



Głowica detekcyjna do pomiaru energii promieniowania optycznego na potrzeby mikroskopii

JANUSZ MIKOŁAJCZYK

Wojskowa Akademia Techniczna, Instytut Optoelektroniki,
00-908 Warszawa, ul. S. Kaliskiego 2

Streszczenie. W artykule przedstawiono projekt i wyniki badań parametrów dwuwidmowej głowicy detekcyjnej przeznaczonej do pomiaru energii promieniowania w zakresie długości fal od 2 nm do 4 nm. Ze względu na specyfikę tego promieniowania w głowicy zdecydowano się zastosować dwa tory pomiarowe wyposażone w różne filtry absorpcyjne. Dzięki odpowiedniemu doborowi charakterystyk transmisyjnych tych filtrów i ich skorelowaniu uzyskano możliwość pomiaru energii promieniowania w rozpatrywanym zakresie długości fal.

Słowa kluczowe: detekcja sygnałów optycznych, mikroskopia zakresu okna wodnego, wzmacniacz ładunkowy, promieniowanie optyczne — pomiar energii

Symbole UKD: 535.2

Wstęp

Promieniowanie z zakresu miękkiego promieniowania X znalazło zastosowanie w wielu dziedzinach nauki i przemysłu. W praktyce można przyjąć, że wypełnia ono lukę między mikroskopią optyczną a elektronową [1, 2, 3]. Jest przydatne m.in. w diagnostyce komórek i tkanek biologicznych. Istotnym wymogiem tej technologii jest możliwość obserwacji komórek o rozmiarach rzędu 20-40 nm, a nawet mniejszych, np. 10 nm dla struktur DNA. Obecnie stosowane technologie mają albo ograniczoną zdolność rozdzielczą zobrazowania lub też wymagają odpowiedniego przygotowania badanej próbki. W przypadku zastosowania promieniowania z zakresu tzw. okna wodnego, tj. (2-4) nm powyższe zjawiska zostają zminimalizowane.

Mikroskopia zakresu „okna wodnego” była już stosowana wiele lat temu przy użyciu promieniowania synchrotronowego. Otrzymane rezultaty były bardzo

obiecujące. Dalsze badania zostały jednak na pewien czas zawieszono ze względu na brak odpowiednich, mniej skomplikowanych źródeł promieniowania. Obecnie na świecie dąży się do konstrukcji kompaktowych źródeł o optymalnej efektywności energetycznej. Badania prowadzone nad tymi źródłami wymagały równocześnie opracowania przyrządów do monitorowania ich pracy. Analiza stanu wiedzy wykazała, że brakuje obecnie na rynku odpowiednich przyrządów pomiarowych. W artykule przedstawiono opracowany w Instytucie Optoelektroniki WAT projekt dwuwidmowej głowicy detekcyjnej, która służy do pomiaru energii promieniowania z zakresu „okna wodnego”.

Głowica detekcyjna

Układ detekcyjny powinien zapewnić pomiar energii promieniowania w określonym zakresie i w założonym przedziale długości fal. Zakres widmowy mierzonego promieniowania jest kształtowany za pomocą filtrów optycznych. Mogą to być np. filtry absorpcyjne, zwierciadła wielowarstwowe, soczewki Fresnela itd. O zakresie oraz dokładności pomiarów decyduje układ detektor-przedwzmacniacz.

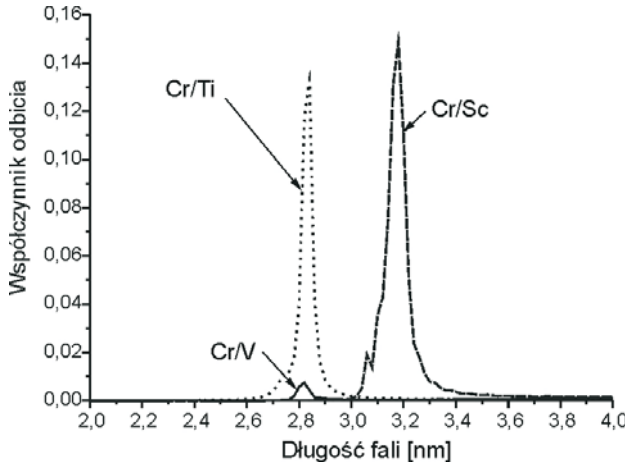
Blok filtrów

Analiza literatury oraz kontakty z czołowymi ośrodkami zajmującymi się technologią promieniowania z zakresu okna wodnego wykazały, że do kształtowania charakterystyki widmowej głowicy należy zastosować zwierciadła wielowarstwowe lub też filtry absorpcyjne. Wraz z naukowcami z Instytutu Fraunhoffera przeprowadzono symulacje komputerowe doboru optymalnej konstrukcji zwierciadła wielowarstwowego, w celu uzyskania maksymalnego współczynnika odbicia dla zadanego zakresu długości fal.

