

УДК 681.785.5:535.312

## ШИРОКОДИАПАЗОННЫЙ МНОГОУГЛОВОЙ АВТОМАТИЗИРОВАННЫЙ СПЕКТРОФОТОМЕТР-РЕФЛЕКТОМЕТР

Галуза А.А.<sup>1</sup>, Галуза А.И.<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Институт электрофизики и радиационных технологий НАН Украины, Харьков, Украина

<sup>2</sup>Физико-технический институт низких температур НАН Украины, Харьков, Украина

E-mail: galuza76@mail.ru, galuza@ilt.kharkov.ua

В работе представлен оригинальный автоматизированный двухканальный спектрофотометр-рефлектометр, позволяющий измерять спектры отражения и пропускания в широком спектральном интервале и при различных углах падения. Приведены теоретическое обоснование оптической схемы и результаты тестирования установки.

**Ключевые слова:** коэффициент отражения, коэффициент пропускания, спектроскопия.

### ВВЕДЕНИЕ

Большинство наших оптических исследовательских лабораторий укомплектованы различными спектрофотометрами (СФ'ы, ИКС'ы, комплексы КСВУ и др.), которые измеряют только спектры пропускания  $T$ , что ограничивает круг объектов исследования слабопоглощающими или тонкопленочными образцами. Измерение коэффициента отражения  $R$  свободно от таких ограничений и к тому же позволяет получить более подробную информацию как о спектре оптических констант  $n$  и  $k$  [1,2], так и о структуре исследуемой поверхности [1,3,4]. Однако оптико-механическая промышленность измерители отражения традиционно выпускает не достаточно, так что исследователи со времен пионеров измерения отражения Е.Хагена и Х.Рубенса (1900 г.) [5] в основном работают на приборах собственной конструкции и изготовления [6]. При этом в классических монографиях по оптике и оптическим измерениям схемы рефлектометров практически не рассматриваются, и найти их можно в основном только в оригинальных статьях.

К недостаткам многих известных схем рефлектометров можно отнести либо наличие преломляющей оптики, что делает их пригодными для измерений только в узком интервале спектра, либо возможность измерений только при нормальном падении света на образец. Точность измерений, как правило, определяется уровнем стабильности источников излучения и регистрирующей системы.

Предлагаемая схема автоматизированного широкодиапазонного спектрального фотометра-рефлектометра (АСФР) может быть реализована как приставка к любому источнику излучения (нами был использован серийный монохроматор МДР-6) и предназначена для измерения спектров пропускания и зеркального отражения в естественном и поляризованном свете (при углах падения от  $\sim 10^\circ$  до  $\sim 80^\circ$ ) в одно- или двухканальном режиме. Широкодиапазонность достигается применением бездисперсионной зеркальной оптики и возможностью

использования сменных источников и приемников излучения. По сравнению с классическими схемами существенно снижены требования к стабильности источников излучения и системы регистрации.

Система управления АСФР является конкретной реализацией универсальной схемы автоматизации эксперимента, описанной детально ранее [7,8], поэтому подробно не рассматривается.

## 1. ОПТИЧЕСКАЯ СХЕМА

Оптическая схема (см. рис.1) содержит, кроме поляризатора, двух приемников света и рассеивающих пластинок перед последними, только отражательные постоянные элементы – это два плоские зеркала и одно сферическое. Это, при использовании набора источников и приемников света, позволяет использовать рефлектометр в широкой области спектра (от УФ излучения  $\sim 190$  нм до ИК  $\sim 3$  мкм и выше) без перефокусировок оптических элементов.

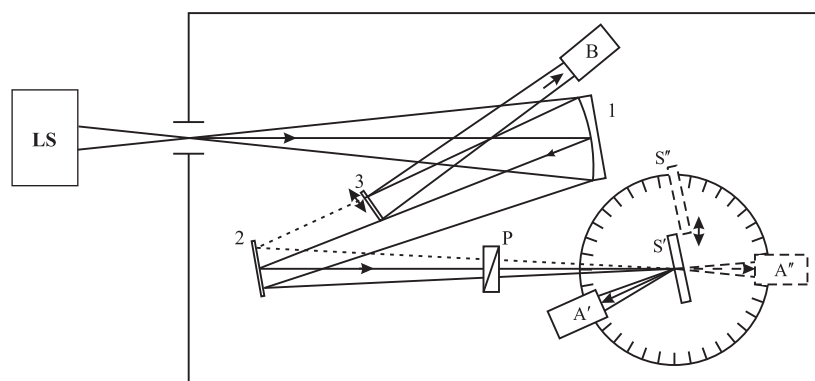


Рис.1. Оптическая схема спектрофотометра-рефлектометра. LS – источник излучения, 1-3 – зеркала, P – поляризатор, S – образец, A и B – фотоприемники.

