

2.7. ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7. СВЕТОВАЯ МИКРОСКОПИЯ: СПЕКТРОМЕТРИЯ

Цель работы: получить практические навыки в области подготовки и исследования оптических параметров прозрачных и полупрозрачных слоев на спектрометре высокого разрешения OceanOptics HR-4000.

Задание по работе

1. Изучить устройство спектрометра HR-4000. Выбрать один из комплектов образцов, предназначенных для проведения измерений.
2. Изучить технические характеристики и принцип работы спектрометра HR-4000.
3. Освоить основы работы с программным обеспечением спектрометра.
4. Провести исследование выбранного комплекта образцов на величину отражения и пропускания.
5. Провести обработку результатов исследований и сделать выводы о спектральных характеристиках выбранного комплекта образцов.

Методические указания по выполнению работы

Структура экспериментального стенда (рис. 2.29) реализована на базе спектрометра HR-4000 фирмы OceanOptics. Основные достоинства: высокая чувствительность; диапазон волн от 220 до 1050 нм; два метода исследования (отражение и пропускание); период квантования измерений от 300 нс до 3 с; ширина входной щели 0,5 мкм, для отсеечения нежелательных гармоник.

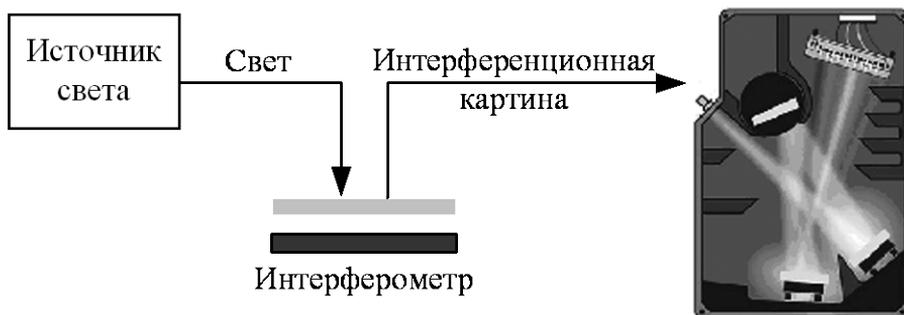


Рис. 2.29. Структура экспериментального стенда

Устройство спектрометра HR-4000. Оптический модуль HR используется в спектрометре HR-2000+ и спектрометре высокого разрешения HR-4000. На

рис. 2.30 показан путь света в симметричной скрещенной схеме Черни–Тернера.

Модуль не содержит подвижных частей, которые могли бы изнашиваться или ломаться. Все выбранные компоненты устанавливаются на свои места во время изготовления прибора. Вам предоставляется возможность выбора всех ключевых компонентов: детектора, входной щели, фильтра и дифракционной решетки. Это позволяет более эффективно оптимизировать спектрометр.

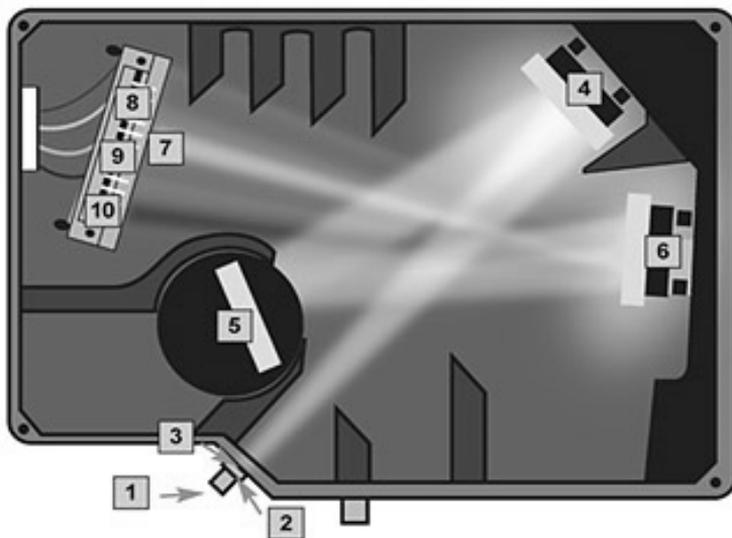


Рис. 2.30. Устройство спектрометра:

- 1 – разъем SMA-905; 2 – фиксированная входная щель; 3 – длинноволновый поглощающий фильтр; 4, 6 – коллимирующее и фокусирующее зеркала; 5 – дифракционная решетка; 7 – собирающая линза детектора L2 или L4; 8 – детектор: ПЗС-линейка с 3648 или 2048 элементами; 9 – переменный фильтр высших порядков OFLV; 10 – окно детектора UV2 или UV4

1. Разъем SMA-905. Прецизионный разъем SMA-905 центрирует оптическое волокно относительно входной щели спектрометра. За отдельную плату, которая включает стоимость оптического разъема и работы, возможна замена стандартного разъема SMA-905 на любой другой по вашему выбору. Можно также заказать адаптеры SMA-ST и SMA-FC. Дополнительную информацию по нестандартным разъемам и адаптерам вы можете получить у специалистов OceanOptics.

2. Фиксированная входная щель. При заказе спектрометра HR-4000 пользователь может выбрать ширину входной щели (табл. 2.1). Входная щель – это прямоугольное отверстие высотой 1 мм и шириной от 5 до 200 мкм, которое определяет количество света, попадающего в оптический модуль, а также влияет на разрешение. Щель наименьшей ширины обеспечивает наилучшее оптическое разрешение. Входная щель является фиксиро-

ванным элементом и может быть заменена только нашими техниками. Вы можете отказаться от установки входной щели; в этом случае размер входной апертуры будет определяться диаметром оптического волокна.

Таблица 2.1

Параметры HR-2000+ и HR-4000

Щель	Размеры (Ш × В)	Разрешение, HR2000+, пиксел	Разрешение HR4000, пиксел
SLIT-5	5 мкм × 1 мм	~ 1,5	~ 2,0
SLIT-10	10 мкм × 1 мм	~ 2,0	~ 3,7
SLIT-25	25 мкм × 1 мм	~ 2,5	~ 4,4
SLIT-50	50 мкм × 1 мм	~ 4,2	~ 7,4
SLIT-100	100 мкм × 1 мм	~ 8,0	~ 14,0
SLIT-200	200 мкм × 1 мм	~ 15,3	~ 26,8

3. Длинноволновый поглощающий фильтр. Дополнительно можно использовать длинноволновый поглощающий фильтр (табл. 2.2), полоса пропускания которого согласована с рабочим диапазоном спектрометра. Излучение с меньшими длинами волн поглощается, что позволяет исключить эффекты, связанные со вторым и третьим порядками дифракции. Фильтр устанавливается между входной щелью и фильтром оболочечных мод в корпусе разъема SMA-905.

Таблица 2.2

Параметры фильтров

Модель фильтра	Пропускание
OF1-WG305	> 305 нм
OF1-GG375	> 375 нм
OF1-GG475	> 475 нм
OF1-OG515	> 515 нм
OF1-OG550	> 550 нм
OF1-OG590	> 590 нм

4. и 6. Коллимирующее и фокусирующее зеркала. Вместо стандартных отражающих зеркал с алюминиевым покрытием могут быть установлены специальные зеркала SAG+, разработанные компанией OceanOptics. Эти зеркала имеют повышенный коэффициент отражения в видимой и ближней ИК-областях спектра, что, в свою очередь, увеличивает чувствительность спектрометра. Зеркала SAG+ часто заказывают для флуоресцентных измерений, поскольку они обладают значительным УФ-поглощением и позволяют ослабить влияние рассеянного возбуждающего излучения. В отличие от типичных зеркал с серебряным покрытием, зеркала SAG+ не подвержены окислению. Они имеют высокий коэффициент отражения: > 95% в видимой и ближней ИК-областях спектра.

5. Дифракционная решетка. Для каждого спектрометра можно выбрать одну из 14 дифракционных решеток. Решетка характеризуется числом штрихов на мм (которое определяет разрешение), спектральным диапазоном и длиной волны блеска (которая определяет наиболее эффективный диапазон).