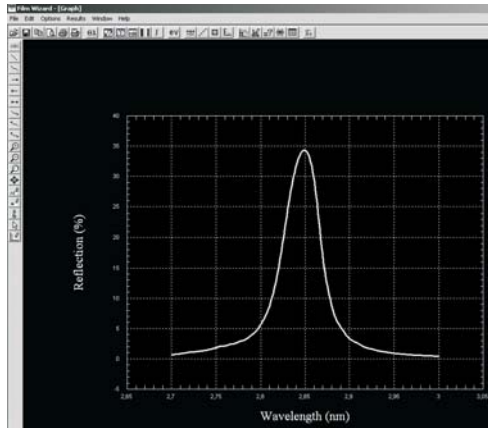
W analizach tych rozpatrzono trzy rodzaje zwierciadeł: Cr/Sc, Cr/V oraz Cr/Ti [4]. Na rysunku 1 przedstawiono charakterystyki współczynnika odbicia powyższych elementów.

Wytypowano dwa układy zwierciadeł, które następnie zostały przeanalizowane, za pomocą specjalistycznego oprogramowania, w Instytucie Fraunhoffera. Oprogramowanie to umożliwiło uwzględnienie technologicznych możliwości wykonania proponowanych zwierciadeł. Z przeprowadzonych symulacji wynika, że lepsze właściwości w procesie produkcji zwierciadła można otrzymać dla warstw Cr/Ti. Dla przyjętych optymalnych parametrów struktury, tzn. okresu warstw = 4,236 nm, ilości warstw = 150, kąta padania 70°, określono charakterystykę współczynnika odbicia (rys. 2).

Analizowane zwierciadło charakteryzuje się dużą selektywnością charakterystyki współczynnika odbicia. Nie jest to właściwość korzystna w przypadku projektu sys-



Rys. 1. Charakterystyki współczynnika odbicia analizowanych zwierciadeł [5]

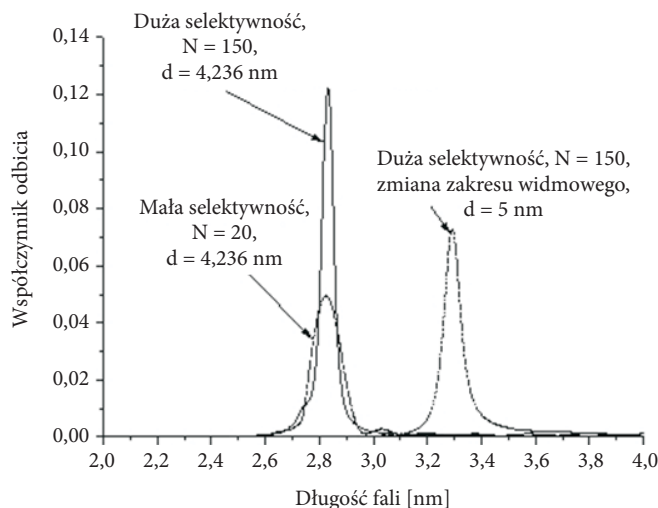


Rys. 2. Charakterystyka współczynnika odbicia zwierciadła Cr/Ti [6]

temu detekcyjnego przeznaczonego do oceny efektywności źródeł promieniowania emitujących w zakresie okna wodnego. Powyższe charakterystyki mogą pokrywać jedynie znikome obszary tego zakresu.

Przeprowadzono zatem kolejne symulacje komputerowe, które miały na celu wykazanie możliwości zmniejszenia selektywności zwierciadła. Zwykle odbywa się to poprzez zmniejszenie ilości warstw dielektrycznych. Na rysunku 3 przedstawiono uzyskane rezultaty.

