестве зонда использовались вольфрамовые иглы интегрированного атомно-силового микроскопа (АСМ). Острые иглы представляло собой конус с радиусом закругления на конце от 50 нм до 1 мкм. В работе [5] наилучшее пространственное разрешение изображений, получаемых при сканировании объекта с помощью АСМ, составило 150 нм в полосе частот шириной 3 ТГц. В экспериментах по ТГц БЗСМ наблюдался эффект пространственной локализации поля в субволновой области вблизи острия в условиях, когда радиус закругления был значительно меньше длины волны. Данный процесс связывают с антенным эффектом, который хорошо исследован в микроволновом и оптическом диапазонах [5]. Наблюдалось также усиление ТГц поля от внешнего источника на кончике иглы. Это явление объясняют тем, что при малых размерах острия металлического зонда на его поверхности при определенных длинах волн возникают так называемые поверхностные плазмонные резонансы [4].

Эффекты усиления поля в субволновой области заметно повышают сигнал рассеянного излучения, что является существенным достоинством данного метода. Однако из-за того, что размер пятна сфокусированного падающего излучения значительно больше исследуемой наноразмерной области образца, несмотря на усиление, величина полезного сигнала мала. Ситуация усложняется еще и тем, что такой слабый сигнал нужно регистрировать на фоне основного отраженного излучения, для чего применяются различные модуляционные методы совместно с синхронным детектированием. Стоит также отметить, что получение информации о свойствах

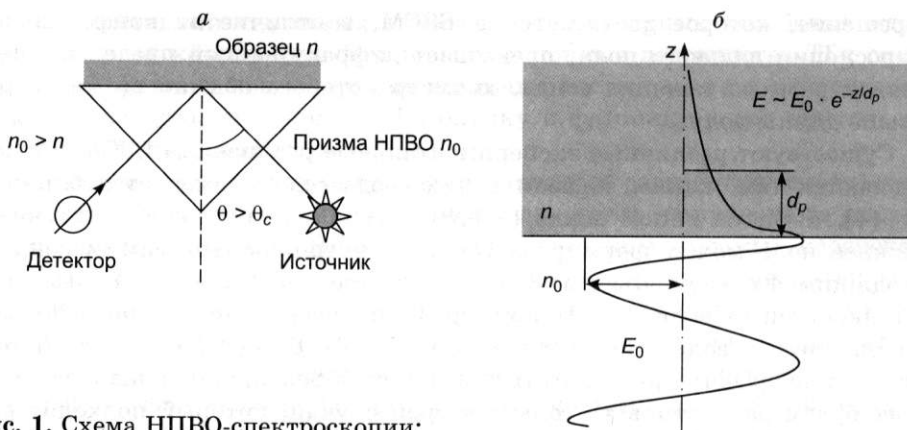


Рис. 1. Схема НПВО-спектроскопии:

*a* – отражение от границы призма–образец при угле падения больше критического; *б* – стоячая волна в призме (внизу) и неоднородная волна в образце, экспоненциально затухающая при увеличении расстояния от границы (сверху).

исследуемого объекта при данной геометрии создания ближнего поля является довольно сложной задачей. Это связано с тем, что при формировании ближнего поля участвуют взаимодействующие между собой зонд и объект [4].

Альтернативным способом создания эванесцентной волны вблизи исследуемого объекта является метод НПВО. Данный метод основан на эффекте полного внутреннего отражения от границы раздела (рис. 1) между элементом\* с высоким показателем преломления  $n_0$  и исследуемой средой с меньшим показателем преломления  $n$  при угле падения больше критического

$$\theta_c = \arcsin(n / n_0).$$

В результате полного внутреннего отражения в более плотной среде образуется стоячая волна, а в менее плотной – неоднородная (эванесцентная) волна, затухающая в направлении, перпендикулярном границе раздела (вдоль оси  $z$ ). Подведя зонд достаточно близко к образцу в области неоднородной волны, мы будем находиться в условиях ближнего поля. Таким образом, при данной геометрии БЗСМ зонд не участвует при создании эванесцентной волны. Это существенно упрощает задачу исследования свойств объекта. Отсутствует также необходимость разделения рассеянного и отраженного сигналов, которое требуется в геометрии зеркального отражения. Как и в предыдущем случае, чтобы повысить интенсивность полезного сигнала в режиме НПВО, можно сфокусировать пучок на поверхность призмы. Однако из-за дифракционного предела область засветки образца падающим излучением по-прежнему будет значительно превышать размер зонда, давая малую интенсивность рассеянного сигнала.

\* Обычно элемент НПВО изготавливают в виде призмы или полуцилиндра. В качестве материалов для ТГц диапазона используют кремний или германий.

При НПВО глубина проникновения  $d_p$  эванесцентной волны в среду имеет размер порядка длины волны излучения:

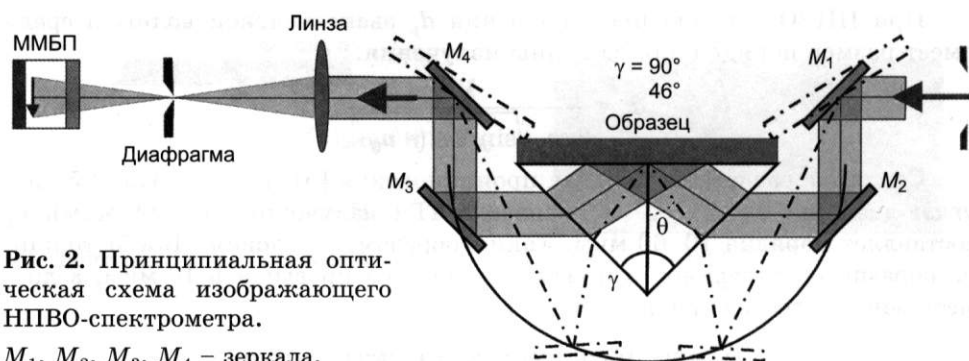
$$d_p = \frac{\lambda}{2\pi n_0 \sqrt{\sin^2 \theta - (n/n_0)^2}}.$$

Согласно расчетам глубины проникновения [5] для  $n = 1.5-2.5$  при углах падения  $\theta = 35-55^\circ$  в диапазоне ТГц излучения (30–300 мкм),  $d_p$  составляет порядка 10–60 мкм. Таким образом, в условиях БЗСМ толщина образца на поверхности призмы не должна превышать 10 мкм, а диаметр зонда – составлять не более 1 мкм.