7. Собирающая линза детектора L2 или L4. Детектор с установленной линзой L4. Эта цилиндрическая линза производства Ocean Optics имеет минимум aberrаций и устанавливается на окне детектора, чтобы сфокусировать свет от высокой щели на более короткие элементы ПЗС-линейки. Это увеличивает эффективность светособирания и уменьшает засветку рассеянным излучением. Использование линзы также полезно в конфигурации с оптическим волокном большого диаметра для применения в условиях низкой освещенности.

8. Детектор: ПЗС-линейка с 3648 или 2048 элементами (табл. 2.3, 2.4). В спектрометре HR-2000+ установлена кремниевая ПЗС-линейка Sony ILX511. В спектрометре высокого разрешения HR-4000, относящегося к следующему поколению, установлена ПЗС-линейка Toshiba TCD1304AP. Она имеет более совершенную электронику по сравнению с линейкой Sony, в частности, содержит программируемый пользователем микроконтроллер. Обе линейки выполнены на кремниевой основе и имеют одинаковый спектральный (200–1100 нм) и динамический (1300:1) диапазоны, однако детектор Toshiba обладает лучшим оптическим разрешением. Чувствительности на единицу площади практически одинаковы. Детектор Toshiba имеет электронный затвор, который позволяет избегать насыщения почти в любой ситуации, что делает возможным анализ быстропротекающих процессов, например лазерных импульсов.

Таблица 2.3

Типы детекторов

Детектор	Описание	Спектрометр
DET4-VIS	Стандартный детектор Toshiba TCD1304AP. Оптимален для работы с длинами волн > 400 нм	HR-4000
DET4-UV	Детектор Toshiba TCD1304AP с окном UV4. Наиболее подходит для работы в УФ-диапазоне	HR-4000
DET4-200-1100	Детектор Toshiba TCD1304AP с переменным фильтром высших порядков OFLV-200-1100 и окном UV4. Используется с дифракционной решеткой HC1	HR-4000
DET2-VIS	Стандартный детектор Sony ILX511. Оптимален для работы с длинами волн > 400 нм	HR-2000+
DET2-UV	Детектор Sony ILX511 с окном UV2. Наиболее подходит для работы в УФ-диапазоне длин волн	HR-2000+

Таблица 2.4

Характеристики детекторов Sony и Toshiba

Характеристики детектора	Sony ILX511	Toshiba TCD1304AP
Спектральный диапазон	200–1100 нм	200–1100 нм
Кол-во пикселей	2048	3648
Размер пикселя	14 × 200 мкм	8 × 200 мкм
Ёмкость пикселя	~ 62 500 электронов	100 000 электронов
Чувствительность	75 фотонов/отсчет на 400 нм; 41 фотон/отсчет на 600 нм	130 фотонов/отсчет на 400 нм; 60 фотонов/отсчет на 600 нм
Максимальная частота оцифровки пикселей	2 МГц	1 МГц

9. Переменный фильтр высших порядков OFLV. Переменный длинноволновый фильтр высших порядков OFLV наносится на окно детектора, чтобы устранить влияние второго и третьего порядков дифракции. Для нанесения фильтра на подложку используется запатентованная технология. Фактически, компания OceanOptics является единственным изготовителем компактных спектрометров, которые обеспечивают «чистые» спектры первого порядка.

10. Окно детектора UV2 или UV4. При заказе детектора с окном UV2 или UV4 стандартное окно из стекла BK7 заменяется на кварцевое, что позволяет улучшить характеристики спектрометра в диапазоне 200–340 нм.