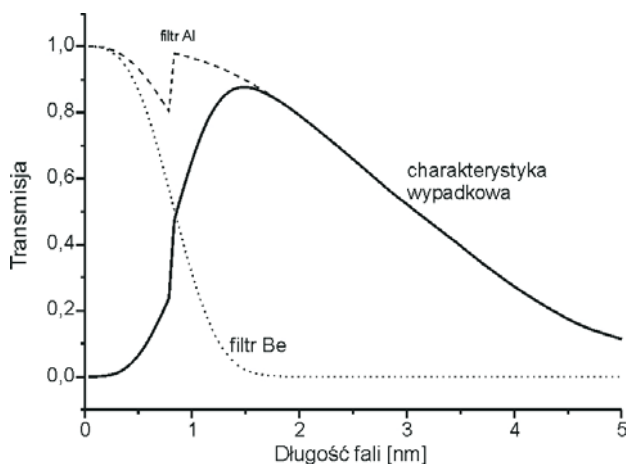
Efekt zmniejszenia ilości warstw zwierciadła nie wpływa znacznie na poszerzenie charakterystyki współczynnika odbicia, a powoduje jego spadek. Zwierciadło to może być stosowane jedynie w przypadku źródeł o znanej charakterystyce



Rys. 3. Charakterystyka współczynnika odbicia zwierciadła Cr/Ti dla różnych jego parametrów konstrukcyjnych

widmowej promieniowania. Istnieje jednak możliwość zmiany długości fali, dla której występuje maksimum tej charakterystyki. Właściwość ta może być stosowana np. do układu detekcyjnego, który umożliwi porównanie konkretnych linii emisyjnych źródeł stosowanych w mikroskopii. Wymaga to jednak zastosowania co najmniej dwóch zwierciadeł, co znacznie rozbudowuje konstrukcję i podwyższa koszty takiego urządzenia. Z tego też względu zrezygnowano z układu optycznego wykorzystującego dwa zwierciadła i przeanalizowano możliwość zastosowania absorpcyjnych filtrów optycznych.

Analizę dostępnych filtrów absorpcyjnych przeprowadzono we współpracy z firmą International Radiation Detectors Inc. oraz Lebow Company. W praktyce, nie jest możliwe opracowanie i wykonanie filtru absorpcyjnego o selektywnej charakterystyce współczynnika transmisji T_{filtr} w rozpatrywanym zakresie długości fal. Dlatego też zdecydowano się zaprojektować dwa tory detekcyjne pracujące w różnych zakresach długości fal. W jednym z torów mierzone byłoby promieniowanie o długości fali np. poniżej 1,5 nm, natomiast w drugim promieniowanie np. do 4 nm. Na podstawie pomiarów sygnałów w obu torach można byłoby poprzez porównanie określić natężenie promieniowania w zakresie okna wodnego. Przeprowadzono symulacje komputerowe współczynnika transmisji możliwych do zastosowania materiałów. Wyniki tych symulacji pokazały, że optymalną kombinacją filtrów będzie układ filtru berylowego o grubości 20 μm oraz filtru aluminiowego o grubości 0,2 μm . Charakterystyki współczynnika transmisji powyższych filtrów przedstawiono na rysunku 4.



Rys. 4. Charakterystyki współczynnika transmisji analizowanych filtrów absorpcyjnych

Na podstawie przeprowadzonej analizy zdecydowano się zastosować zestaw ww. dwóch filtrów absorpcyjnych. Konstrukcja ta zapewni pomiar energii promieniowania w zasadzie w całym rozpatrywanym przedziale długości fal, uprości konstrukcję mechaniczną przyrządu oraz znacząco wpłynie na zmniejszenie kosztów jego wykonania.

Detektor

Detektor jest elementem, który wpływa na parametry użytkowe przyrządu. Jego właściwości decydują m.in. o czułości przyrządu, jego zakresie poprawnego działania oraz parametrach czasowo-częstotliwościowych. Do detekcji promieniowania z zakresu okna wodnego stosuje się najczęściej fotodiody krzemowe. W tym zakresie widmowym charakteryzują się one prawie 100% wydajnością kwantową. Firma IRD Inc. specjalizuje się w wytwarzaniu fotodiód krzemowych, których charakterystyka czułości dopasowana jest do zadanych zakresów długości fal. W głowicy detekcyjnej zastosowano fotodiody serii AXUV 100. Są to elementy, które nie mają na swojej powierzchni żadnej warstwy filtracyjnej.