### 3. ИЗОБРАЖАЮЩИЙ СПЕКТРОМЕТР НАРУШЕННОГО ПОЛНОГО ВНУТРЕННЕГО ОТРАЖЕНИЯ

Если исследуемая среда поглощает излучение данной длины волны, то полное внутреннее отражение «нарушается» и коэффициент отражения становится меньше единицы. На этом принципе основана спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения. Величина коэффициента отражения зависит от угла падения излучения, его поляризации, а также от величин как действительной ( $n$ ), так и мнимой ( $\kappa$ ) частей показателя преломления образца. По измеренным коэффициентам отражения при двух поляризациях и/или двух углах падения можно найти комплексный коэффициент преломления среды. В случае сильно поглощающих объектов с  $\kappa \sim 1$  (соответствует натуральному коэффициенту поглощения  $\sim 10^3 \text{ см}^{-1}$ ) коэффициент отражения остается достаточно большим, так что отраженное излучение может быть измерено простейшими детекторами [7]. Метод НПВО широко используется в терагерцовой спектроскопии и позволяет исследовать вещества с натуральными коэффициентами поглощения от 100 до  $10^4 \text{ см}^{-1}$ . Он имеет особое значение для спектроскопии водосодержащих сред ( $\kappa$  которым относятся почти все биологические объекты), так как вода очень сильно поглощает излучение в ТГц диапазоне.

На основе метода НПВО сравнительно недавно разработан и создан терагерцовый изображающий спектрометр НПВО [8], предназначенный для работы с монохроматичным ТГц излучением Новосибирского ЛСЭ. ЛСЭ генерирует [9] непрерывную последовательность импульсов длительностью около 100 пс, следующих с частотой повторения 5.6 МГц. Длина волны излучения может плавно перестраиваться в интервале от 120 до 240 мкм при относительной ширине линии генерации 0.3–1 %. Пучок на входе на рабочую станцию имеет диаметр порядка 50 мм. Средняя мощность излучения по порядку величины равна 100 Вт. Расходимость излучения равна  $3 \cdot 10^{-3}$  радиана. Недавно запущена вторая очередь ЛСЭ, которая позволяет расширить спектральный диапазон генерации до ~30–40 мкм [1]. Принципиальная схема изображающего НПВО-спектрометра приведена на рис. 2. Центральная часть лазерного пучка вырезается диафрагмой и с помощью системы зеркал направляется на внутреннюю поверхность одной из сменных кремниевых призм с углами при вершине 90 и 46°. Эти призмы обеспечивают изменение угла падения  $\theta$  в диапазоне от 36 до 73° при перемещении зеркал по показанной на рисунке дуге с



**Рис. 2.** Принципиальная оптическая схема изображающего НПВО-спектрометра.

$M_1, M_2, M_3, M_4$  – зеркала.

их одновременным поворотом. Размер рабочей грани кюветы составляет  $40 \times 20$  мм.

Область поверхности раздела призма–образец отображается линзой из ТРХ, прозрачной как в видимом, так и ТГц диапазонах, на чувствительный к ТГц излучению неохлаждаемый матричный микроболометрический приемник (ММБП) на основе оксида ванадия размером  $320 \times 240$  элементов (физический размер матрицы составляет  $16 \times 12$  мм), созданный в Институте физики полупроводников им. А.В. Ржанова СО РАН [10]. Данный приемник имеет скорость записи порядка 20 кадров в секунду, что позволяет обеспечить запись спектрально-селективных изображений в режиме реального времени. Диафрагма, располагающаяся в фокусе линзы, отсекает паразитное излучение, появляющееся из-за многократных отражений внутри призмы. Поскольку в описанной системе на матричный приемник проецируется не рабочая поверхность призмы, а плоскость, перпендикулярная падающему пучку, это приводит к потере резкости изображения. Пути решения этой проблемы рассмотрены в работе [8], а в настоящее время идет работа по модернизации спектрометра. Максимальное разрешение, которое может быть достигнуто на данном спектрометре, определяется дифракционным пределом, т. е. имеет порядок длины волны излучения ( $\sim 100$  мкм).

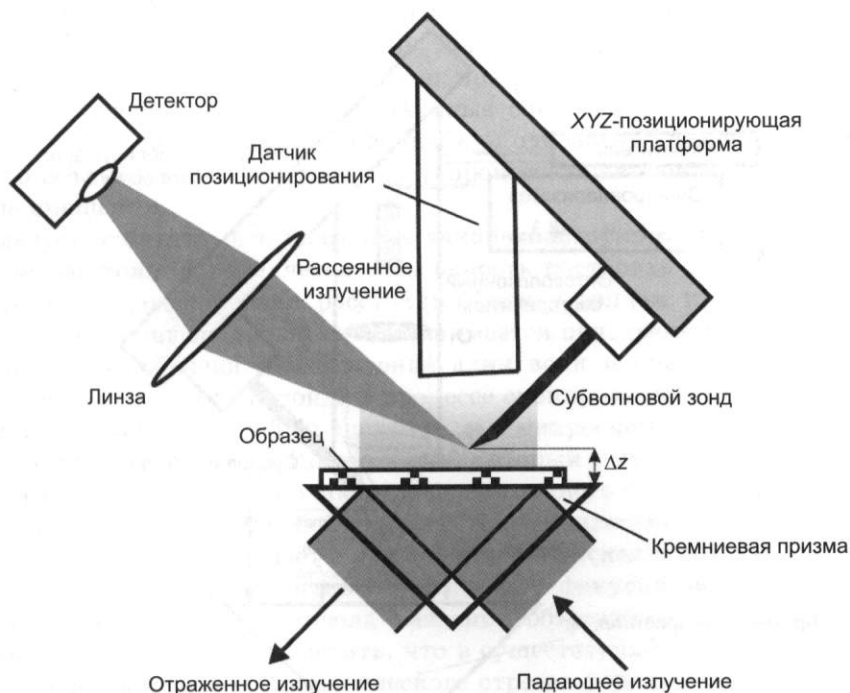
Изображающий НПВО-спектрометр описанной выше конструкции может работать в двух режимах. Если объект статический, то, плавно меняя длину волны излучения лазера и записывая изображение матрицей микроболометров, можно получить серию спектрально-селективных изображений. Повторяя измерения через определенные промежутки времени, можно исследовать медленные изменения свойств объекта.

Второй режим работы позволяет исследовать быстротекущие процессы. В этом случае длина волны лазера фиксируется в диапазоне, в котором коэффициенты отражения излучения от разных элементов (или состояний) объекта сильно отличаются, и последовательные изображения объекта регистрируются матрицей микроболометров в реальном времени. Для демонстрации этого режима работы был выполнен эксперимент по записи «терагерцового видеофильма», регистрирующего процесс растворения капли этанола в воде [8].