Работа с программным обеспечением спектрометра, проведение измерений

Измерение величины пропускания. Запустите программу *OceanOptics SpectraSuite*. Для получения значений спектра пропускания (в процентном соотношении) выберите пункт меню *File→New→Transmission Measurement*. Откроется окно выбора спектрометра, в нашем случае подключен только один спектрометр. Нажимаем кнопку «далее». В следующем окне (шаг 2) необходимо настроить эквивалентную интенсивность, т. е. если производится эксперимент на пропускание и в качестве образцов используются пленки с напылением на подложке, то необходимо поместить между линзами в стойке материал подложки без нанесения, перевести переключатель в положение «открыто» и нажимая кнопку *Set automatically...* несколько раз, добиться того, чтобы значение *Last Peak Value* располагалось в пределах *Recommended Peak Value*. Когда промежуток будет достигнут, ниже кнопки *Set automatically...* появится надпись «*Recommended integration time acquired*». После этого можно переходить к следующему пункту (к шагу 3). Оставляя заслонку открытой, нажимаем на кнопку с изображением лампочки и получаем эквивалентный белый спектр. Нажимаем кнопку «далее», после чего закрываем заслонку и нажимаем кнопку с изображением лампочки, тем самым получая эквивалентный черный спектр (нулевой, не должен превышать 32 единиц). После чего нажимаем

кнопку *Finish*. При помощи пинцета возьмите образец, можно закрепить на держателе при помощи клейкой ленты. Необходимо, чтобы нанесенный слой был обращен в сторону того оптовода, из которого будет подаваться луч света. Поместите образец на держателе между оптоводами в стойке, убедитесь, что отверстие в держателе находится непосредственно напротив оптоводов. Теперь можно открывать заслонку при помощи переключателя. На экране будет высвечиваться непрерывно изменяющийся график.

Измерение величины отражения. Запустите программу *OceanOptics SpectraSuite*. Для получения значений спектра отражения (в процентном соотношении) выберите пункт меню *File→New→Reflection Measurement*. Откроется окно выбора спектрометра, в нашем случае подключен только один спектрометр. Нажимаем кнопку «далее». В следующем окне (шаг 2) необходимо настроить эквивалентную отраженную интенсивность, т. е. в качестве эквивалентного отражателя необходимо использовать алюминиевое или золотое зеркало. Убедитесь, что «пипетка» закреплена в специальном держателе вертикально, и поместите одно из зеркал, в зависимости от образцов, под отверстие, плотно прижимая, переведите переключатель в положение «открыто» и нажимая кнопку *Set automatically...* несколько раз, добиться того, чтобы значение *Last Peak Value* располагалось в пределах *Recommended Peak Value*. Когда промежуток будет достигнут, ниже кнопки *Set automatically...* появится надпись «*Recommended integration time acquired*». После этого можно переходить к следующему пункту (к шагу 3). Оставляя заслонку открытой, нажимаем на кнопку с изображением лампочки и получаем эквивалентный отраженный белый спектр. Нажимаем кнопку «далее», после чего закрываем заслонку и нажимаем кнопку с изображением лампочки, тем самым получая эквивалентный отраженный черный спектр (нулевой, не должен превышать 40–60 единиц в среднем значении, единичными вертикальными полосами можно пренебречь, можно закрыть отверстие держателя черным непрозрачным предметом). После чего нажимаем кнопку *Finish*. Закрепите «пипетку» в держателе при помощи винта перпендикулярно поверхности. После этого, помещая держатель с «пипеткой» прямо на образец и открывая заслонку, можно получать спектральные характеристики материалов относительно эквивалента.

Обработка полученных результатов

Провести анализ сохраненных спектров. Сравнить оптические характеристики образцов. Сделать вывод об их оптических характеристиках.

Порядок оформления отчета по лабораторной работе

Отчет оформляется в виде журнала лабораторных работ и должен содержать:

1. Краткую теоретическую часть.
2. Схематическое изображение или фотографию спектрометра высокого разрешения OceanOptics HR-4000 с указанием его основных частей.
3. Фотографии или эскизы исследуемых образцов.
4. Обработку результатов исследований.
5. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Состав спектрометра?
2. Основы оптической физики (отражение и преломление света)?
3. Назначение коллимирующего и фокусирующего зеркал?
4. Назначение длинноволнового поглощающего фильтра?
5. Основные отличия измерений величин отражения и пропускания?
6. Возможные помехи и их влияние на результаты измерений?