Istotnym badaniem w ocenie parametrów głowicy detekcyjnej jest określenie czułości detektora. W Instytucie Optoelektroniki WAT zostało skonstruowane specjalne stanowisko do badań czułości widmowej detektorów z zakresu ultrafioletu i miękkiego promieniowania X [7]. Przeprowadzone badania czułości widmowej dostępnych detektorów serii AXUV 100 wykazały, że charakteryzują się one czułością $R_{det} = 0,24 \text{ A/W}$.

Przedwzmacniacz

Sygnał wyjściowy z detektora jest wzmacniany w przedwzmacniaczu. Do współpracy z fotodiodami najczęściej są stosowane przedwzmacniacze napięciowe, transimpedancyjne lub ładunkowe (całkujące). Ze względu na procedury wyznaczania ładunku w głowicy zastosowano przedwzmacniacz całkujący. Do głównych jego parametrów należy zaliczyć czułość ładunkową k_q i ładunek równoważny szumom ENC . Parametr ENC może być odniesiony do energii promieniowania padającego na powierzchnię detektora. Niezwykle ważny jest dobór elementów stopnia wejściowego fotoodbiornika. Dobór ten miał na celu uzyskanie maksymalnego stosunku sygnału do szumu oraz właściwej charakterystyki częstotliwościowej. W układach tych, przy dużej częstotliwości powtarzania impulsów, może wystąpić zjawisko przeciągania. W tym przypadku amplituda napięcia na wyjściu przedwzmacniacza nie będzie proporcjonalna do ładunku wytwarzanego w fotodetektorze. Powinna być ona na tyle mała, aby po każdym impulsie sygnał mógł powrócić do poziomu początkowego, a zarazem odpowiednio duża, aby wyeliminować możliwość wystąpienia efektu przeciągania.

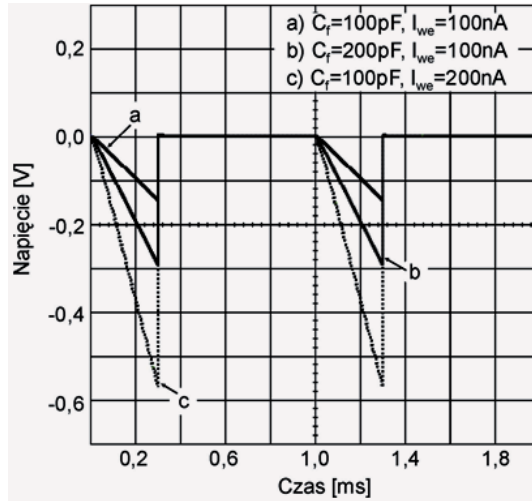
Opracowany stopień wejściowy głowicy detekcyjnej składa się z dwukanałowego wzmacniacza ładunkowego z kluczowaniem pojemności ACF 2101 firmy Burr-Brown.

Symulacje komputerowe

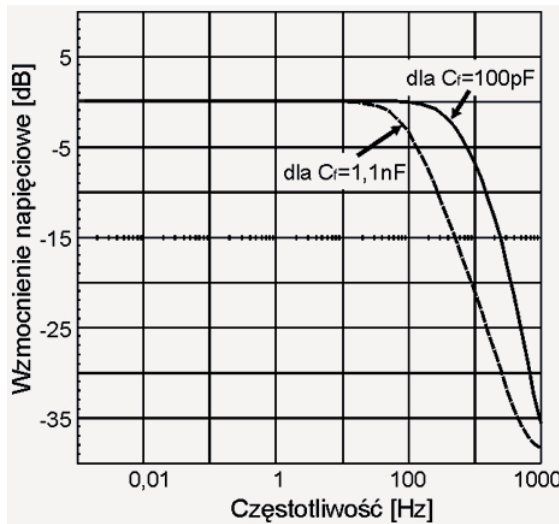
Symulacje komputerowe stopnia wejściowego fotoodbiornika przeprowadzono przy użyciu oprogramowania ICAP4. Szczególną uwagę zwrócono na wpływ parametrów detektora na osiągi toru detekcyjnego. Symulacje te wykazały, że zmiana pojemności detektora w zakresie od 100 pF do 10 μ F nie wpływa na poprawność pracy układu [8]. Na rysunku 5 przedstawiono zależność napięcia wyjściowego wzmacniacza w funkcji czasu, dla różnych wartości pojemności całkującej.