#### 4. СОЗДАНИЕ БЛИЖНЕПОЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ ПРИСТАВКИ НА ОСНОВЕ ИЗОБРАЖАЮЩЕГО НПВО-СПЕКТРОМЕТРА И МЕТОДА БЗСМ

Ближнепольная микроскопия в геометрии НПВО, как было отмечено выше, имеет хороший потенциал для реализации в ТГц диапазоне. Поэтому мы решили использовать имеющийся изображающий НПВО-спектрометр в качестве основы для создания сканирующего ТГц БЗСМ. В случае успеха это позволит объединить возможность записи спектрометром спектрально-селективных изображений сравнительно большой области образца (~1 мм) и получение методом сканирования изображений мелких деталей на поверхности объекта. В первом случае максимальное пространственное разрешение определяется дифракционным пределом, т. е. имеет порядок длины волны излучения (~100 мкм), а при сканировании в ближнем поле разрешение имеет порядок размера кончика зонда (~1 мкм и менее).

На рис. 3 представлена общая схема разрабатываемого прибора. Падающее на призму ТГц излучение ЛСЭ при НПВО в области образца создает эванесцентную волну. Зонд планируется разместить с помощью системы позиционирования на расстоянии  $\Delta z$ , много меньше длины волны от поверхности образца. Далее будет регистрироваться излучение, рассеянное от кончика зонда с помощью линзы с большой апертурой (например, лин-



**Рис. 3.** Принципиальная схема изображающего НПВО-спектрометра с функцией сканирующего ближнепольного микроскопа.

Для простоты показана только призма от изображающего спектрометра. Полная схема спектрометра приведена на рис. 2.



зы Френеля). В качестве детектора будет использоваться акустооптический детектор Голея, который среди имеющихся на сегодня у нас приемников является наиболее чувствительным к ТГц излучению.

В следующем разделе подробно рассмотрим предлагаемую авторами конструкцию ближнепольной приставки для НПВО-спектрометра.

### 5. КОНЦЕПЦИЯ ПОСТРОЕНИЯ БЛИЖНЕПОЛЬНОЙ ПРИСТАВКИ ДЛЯ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДА БЛИЖНЕПОЛЬНОЙ ЗОНДОВОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ МИКРОСКОПИИ

На основе обзора различных типов датчиков для высокоточного измерения сверхмалых расстояний до поверхности было предложено использовать конфокальный метод с хроматическим кодированием [11, 12]. Этот метод является наиболее предпочтительным с точки зрения совокупности характеристик (достижимое разрешение, возможность измерения расстояния до наклонных поверхностей, отсутствие механических обратных связей, стоимость разработки и изготовления, массогабаритные характеристики). Датчики на основе этого метода позволяют измерять расстояния до блестящих, окрашенных и прозрачных сред, и в сочетании с XY-сканированием восстанавливать 3D профиль поверхности.

Рассмотрим схему такого датчика в конструкции НПВО-спектрометра (рис. 4).

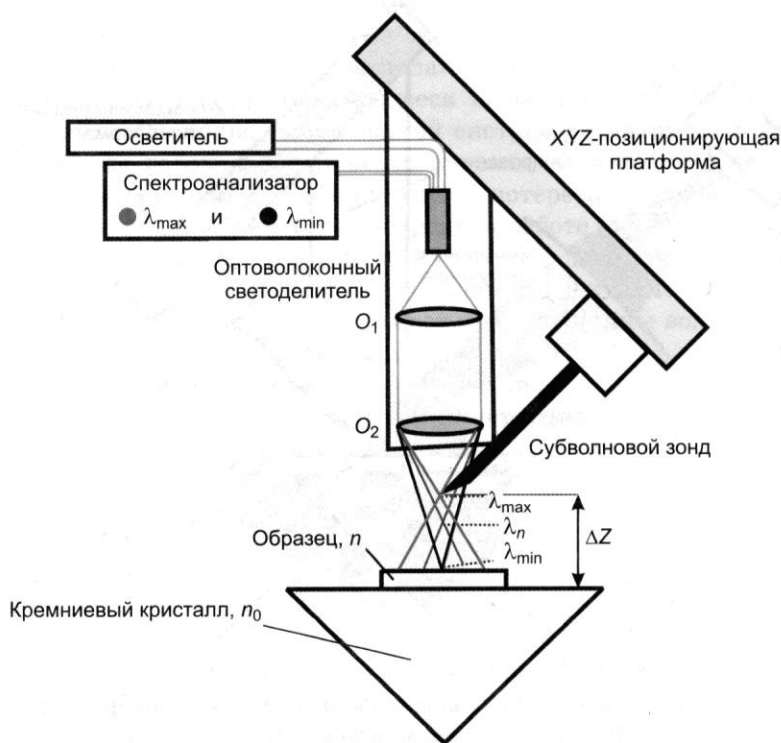


Рис. 4. Геометрия ближнепольной сканирующей приставки в схеме изображающего НПВО-спектрометра.

Датчик расположен на XYZ-позиционирующей платформе на основе пьезоподвижек для прецизионного сканирования поверхности субволновым зондом.

Излучение от источника белого света фокусируется на торец многомодового оптоволоконна и проходит через оптоволоконный светоделитель, расширяется объективом  $O_2$  и фокусируется на образец объективом  $O_1$ . Оптоволоконный светоделитель представляет собой два многомодовых волокна, сваренных вместе, и позволяет объединять или расщеплять световые потоки. Рассеянный свет собирается объективом  $O_1$  и фокусируется объективом  $O_2$  на торец светоделителя, через который излучение попадает на спектроанализатор. Торец светоделителя выполняет роль конфокальной диафрагмы (диаметр 50 мкм), которая блокирует излучение, исходящее из областей исследуемого объекта, не совпадающих с его сечением сопряженной конфокальной плоскостью объектива. Тем самым повышается пространственное разрешение вдоль оси  $Z$ . Для реализации метода хроматического кодирования нами предложено использовать гибридный рефракционно-дифракционный объектив (РД-объектив)  $O_1$ , который позволяет расщеплять падающий поток на хроматические составляющие в измерительном диапазоне  $\Delta Z$ . В зависимости от расстояния между объективом и образцом на поверхности последнего фокусируется свет только с определенной длиной волны  $\lambda_{\min}$  из всего спектрального диапазона  $[\lambda_{\min} \dots \lambda_{\max}]$ . Все другие спектральные компоненты освещают широкую площадь поверхности. Использование конфокального принципа приводит к прохождению на спектроанализатор практически монохроматического света с длиной волны  $\lambda_{\min}$ , все остальные спектральные компоненты из диапазона  $\Delta Z$  отсекаются. Длина волны  $\lambda_{\min}$  однозначно связана с расстоянием до объекта. По изменению  $\lambda_{\min}$  в процессе сканирования судят о величине смещения.