Пучок света из источника *LS* фокусируется зеркалами *1* и *2* (проходя при необходимости через поляризатор *P*) на образец *S*, отражается (или проходит через него) и попадает на фотоприемник *A*; этим заканчивается первый, измерительный, канал *A*. Фотоприемник *A* поворачивается вокруг точки падения луча на переднюю поверхность образца. Через *A'* обозначен фотоприемник *A* в положении «на отражение», а через *A''* - «на просвет».

Часть сходящегося после зеркала *1* светового потока ахроматически отщепляется плоским зеркалом *3* и направляется на неподвижный фотоприемник *B*, формируя канал сравнения *B*. Перемещением зеркала *3* поперек светового потока, можно регулировать относительное распределение световой энергии между двумя каналами. В предельном случае, когда зеркало *3* выведено из потока, схема становится одноканальной.

## 2. МЕТОДИКА ДВОЙНОГО СКАНИРОВАНИЯ

Обычно в приборах с двухканальными оптическими схемами используется один фотоприемник, на который световые сигналы от обоих каналов подаются поочередно и так же поочередно преобразуются в электронные сигналы  $I_A$  и  $I_B$ , отношение которых дает значение измеряемой величины, т.е. исследуемый участок спектра снимается одним сканированием по длинам волн. При такой методике могут возникать трудно контролируемые погрешности, связанные, в частности, с неполной симметричностью каналов (систематические погрешности, увеличивающиеся с увеличением количества оптических элементов в схеме), а также обусловленные разделением во времени регистрации измерительного и сравнительного сигналов (случайные погрешности, возникающие, в основном от недостаточной стабильности источников света и электрического питания фотоприемника). Погрешности второго типа уменьшаются с увеличением частоты переключения каналов и времени измерения, но при этом сильнее сказывается инерция системы регистрации. Асимметрия каналов устраняется обычно абсолютной калибровкой, т.е. записью дополнительного спектра без образца или с эталонным зеркалом в рабочем канале.

В использованном нами методе «двойного сканирования» перечисленные выше погрешности почти полностью исключаются, хотя оба канала ( $A$  и  $B$  на рис.1) существенно различаются. Кроме того, не нужен тестовый образец и отпадает необходимость в абсолютной калибровке. Такой эффект получается вследствие того, что в нашей схеме измерительный канал фактически состоит из двух альтернативных «подканалов». Подканалы различаются при измерении спектров пропускания только наличием в них образца (подканал  $A'$ ) или его отсутствием (подканал  $A''$ ), а при измерении спектров отражения может еще изменяться и положение фотоприемника  $A$ , определяемое величиной угла падения светового луча на поверхность образца. Измерения в каналах выполняются синхронно, что позволяет компенсировать не только медленные флуктуации (как в классической схеме), но и быстрые.

В результате каждого сканирования рассчитывается спектральная зависимость отношения фотосигналов измерительного канала к каналу сравнения. При первом сканировании в измерительный канал вводятся образец и фотоприемник, при втором – только фотоприемник; канал сравнения не изменяется. В результате получаем:

$$Z' = \frac{I'_A}{I'_B}, \quad Z'' = \frac{I''_A}{I''_B} \quad (1)$$

(здесь и далее зависимость от длины волны света опускаются; величины с одним штрихом относятся к первому сканированию, с двумя – ко второму). При достаточно малых сигналах любая регистрирующая система линейна (пределы линейности зависимостей выходных электрических сигналов  $I$  от интенсивности светового потока  $\Phi$  и от небольших изменений высокого напряжения питания фотоумножителей специально оценивались), что дает основание написать для каналов  $A$  и  $B$ :

$$\begin{aligned} I'_A &= R k'_A \Phi' & I'_B &= k'_B \Phi' \\ I''_A &= k''_A \Phi'' & I''_B &= k''_B \Phi'' \end{aligned} \quad (2)$$