Czas ładowania pojemności C_f zależy od wartości prądu wejściowego wzmacniacza, jego pojemności wejściowej oraz maksymalnej szybkości narastania odpowiedzi na jego wyjściu. Zatem bezwzględna wartość pojemności C_f powinna być o znacznej wartości w stosunku do przyjętego prądu wejściowego.

Badania charakterystyk częstotliwościowych wykazały, że przedwzmacniacz ma pasmo przenoszenia 500 kHz. Zastosowanie dodatkowej pojemności zewnętrznej powoduje zawężenie tego pasma (rys. 6).



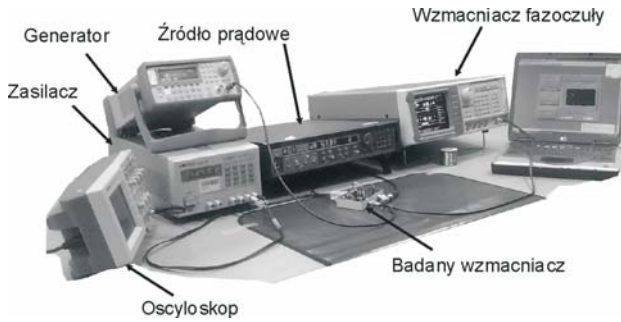
Rys. 5. Napięcie wyjściowe wzmacniacza dla różnych wartości pojemności całkującej



Rys. 6. Charakterystyka częstotliwościowa wzmacniacza dla dwóch wartości pojemności całkującej

Pomiary laboratoryjne

Pomiary laboratoryjne stopnia wejściowego głowicy detekcyjnej miały na celu określenie jego czułości ładunkowej, pasma przenoszenia oraz charakterystyki gęstości widmowej napięcia szumów. Charakterystyka szumowa w tym przypadku określa wartość progową energii promieniowania, którą można zmierzyć przy użyciu głowicy. Fotografię stanowiska laboratoryjnego przedstawiono na rysunku 7.



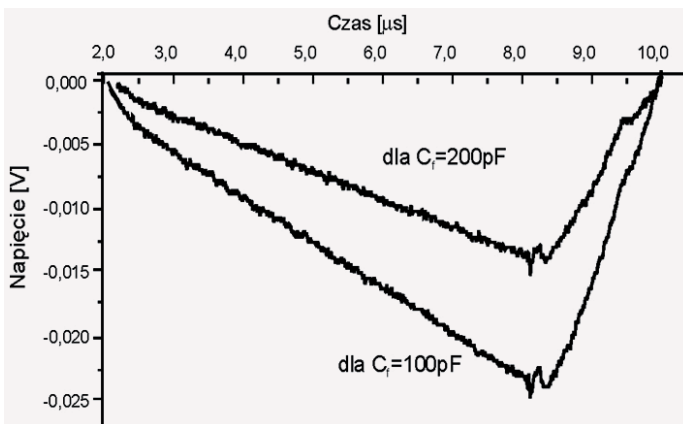
Rys. 7. Widok stanowiska laboratoryjnego

W badaniach czułości widmowej stopnia wejściowego głowicy detekcyjnej zastosowano źródło prądowe Keithley 236 oraz generator Agilent 33220A. Charakterystykę szumową wyznaczono przy użyciu wzmacniacza fazoczułego SR 850.

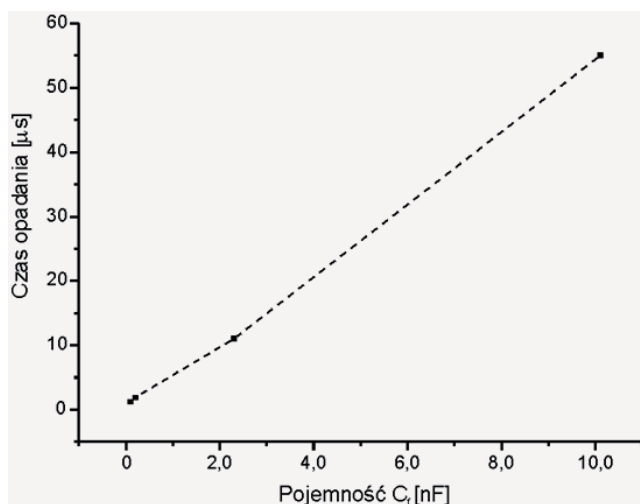
Pomiar parametrów czasowo-częstotliwościowych