Следует отметить, что благодаря такой конструкции датчика для измерения расстояний появляется возможность построить датчик компараторного типа для контроля расстояния между зондом и поверхностью. В этом случае конфокальный сигнал снимается одновременно и с зонда, и с исследуемого образца. Расхождение длин волн и определит смещение поверхности относительно зонда в процессе сканирования. До сих пор этот прием не применялся и в ТГц системах, и в микроскопии ближнего поля.

Подробнее рассмотрим РД-объектив, который состоит из стандартного микрообъектива ( $40\times$ ,  $f = 4.3$  мм) и дифракционного оптического элемента (ДОЭ). ДОЭ представляет собой фазовую зонную пластинку с окружностями, радиус которых совпадает с радиусами зон Френеля [13]. На ДОЭ лучи дифрагируют, а микрообъектив осуществляет фокусировку (рефракцию) дифрагированных лучей. Отсюда название объектива – дифракционно-рефракционный. Следует отметить, что в существующих зарубежных аналогах для формирования хроматического отрезка используется набор линз из особых стекол, за счет которых объектив имеет увеличенный хроматизм положения. Применив вместо такой комбинации линз ДОЭ, можно существенно упростить конструкцию и уменьшить массогабаритные характеристики конфокального датчика.

РД-объектив был рассчитан в программном пакете ZEMAX. Метод расчета основан на алгоритмах оптимизации параметров оптической системы. В нашем случае оптимизируемыми параметрами являлись коэффициенты полинома, описывающие фазу волнового фронта ДОЭ:

$$\Phi = \sum_{i=1}^N A_i \rho^{2i},$$

где  $N$  – число членов (коэффициентов) ряда;  $A_i$  – коэффициент члена ряда при  $\rho$ ;  $\rho$  – нормированная радиальная координата апертуры поверхности.

В качестве критерия оптимизации было выбрано следующее требование: величина сфокусированного пятна в фокальной плоскости должна быть минимальной для длины волны  $\lambda_{\max} = 650$  нм. Чтобы смоделировать диапазон разложения по длинам волн, задаем фиктивную плоскость на расстоянии  $\Delta Z$  от фокальной плоскости микрообъектива и определяем оператор оптимизации кружка рассеяния на этой поверхности для длины волны  $\lambda_{\min} = 450$  нм из диапазона  $\Delta Z$ . В результате оптимизации получаем значения коэффициентов полинома.

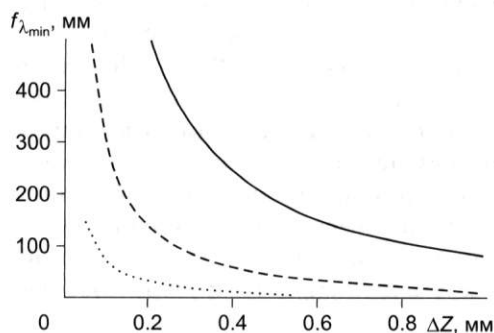
Фокус ДОЭ РД-объектива можно также найти, решая систему уравнений:

$$\begin{cases} \frac{1}{f_m} + \frac{1}{f_{\lambda_{\min}}} = \frac{1}{f}, \\ \frac{1}{f_m} + \frac{1}{f_{\lambda_{\max}}} = \frac{1}{f + \Delta Z}, \end{cases}$$

где  $f_m$  – фокусное расстояние микрообъектива;  $f_{\lambda_{\min}}$  и  $f_{\lambda_{\max}}$  – фокусные расстояния ДОЭ для длин волн  $\lambda_{\min} = 450$  нм и  $\lambda_{\max} = 650$  нм;  $\Delta Z$  – длина хроматического отрезка;  $f$  – фокусное расстояние РД-объектива.

Так как фокусное расстояние фазовой маски определяется формулой  $f_\lambda = \frac{r_n^2}{2n\lambda}$  (где  $r_n$  – радиус  $n$ -й зоны,  $n$  – номер зоны), то  $\frac{f_{\lambda_{\min}}}{f_{\lambda_{\max}}} = \frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}}$ . С учетом последнего выражения формула для нахождения фокусного расстояния ДОЭ примет следующий вид:

$$f_{\lambda_{\min}} = \frac{f_m \lambda_{\min} \sqrt{\left[ 1 + \frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}} + \frac{f_m}{\Delta z} \left( 1 - \frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}} \right) \right]^2 - 4 \frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}} - 1 - \frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}} - \frac{f_m}{\Delta z} \left( 1 - \frac{\lambda_{\max}}{\lambda_{\min}} \right)}}{2\lambda_{\max}}.$$



На рис. 5 приведен график зависимости фокуса ДОЭ от длины хроматической линии. Он показы-

Рис. 5. Зависимость фокусного расстояния ДОЭ от выбранного диапазона измерений  $\Delta Z$  для разных типов микрообъективов:

$10\times$  – сплошная линия,  $20\times$  – штриховая,  $40\times$  – пунктирная.

вает, какое фокусное расстояние ДОЭ необходимо выбрать для данного типа микрообъектива при заданном диапазоне измерений  $\Delta Z$ .

Были рассчитаны и изготовлены два ДОЭ с  $\Delta Z = 100$  и  $200$  мкм.

Для реализации метода хроматического кодирования на выходе датчика необходим спектроанализатор, например спектрометр. Нами предложено вместо спектрометра, в котором длина волны измеряется напрямую, использовать цветную камеру. Это позволит уменьшить себестоимость датчика и в целом упростить его конструкцию. Для этого достаточно сфотографировать изображение конфокального пятна и соответствующим образом его обработать.