в которых коэффициенты  $k$  (с индексами и штрихами) определяют значения электрических сигналов по световым и зависят: от положения зеркала  $Z$ , делящего световой поток  $\Phi$  между каналами; от взаимного расположения зеркал и фотоприемников в каналах; от отражающей способности зеркал; чувствительности фотоприемников. Т.к. перечисленные параметры при переходе от первого ко второму сканированию сохраняются, не изменяются и соответствующие коэффициенты, т.е.

$$k'_A = k''_A = k_A, \quad k'_B = k''_B = k_B. \quad (3)$$

Теперь, учитывая выражения (2) и (3) можно записать:

$$Z = \frac{Z'}{Z''} = \frac{I'_A I''_B}{I''_A I'_B} = \frac{R k_A \Phi' k_B \Phi''}{k_A \Phi'' k_B \Phi'} = R \quad (4)$$

Т.о. отношение результатов двух сканирований  $Z$  дает значение искомой величины  $R$  и при этом результат в значительной степени (в пределах линейности системы регистрации света) перестает зависеть от стабильности интенсивности света. Это важно при отсутствии качественного стабилизатора для питания ламп накаливания, и принципиально при работе в УФ диапазоне с использованием разрядных ламп, особенно открытого типа. Последние работают на проточном рабочем газе, и их стабильность зависит еще и от равномерности подачи газа и однородности распределения в нем примесей.

Аналогичный анализ влияния уровня пульсаций и нестабильности напряжения питания приемников, показывает, что методика двойного сканирования при питании обоих фотоприемников от одного источника так же заметно снижает требования к стабильности последнего. Естественно, качество измерений при этом может зависеть от «одинаковости» (в широком смысле) приемников. Этот вопрос исследован ниже.

Приведенные достоинства оптической схемы рефлектометра и предложенной методики измерений могут быть особенно полезными для низкотемпературных экспериментов. В этом случае практически невозможно обеспечить идентичность каналов, т.к. в измерительный канал входят, в частности, «холодные» окна криостата, на которых будут осаждаться трудно контролируемые слои влаги и остаточных газов.

### 3. АПРОБАЦИЯ И ТЕСТИРОВАНИЕ

Апробирование АСФР показало, что его характеристики близки к ожидаемым. К сожалению, спектры отражения металлических образцов не позволяют делать выводы об абсолютной точности измерений на основании сравнений со справочными данными, поскольку существенно зависят от целого ряда неконтролируемых факторов [4]. Тем не менее, из рис.2 видно, что экспериментальный спектр отражения молибдена и спектр, рассчитанный по

справочным данным [9] качественно совпадают. Количественные отличия могут быть связаны с рассеянием на шероховатой поверхности образца. Приведенный экспериментальный спектр получен в два этапа: в диапазонах 250 – 400 и 380 – 800 нм в которых использовались разные источники.

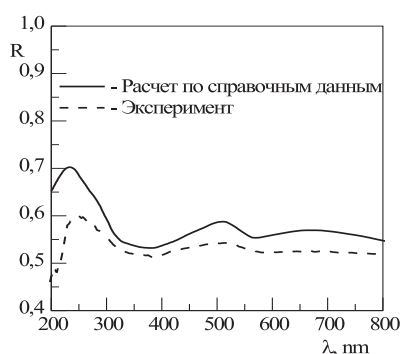


Рис.2. Рассчитанный по оптическим константам и измеренный спектр отражения молибдена.

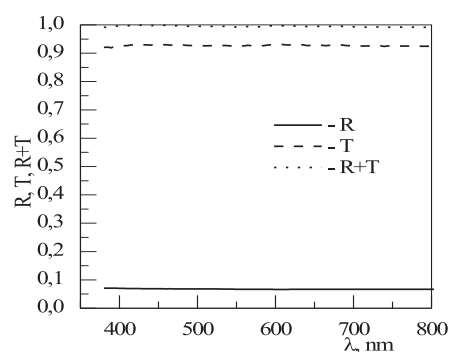


Рис.3. Спектры отражения и пропускания кварцевой пластины и их сумма.

Чтобы оценить погрешность измерения абсолютных значений получаемых результатов без использования справочных данных были измерены спектры отражения  $R(\lambda)$  и пропускания  $T(\lambda)$  пластины плавленного кварца в области его высокой прозрачности. Эти результаты приведены на рис.3; там же приведен график  $R(\lambda) + T(\lambda)$ . Очевидно, последняя сумма в идеальном случае должна равняться «1» во всем спектральном диапазоне. Из графика видно, что для всех значений  $\lambda$  величина  $R + T \geq 0.99$ , что соответствует погрешности  $\sim 1\%$ . Эта ошибка, вероятно, связана не только с несовершенством прибора, но и с рассеянием на поверхности образца.