Pomiary parametrów czasowo-częstotliwościowych w głównej mierze dotyczyły określenia wpływu zmian pojemności całkowitej na kształt przebiegu napięcia wyjściowego. Na rysunku 8 przedstawiono wybrane przebiegi sygnału napięciowego otrzymanego z wyjścia układu.

Badania wykazały, że wraz ze wzrostem pojemności C_f następuje równoczesny wzrost czasu opadania sygnału (*RESET-ON*). Zmierzone wartości czasu opadania zachowują liniową zależność w funkcji wartości tej pojemności (rys. 9).



Rys. 8. Przebiegi czasowe sygnału wyjściowego układu dla dwóch wartości pojemności całkowitej



Rys. 9. Zależność czasu opadania od wartości pojemności całkowitej

Maksymalną częstotliwość pracy wynoszącą 97 kHz otrzymano dla pojemności wewnętrznej układu ACF2102 równej 100 pF. Powyżej tej wartości sygnały wyjściowe zaczynają się nakładać i rośnie składowa stała.

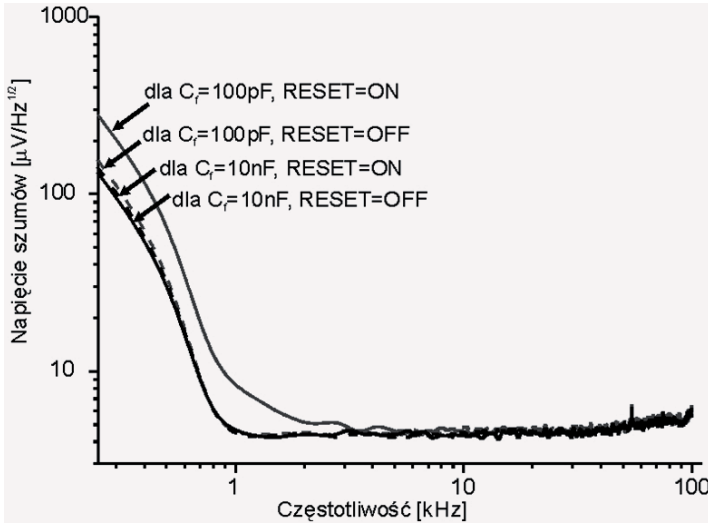
Czułość ładunkowa

Zarejestrowane przebiegi umożliwiły określenie czułości ładunkowej przedwzmacniacza. Jej wartość zmienia się w zależności od wartości pojemności całkowitej C_f . Znając wartość prądu wytwarzanego przez źródło, pojemność przedwzmacniacza ładunkowego oraz czas ładowania, wyznaczono czułość ładunkową stopnia wejściowego głowicy. Dla pojemności o wartości 100 pF wyniosła ona $10,8 \cdot 10^6$ V/C. Czułość jest odwrotnie proporcjonalna do pojemności całkowitej.

Pomiar parametrów szumowych

Pomiar parametrów szumowych dotyczył wyznaczenia gęstości widmowej wyjściowego napięcia szumów. Otrzymana charakterystyka składa się z dwóch obszarów; w których dominują szумы typu 1/f oraz szумы termiczne (rys. 10). Zwiększając częstotliwość pracy układu powyżej 1 kHz, można przejść do zakresu, w którym szумы są najmniejsze i wynoszą ok. $4,5 \mu\text{V}$.

Zwiększenie wartości pojemności całkowitej powoduje zmniejszenie poziomu szumów (zwłaszcza dla szumów typu 1/f). Zmiana trybu pracy wzmacniacza (cał-



Rys. 10. Charakterystyka gęstości napięcia wyjściowego szumów

kowanie –zerowanie) również wpływa na charakterystykę szumową. Dla operacji całkowania poziom tego szumu jest większy aniżeli w procesie zerowania.