Цветное изображение с камеры характеризуется яркостью, координатами цвета и координатами цветности, которые позволяют определить доминирующую длину волны, т. е. такую длину волны, на которой в спектре имеется преобладающее по мощности излучение [14]. Для этого нами усреднялись значения координат цвета  $R$ ,  $G$ , и  $B$  по всем элементам цветного изображения камеры, а найденные средние значения  $\bar{R}$ ,  $\bar{G}$ , и  $\bar{B}$ -компонент переводились в цветовую систему координат  $XYZ$  по следующим формулам [15]:

$$X = 2.7687 \bar{R} + 1.7516 \bar{G} + 1.1301 \bar{B},$$

$$Y = 1.0000 \bar{R} + 4.5904 \bar{G} + 0.0601 \bar{B},$$

$$Z = 0.0000 \bar{R} + 0.0565 \bar{G} + 5.5939 \bar{B}.$$

В данном трехкомпонентном цветовом пространстве положение любого цвета определено двумя координатами цветности  $x_{ob}$ ,  $y_{ob}$ :

$$x_{ob} = \frac{X}{X+Y+Z}, \quad y_{ob} = \frac{Y}{X+Y+Z}.$$

Компонентой  $z_{ob}$  пренебрегают, поскольку ее значение может быть получено из значений двух других координат. Это связано с тем, что между тремя координатами цветности существует линейная зависимость  $x + y + z = 1$ , и для однозначного определения положения цвета достаточно только двух координат  $x$  и  $y$  [15].

Эти координаты дают возможность оценить насыщенность и доминирующую длину волны цвета измеряемого объекта. Насыщенность описывается следующим выражением [15]:

$$N = \frac{\sqrt{(x_{src} - x_{ob})^2 + (y_{src} - y_{ob})^2}}{\sqrt{(x_{src} - W_x)^2 + (y_{src} - W_y)^2}},$$

где  $x_{src}$  и  $y_{src}$  — координаты цветности источника, воспроизводящего условия освещения усредненным дневным светом;  $W_x$  и  $W_y$  — координаты цветности, полученные в точке пересечения цветового локуса с прямой, соединяющей точку источника ( $x_{src}$ ,  $y_{src}$ ) с точкой цвета ( $x_{ob}$ ,  $y_{ob}$ ) измеренного объекта. При цветовых измерениях обычно используют нормализованный источник D65, координаты цветности которого равны:  $x_{D65} = 0.313$ ,  $y_{D65} = 0.329$ .

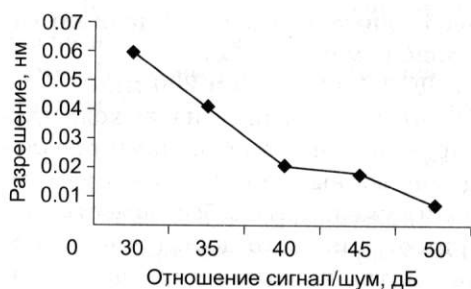


Рис. 6. Спектральное разрешение видеокамеры.

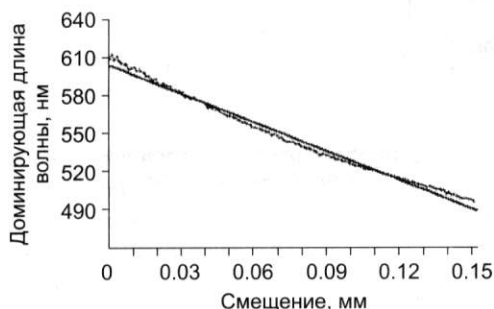
Доминирующая длина волны определяется интерполяцией табличного значения длины волны, в котором каждой  $\lambda$  соответствует определенная точка с координатами цветности на цветовом локусе  $W_x$  и  $W_y$ . На основе этих алгоритмов была разработана программа в среде C++ для апробации метода на макете. Следует отметить, что таким методом не достигается абсолютная точность определения доминирующей длины волны спектрометром. Однако он вполне подходит для сравнительных измерений смещений конфокальным датчиком.

Спектральное разрешение камеры было оценено с помощью компьютерного моделирования шума матрицы. Для этого на изображение фокального пятна накладывался шум, и вычислялась доминирующая длина волны на 20 итерациях. Разница между максимальной и минимальной длиной волны определяла разрешение, которое составило 0.01–0.06 нм при отношении сигнал/шум 30–50 дБ (для рядовых камер) (рис. 6). Таким образом, погрешность измерения, обусловленная шумом камеры, для измерительного диапазона  $\Delta Z = 200$  мкм составляет от 7 до 42 нм.

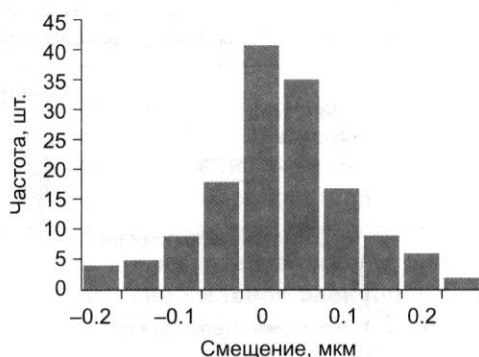
Следует отметить, что ширина спектра, регистрируемого спектроанализатором, напрямую зависит от размера диафрагмы. Расчеты показали, что, например, при размере диафрагмы 10 мкм и размере пятна на камере 10 мкм ширина спектра пропускания 7 нм, а при размере диафрагмы в 50 мкм и размере пятна 50 мкм – порядка 10–15 нм. Для цветной видеокамеры ширина регистрируемого спектра имеет важное значение, так как чувствительность к изменению длины волны колориметрическим методом падает в случае монохроматического потока. Это связано с дефектом цветопередачи, присущим практически всем современным цветным камерам.

## 6. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ПО ИССЛЕДОВАНИЮ ВОЗМОЖНОСТЕЙ КОНФОКАЛЬНОГО ДАТЧИКА НА ОСНОВЕ МЕТОДА ХРОМАТИЧЕСКОГО КОДИРОВАНИЯ

Экспериментальные исследования конфокального метода осуществлялись на макете с использованием в качестве источника галогеновой лампы или белого светодиода, а в качестве спектроанализатора – цветной видеокамеры (TUCSEN, 1.3 Мр). Объект смещался с помощью пьезоподвижек фирмы Physik Instrumente (PI) с шагом 1 мкм и погрешностью позиционирования 0.2 мкм. Данные обрабатывались с помощью разработанного программного обеспечения. На рис. 7 представлен график, показывающий характер изменения длины волны на спектроанализаторе (камере) в зависимости от расстояния до объекта при глубине фокусировки  $\Delta Z = 200$  мкм. При этом насыщенность цвета на данном этапе не оценивалась, поскольку доминирующая длина волны вполне подходит в качестве критерия для



**Рис. 7.** Зависимость доминирующей длины волны, рассчитанной по изображениям с цветной видеокамеры, от смещения поверхности.