Рис.4 иллюстрирует слабую зависимость результатов измерений от степени временной стабильности интенсивности источника излучения. Видно, что переход от использования высокостабильного источника постоянного тока для питания лампы накаливания (кривая 1) к отдельным вспышкам (кривая 3) при двойном сканировании изменяет результат не более чем на 1%. Аналогичные зависимости имеют место при флуктуациях источника питания ФЭУ.

Чтобы оценить важность идентичности приемников в каналах А и В, был проведен эксперимент, при котором в разных каналах использовались ФЭУ разных типов с существенно различными характеристиками, но перекрывающимися спектральными интервалами чувствительности. Были выбраны ФЭУ-100 и ФЭУ-71. Из табл.1 видно, что при напряжении 1200 В, на котором приводились измерения, анодная чувствительность ФЭУ-100 на два порядка меньше, чем у ФЭУ-71. Кроме того, напряжение 1200 В для ФЭУ-100 соответствует нижней границе рабочего интервала напряжений, а для ФЭУ-71 - верхней.

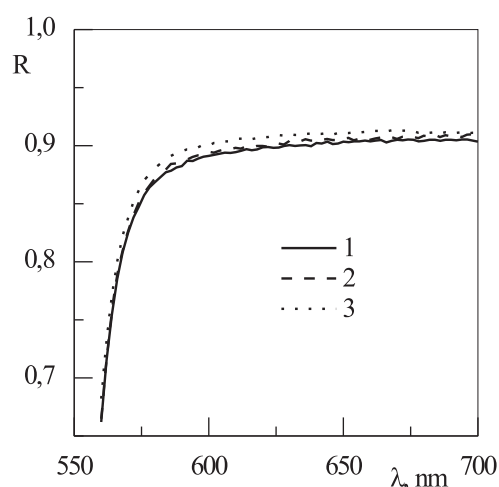


Рис.4. Спектр отражения глухого лазерного зеркала в зависимости от типа источника питания лампы накаливания: 1. стабилизированный источник постоянного тока, 2. трансформатор и городская сеть, 3. то же с однополупериодным выпрямителем.

Таблица 1

Фотоэлектрические параметры фотоприемников ФЭУ-100 и ФЭУ-71 (приведены на основании паспортов ФЭУ). Темновой ток и чувствительность соответствуют рабочему напряжению 1.2 кВ, с которым получены результаты на рис.5.

| Тип ФЭУ | Спектральный интервал, нм | Темновой ток, А | Чувствительность, А/лм |
|---------|---------------------------|-----------------|------------------------|
| ФЭУ-100 | 170÷830                   | $10^{-10}$      | 10                     |
| ФЭУ-71  | 160÷600                   | $10^{-7}$       | 1000                   |

На рис.5 показаны результаты измерения пропускания оптического стекла ПС7 для пар приемников ФЭУ-100/ФЭУ-100 и ФЭУ-100/ФЭУ-71. Видно, что результаты практически совпадают во всем спектральном диапазоне. Незначительные отличия (<3%) наблюдаются только в области высокого пропускания, т.е., при больших сигналах. Последнее может быть связано с тем, что оба приемника работали при предельных напряжениях, и могли возникнуть нелинейные эффекты. Использование же пар приемников одного типа дают результаты, совпадающие с точностью выше 1%. Т.е., можно сделать вывод, что подбор двух экземпляров с близкими значениями параметров и даже одинакового типа приемников не обязателен (хотя желателен).

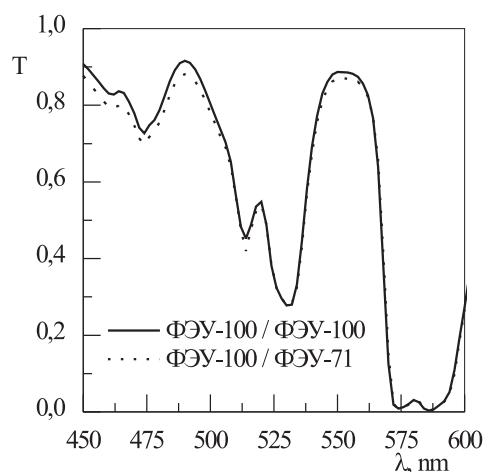


Рис.5.Спектры пропускания оптического стекла ПС7 для двух комбинаций приемников в первом и втором каналах.