Opierając się na powyższych badaniach, przyjmując wartość czułości ładunkowej $10,8 \cdot 10^6 \text{ V/C}$ oraz napięcia szumów $4,5 \text{ } \mu\text{V}$, wyznaczono ładunek równoważny szumom. Wynosi on $\text{ENC} = 0,049 \text{ nC}$. Dla detektora krzemowego wartość ta odpowiada mierzonej energii promieniowania z zakresu okna wodnego równej $0,2 \text{ nJ}$.

Podsumowanie

Opracowana głowica detekcyjna przeznaczona jest do pomiaru energii promieniowania w całym zakresie tzw. okna wodnego. Może być ona wykorzystywana do wstępnego badania efektywności źródeł promieniowania stosowanych w mikroskopii. Na podstawie wyznaczonych parametrów głowicy można oszacować jej czułość pomiarową R_G zgodnie ze wzorem

$$R_G = R_{\text{det}} \cdot k_q \cdot T_{\text{filtr}}$$

Jej wartość wyniosła w tym przypadku $1,3 \text{ MV/J}$.

Istotną zaletą opracowanej głowicy detekcyjnej jest jej prosta konstrukcja, niska cena oraz zautomatyzowana procedura pomiarowa. Użytkownik jest w stanie zmieniać czułość głowicy poprzez wymianę kondensatora całkującego. Obecnie

głowica wymaga jednak przeprowadzenia badań testujących (kalibrujących), co stanowić będzie kolejny etap prowadzonych prac.

Praca została zrealizowana w ramach pracy badawczej „Grant Rektorski” nr PBW590/2007 oraz pracy badawczej własnej finansowanej przez MNiSW (nr projektu ON515005034).

Autor szczególnie dziękuje Panom: F. Eriksson z Thin Film Physics Division, E. Gullikson z Lawrence Berkeley Lab oraz S. Yulin z Fraunhofer Institut Angewandte Optik und Feinmechanik, za zainteresowanie tematem i pomoc w trakcie realizacji projektu.

Artykuł wpłynął do redakcji 8.05.2008 r. Zweryfikowaną wersję po recenzji otrzymano w maju 2008 r.

LITERATURA

- [1] J. F. ADAM, J. P. MOY, J. SUSINI, *Table-top water window transmission x-ray microscopy: Review of the key issues, and conceptual design of an instrument for biology*, Review of scientific instruments, 76, 2005, 091301.
- [2] L. A. ARTYUKOV, A. V. VINOGRADOV, YU. S. KAS'YANOV, S. V. SAVEL'EV, *X-ray microscopy in the carbon window region*, Quantum Electronics, 34, 8, 2004, 691-692.
- [3] T. TAKMAN, *Compact Soft X-Ray Microscopy: Sources, Optics and Instrumentation*, PhD Thesis, Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden, 2007.
- [4] H. TAKENAKA, H. ITO, K. NAGAI, Y. MURAMATSU, E. GULLIKSON, R. C. C. PERERA, *Soft X-ray reflectivity and structure evaluation of Ni/C/Ti/C, multilayer X-ray mirrors for water-window region*, Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, A, 467-468, 2001, 341-344.
- [5] http://henke.lbl.gov/optical_constants/
- [6] S. YULIN, dane z symulacji, Fraunhofer Institut Angewandte Optik und Feinmechanik.
- [7] J. MIKOŁAJCZYK, Z. BIELECKI, *Application of laser-plasma source with gas-puff target for calibration of EUV radiation detectors*, Elektronika, nr 12, 2007, 51-53.
- [8] J. MIKOŁAJCZYK, *Stopień wejściowy fotoodbiornika na zakres (2-4) nm*, X Konferencja Naukowa Czujniki Optoelektroniczne i Elektroniczne w recenzji, 2008.

J. MIKOŁAJCZYK

Detection head for measurements of radiation energy designed for microscopy

Abstract. The paper presents a project and investigation results of a two-spectral detection head. The head provides measurement of radiation energy in the water window wavelength range. In the instrument, the two measurement channels with different absorption filters were applied. It was argued by absorption virtues of the spectrum. The selection and correlation of the filter transmissions makes it possible to correctly measure energy radiation in the “water widow” range.

Keywords: detection of optical signals, water window microscopy, charge-sensitive preamp, optical radiation — energy measurement

Universal Decimal Classification: 535.2