**Рис. 8.** Распределение погрешностей измерения смещений цветной камерой.

определения смещений. ДОО для экспериментов были изготовлены на круговой лазерной записывающей системе, разработанной в КТИ НП СО РАН совместно с ИАиЭ СО РАН.

Из графика видно, что зависимость довольно линейная (нелинейность составляет 4 %), а уровень локальных отклонений соответствует погрешности применяемого оборудования.

При этом среднеквадратичное отклонение равно 0.1 мкм (рис. 8), что является достаточным для решения поставленной задачи. В будущем возможно улучшение результата за счет варьирования длины хроматического отрезка и применения специальных алгоритмов обработки цветного изображения.

Результаты эксперимента подтверждают возможность создания ближнепольной приставки на основе конфокального датчика с хроматическим кодированием с чувствительностью к смещениям порядка 1 мкм, которая на порядок выше, чем характерная глубина ближнепольной области.

### 7. РАЗРАБОТКА ДАТЧИКА КАСАНИЯ

Как было описано выше, для построения системы позиционирования зонда над поверхностью образца мы предложили использовать конфокальный датчик с хроматическим кодированием. Он измеряет расстояние  $d$  от образца до своей базовой поверхности. При этом нам необходим датчик, позволяющий определить расстояния  $h$  от конца острия до поверхности в процессе калибровки системы (см. рис. 9).

Мы можем записать  $d = d_0 + h$ , где  $d_0$  – некоторое неизвестное смещение. Зная  $d_0$ , всегда можно найти искомое  $h = d - d_0$  по показаниям  $d$ . Нами был предложен следующий способ нахождения  $d_0$  для калибровки системы. Для этого мы перемещаем сканирующую платформу до тех пор, пока не произойдет касание зонда и поверхности образца. При этом  $h = 0$  и измеренные показания датчика равны искомому неизвестному смеще-

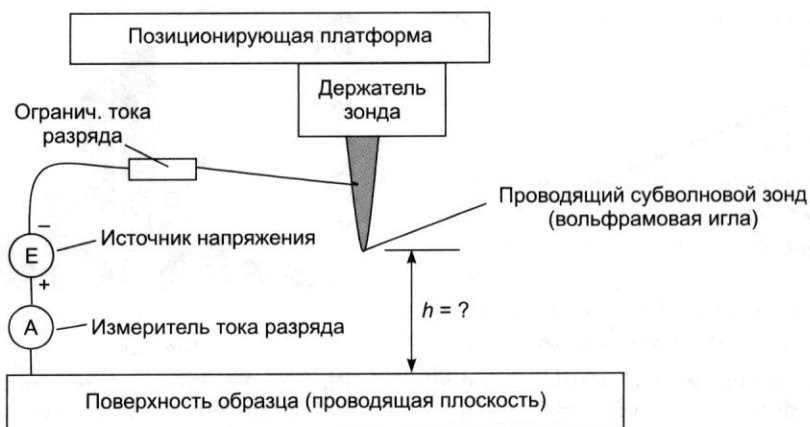


Рис. 9. Блок-схема датчика касания.

нию  $d = d_0$ . По показаниям пьезоподвижек мы фиксируем расстояние, которое прошел зонд до момента касания. Для реализации такого метода калибровки нам необходимо выполнить несколько условий, а именно:

- сделать зонд из материала значительно более твердого, чем поверхность, до которой необходимо коснуться. Тогда кончик зонда сделает в ней вмятину, но сохранит свои геометрические размеры при незначительном углублении в поверхность;
- позиционирование по вертикали должно быть таким, чтобы шаг позиционирования был меньше или сравним с диаметром острия ( $< 1 \text{ мкм}$ ), а углубление в поверхность было незначительным;
- реализовать контактный датчик для определения момента касания острия зонда с поверхностью образца.

В качестве материала для зонда нами был выбран вольфрам. Датчик касания поверхности реализован как электрический контакт проводящего зонда с проводящей поверхностью. Измерение сопротивления при протекающем токе позволило обнаружить момент контакта.

Однако очевидно, что кончик изначально установленного зонда имеет случайное расстояние до поверхности, и чтобы начать процесс приближения и касания зонда, требуется выполнять его медленное приближение к поверхности объекта. Поскольку в каждый текущий момент расстояние от кончика зонда до поверхности неизвестно, то в любой момент мы вправе ожидать касания зондом поверхности, и шаги приближения к ней не могут превысить  $1 \text{ мкм}$ . Следовательно, при типичном начальном положении зонда, устанавливаемом «на глаз» в  $3\text{--}5 \text{ мм}$ , требуется  $3\text{--}5 \text{ тыс.}$  шагов приближения системой позиционирования. Этот процесс может занять значительное время.

Чтобы упростить этот процесс, мы разработали метод определения грубого расстояния между кончиком зонда и проводящей поверхностью. Метод грубого определения расстояния основан на измерении тока коронного разряда, создаваемого кончиком зонда при приложении разности потенциалов между зондом и приближаемой поверхностью. Имеется в виду отри-

цательный коронный разряд, когда отрицательный потенциал приложен к зонду по отношению к поверхности касания. Рисунок 9 иллюстрирует метод.

Рассмотрим качественную картину процесса разряда. Отрицательный потенциал вблизи острия зонда создает электрическое поле высокой интенсивности, которое вырывает электроны из проводящего зонда, ускоряет их под действием поля и создает коронный разряд. Поскольку зонд имеет чрезвычайно малые размеры по сравнению с расстоянием между электродами, то в основном все падение потенциала в пространстве между электродами возникает вблизи зонда, где расположено сильное электрическое поле, позволяющее покинувшему острие электронам ускориться и создавать вторичные электроны благодаря ударной ионизации молекул воздуха. На первый взгляд, процесс генерации ионов в основном зависит от параметров острия, а не от расстояния до объекта.

Однако в результате механизмов отрицательного коронного разряда от острия зонда идет поток отрицательных ионов, и на некотором расстоянии создается отрицательно заряженное облако, которое частично экранирует потенциал, приложенный к острию, и снижает величину электрического поля вблизи. Это создает механизм обратной связи, стабилизирующий величину тока острия.

При приближении острия зонда к проводящей поверхности часть ионного облака при касании с поверхностью мгновенно нейтрализует свое действие и тем самым снижает свой экранирующий эффект, увеличивая ток разряда. В этом случае расстояние от острия до проводящей поверхности начинает играть роль.