Таким образом, проведенное тестирование приводит к выводу, что созданный спектрофотометр-рефлектометр позволяет измерять спектры отражения и пропускания с точностью выше 1%. Такая точность близка к точности стандартных установок. Это на наш взгляд является несомненным достоинством предлагаемой схемы, поскольку она была реализована в лабораторных условиях и ее точность может быть повышена при изготовлении в условиях оптического производства. Еще одним путем повышения точности может быть использование модулированного излучения с последующим синхронным детектированием. Синхронное детектирование не потребует никаких изменений в оптической схеме (изменится только схема регистрации), поэтому в настоящей работе не использовалось, чтобы исследовать оптическую схему в простейшем виде, без привнесения эффектов, связанных с работой синхронных детекторов.

## ВЫВОДЫ

Таким образом, разработана и реализована оригинальная схема простого автоматизированного двухканального широкодиапазонного спектрофотометра-рефлектометра, позволяющего выполнять многоугловые спектральные измерения зеркального отражения и пропускания. Выполнена аттестация созданного прибора. Показано, что использование второго параллельного канала в рамках разработанной методики двойного сканирования существенно уменьшает влияние пульсаций источника света и нестабильность питания фотоприемника на точность измерений.

**Список литературы**

1. Кизель В.А. Отражение света. – М.: Наука, 1973. – 351 с.
2. Соболев В.В., Алексеева С.А., Донецких В.И. Расчеты оптических функций полупроводников по соотношениям Крамерса-Кронига. – Кишинев: Штиинца, 1976. – 123 с.
3. Галуза А.И., Безносков А.Б. Оптические функции модели Друде: трансформация спектров в широком интервале значений параметров // Физика низких температур. – 2001. – Т.27, №3. – С. 294 – 308.
4. Комраков Б.М., Шапочкин Б.А. Измерение параметров оптических покрытий. – М.: Машиностроение, 1986. – 136 с.
5. Шумская Н.И. Определитель рудных металлов по спектральным кривым отражения. – Л.: Недра, 1985. – 231 с.
6. Конашенок В.Н., Романова Н.В. Оптический рефлектометр зеркального отражения // Оптический журнал. – 1994. - №10. – С. 71-73.
7. Галуза А.А., Кудленко А.Д., Слатин К.А. и др. Система автоматизации криогенного спектрального эллисометра // Приборы и техника эксперимента. - 2003. - №4. - С. 98 - 101.
8. Власенко А.С., Галуза А.А., Захарченко А.Я. Программное обеспечение универсальной системы автоматизации эксперимента // Радиоэлектроника и информатика. - 2006. - №4. - С. 52-56.
9. Palik E. Handbook of Optical Constants of Solids, Academic Press, Inc., NY, 1985

**Галуза О.А., Галуза А.И. Широкодіапазонний багатокутковий автоматизований спектрофотометр-рефлектометр** // Учені записки Таврійського національного університету ім. В. І. Вернадського. – 2008. – Серія «Фізика». - Т. 21 (60). - № 1. - С. 19-26.

В роботі представлено оригінальний автоматизований двуканальний спектрофотометр-рефлектометр, що дозволяє вимірювати спектри відбиття та пропускання у широкому спектральному інтервалі при різних кутах падіння. Наведено теоретичне обґрунтування оптичної схеми і результати тестування.

**Ключевые слова:** коефіцієнт відбиття, коефіцієнт пропускання, спектроскопія.

**Galuza A.A., Galuza A.I. Wide-range multiangle automated spectrophotometer- reflectometer** // Uchenye zapiski Tavricheskogo Natsionalnogo Universiteta im. V.I. Vernadskogo. – 2008. – Series «Fizika». – V. 21 (60). - № 1. – P. 19-26.

The paper presents original automated double-channel spectrophotometer-reflectometer that allows to measure reflectance and transmission spectrums within wide spectral range at arbitrary incidence angles. Theoretical justification of the optical arrangement and thorough experimental testing results are given.

**Keywords:** reflection coefficient, transmission coefficient, spectroscopy

*Поступила в редакцию 05.03.2008 г*