Ниже приведены экспериментальные измерения зависимости тока коронного разряда от расстояния между кончиком зонда и поверхностью (рис. 10).

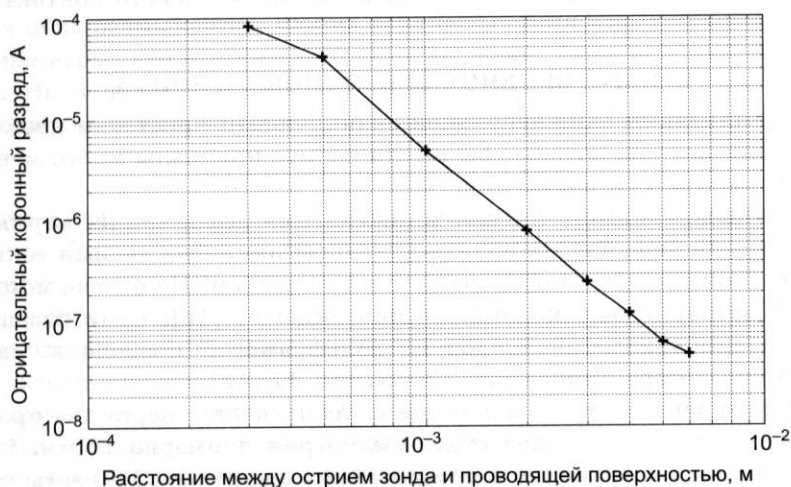


Рис. 10. Зависимость тока отрицательного коронного разряда от расстояния между острием зонда и проводящей поверхностью объекта.



Из экспериментальной зависимости видно, что на расстоянии в 5 мм ток разряда составляет 50 нА, однако на расстоянии в 1 мм до поверхности он вырастает на два порядка и продолжает быстро расти в некоторой степенной зависимости от расстояния (это показывает линейность характеристики тока от расстояния в логарифмической шкале).

Этот эффект дает основание для использования тока коронного разряда в качестве грубого индикатора расстояния до измеряемой поверхности вплоть до расстояний в доли миллиметра.

Дальнейшее приближение зонда к поверхности создает токи разряда, превышающие десятки микроампер, что вызывает тепловой нагрев и разрушение острия, как показали эксперименты под микроскопом.

В будущих экспериментах при продуманном техническом ограничении тока разряда возможно развитие метода для более близких, микронных расстояний и вплоть до касания зондом поверхности.

Если вернуться к методу датчика касания зонда, описанному выше, то теперь грубо, большими шагами ( $>1$  мкм), мы можем приближать кончик зонда к поверхности, пока не достигнем некоторого критического тока разряда, например, соответствующего расстоянию в доли миллиметра. Затем, выключая разряд, мы приближаемся обычным медленным способом, малыми шагами, до появления электрического контакта между зондом и поверхностью. Применение метода в разрабатываемой установке позволяет сделать грубое, субмиллиметровое приближение острия зонда к поверхности и тем самым сократить время, требуемое для точного приближения, с целью выполнения безопасного касания поверхности.

При последующей модификации метода и управляемого ограничения тока или иных параметров коронного разряда возможны дальнейшие исследования зависимости тока для меньших расстояний, вплоть до касания поверхности. Это позволит значительно ускорить процедуру приближения зонда к поверхности и полностью избежать механического контакта между ними.

## 8. ИЗГОТОВЛЕНИЕ СУБВОЛНОВОГО ЗОНДА

Для реализации ближнеполюсной сканирующей приставки необходимо изготовление зондов, которые бы имели радиус кривизны много меньший, чем длина волны ТГц излучения.

Выше было сказано, что для минимизации деформаций острия в момент касания в качестве материала для зонда нами был выбран вольфрам, который к тому же является высокотемпературным. На основе метода химической заточки зондов, детально описанного в [16], нами разработана установка для травления зондов из вольфрамовой проволоки, схема и внешний вид которой приведены ниже (рис. 11, 12).

Вольфрамовая нить закрепляется и пропускается через два проволочных кольца из нержавеющей стали диаметром примерно 10 мм. Кратковременно кольца опускаются в травильный электролит (2М раствор NaOH в воде). После вынимания колец часть электролита удерживается по площади кольца благодаря силам поверхностного натяжения. К кольцам под-

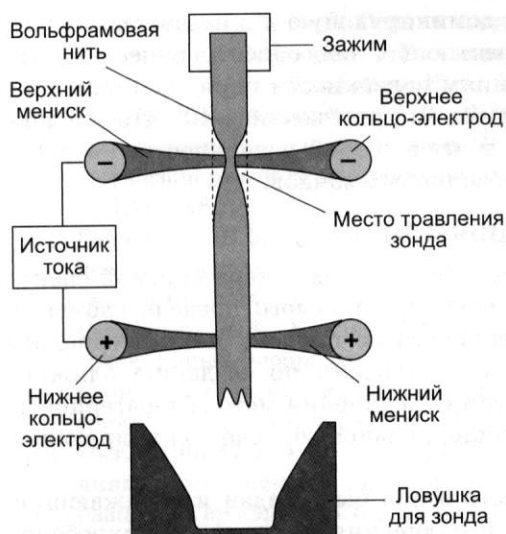


Рис. 11. Установки для травления субволновых зондов из вольфрамовой проволоки.

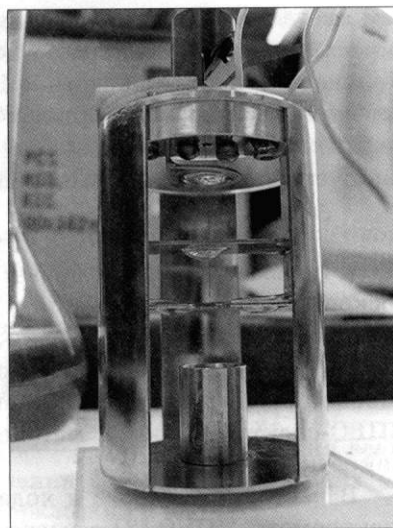


Рис. 12. Внешний вид установки для травления субволновых зондов из вольфрамовой проволоки.

ключается источник постоянного тока с силой тока порядка 10 мА. Тем самым вольфрамовая нить, источник тока, кольца и электролит образуют замкнутую электрическую цепь. При этом в области касания нити и верхнего мениска жидкости происходит травление нити, и она стравливается до тех пор, пока не произойдет обрыв ее нижней части под действием собственного веса. Нижняя часть нити попадает в ловушку, а верхняя часть нити после отделения нижней части перестает травиться, поскольку электрическая цепь размыкается. Форма верхнего острия имеет похожие размеры и параметры, что и у нижнего, и тоже может быть использована в установке. На полученных образцах субволновых зондов получен диаметр острия порядка 0.1 мкм.

## 9. ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ

Таким образом, в данной статье предложена теоретическая модель построения ближнепольной сканирующей приставки для терагерцового НПВО-спектрометра. Планируется использовать конфокальный метод с хроматическим кодированием для сверхточных измерений расстояний до поверхности. Дается обоснование построения приставки компараторного типа на основе конфокального метода, позволяющей совместить датчик и субволновой зонд. Рассчитаны гибридные рефракционно-дифракционные объективы с различной глубиной фокусировки ( $\Delta Z = 100$  и  $200$  мкм).

Проведено программное моделирование и экспериментальная апробация конфокального метода с хроматическим кодированием. Разработано программное обеспечение, позволяющее по значениям  $R$ ,  $G$ ,  $B$  – координа-

там цвета изображения – вычислять доминирующую длину волны. Теоретически оценена спектральная разрешающая способность видеокамеры. Получена чувствительность к смещениям поверхности порядка 1 мкм при глубине фокусировки 100 и 200 мкм для микрообъектива 40 $\times$ . Предложен новый метод быстрого подвода зонда к исследуемой поверхности. Разработано устройство для изготовления субволновых зондов.

## 10. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

С целью разработки новых эффективных методов терагерцовой спектроскопии для исследований с преодолением волнового предела сложных объектов без пробоподготовки, поверхностных пленок, метаматериалов, микро- и наноструктур развернута исследования по созданию ближнепольной сканирующей приставки путем объединения метода терагерцовой НПВО-спектроскопии с методом ближнепольной зондовой сканирующей микроскопии.

В настоящей работе в ходе первого этапа был создан изображающий спектрометр НПВО [8] с регистрацией излучения матричным микроболометрическим приемником, предназначенный для работы с монохроматическим ТГц излучением лазера на свободных электронах. Разработана концепция устройства, обеспечивающего позиционирование сканирующего зонда относительно поверхности рабочего элемента НПВО в области эванесцентной волны с точностью менее 1 мкм. Проведена экспериментальная апробация отдельных узлов ближнепольной сканирующей приставки. Основным направлением дальнейших работ является создание прототипа терагерцового микроскопа. Этот инструмент объединит терагерцовый НПВО-спектрометр и ближнепольную сканирующую приставку на основе конфокального датчика с хроматическим кодированием. С их помощью будут проведены демонстрационные измерения характеристик полупроводников и биологических объектов.

При изготовлении ДОЭ для конфокального датчика было использовано оборудование испытательно-технической лаборатории Центра коллективного пользования по стандартизации СО РАН.

## 11. БЛАГОДАРНОСТИ

Авторы выражают благодарность проф., д.т.н. Ю.В. Чугую, академику РАН Г.Н. Кулипанову и чл.-кор. РАН Н.А. Винокурову за поддержку работы, а также к.ф.-м.н. В.Н. Трухину и д.ф.-м.н. А.О. Голубку за полезные обсуждения и консультации.

## ЛИТЕРАТУРА

- [1]. **Knyazev V.A., Kulipanov G.N., Vinokurov N.A.** Novosibirsk terahertz free electron laser: Instrumentation development and experimental achievements // *Measurement Sci. Technol.* 2010. Vol. 21. 054017. 13 p.
- [2]. **Keilmann F.** Status of THz-to-Visible Nanospectroscopy Development // *J. Biological Physics.* 2003. Vol. 29. P. 195–199.
- [3]. **Миронов В.Л.** Основы сканирующей зондовой микроскопии. Н. Новгород: Ин-т физики микроструктур РАН, 2004.

- [4]. Новотный Л., Хехт Б. Основы нанооптики. М.: Физматлит, 2009. 482 с.
- [5]. Kersting R., Buersegens F.F., Acuna G., Cho G.C. Terahertz near-field microscopy // *Adv. Solid State Phys.* 2008. Vol. 47. P. 203–222.
- [6]. Трухин В.Н., Андрианов А.В., Быков В.А. и др. Взаимодействие терагерцового электромагнитного излучения с системой зонд-объект в терагерцовом безапертурном микроскопе // *Письма в ЖЭТФ.* 2011. Т. 93, вып. 3. С. 134–138.
- [7]. Герасимов В.В., Князев Б.А. Особенности спектроскопии нарушенного полного внутреннего отражения в терагерцовом диапазоне // *Вестн. НГУ. Серия: Физика.* 2008. Т. 4, вып. 4. С. 97–112.
- [8]. Герасимов В.В., Князев Б.А., Черкасский В.С. Получение спектрально-селективных изображений объектов в режиме нарушенного полного внутреннего отражения в реальном времени в видимом и терагерцовом диапазонах // *Оптика и спектроскопия.* 2010. Т. 108, вып. 6. С. 731–737.
- [9]. Пат. 2396547 РФ от 10.08.2010. Способ измерения распределения величины комплексного показателя преломления сильно поглощающих образцов / Герасимов В.В., Князев Б.А., Черкасский С.В.
- [10]. Демьяненко М.А., Есаев Д.Г., Овсяк В.Н., Фомин Б.И., Асеев А.Л., Князев Б.А., Кулипанов Г.Н., Винокуров Н.А. Матричные микроболометрические приемники для инфракрасного и терагерцового диапазонов // *Опт. журн.* 2009. Т. 76, вып. 12. С. 5–11.
- [11]. Pawley J.V. *Handbook of biological confocal microscopy.* N.Y.: Plenum Press, 1995. 632 p.
- [12]. Пат. 5790242 США, МКИ G01C3/08. Chromatic optical ranging sensor / Stern H., Metzger R. Опубл. 04.08.1998.
- [13]. Борн М., Вольф Э. Основы оптики. М.: Наука, 1970. 856 с.
- [14]. Кривошеев М.И., Кустарев А.К. Цветовые измерения. М.: Энергоатомиздат, 1990.
- [15]. Джадд Д.В., Вышецки Г. Цвет в науке и технике. М.: Мир, 1978.
- [16]. Kulawik M., Nowicki M., Thielsch G., Cramer L., Rust H.-P., Freund H.-J., Pearl T.P., Weiss P.S. A double lamellae dropoff etching procedure for tungsten tips attached to tuning fork atomic force microscopy scanning tunneling microscopy sensors // *Rev. Sci. Instrum.* 2003. Vol. 74, No. 2. P. 1027–1030.