

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ЛАЗЕРНОЙ КОНФОКАЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ НИЗКОРАЗМЕРНЫХ СТРУКТУР

Ю. С. Ковалев^а, В. А. Скуратов^а, С. И. Тютюнников^а, Г. Буйнаровский^{а,б}

^а Объединенный институт ядерных исследований, Дубна

^б Институт физики, Университет г. Ополе, Ополе, Польша

Показана применимость метода рамановской сканирующей конфокальной микроскопии для исследований в области физики конденсированных сред.

It is shown that the Raman confocal scanning microscopy can have wide application in condensed matter physics investigations.

PACS: 78.30.-j

ВВЕДЕНИЕ

В данной работе рассматриваются возможности применения лазерного сканирующего конфокального микроскопа (ЛКCM) SOLAR TII в различных областях физики конденсированных сред, биофизических исследованиях, в том числе и для изучения оптических свойств низкоразмерных структур. Приведены схема и основные параметры установки. Представлены первые экспериментальные результаты, полученные методом конфокальной сканирующей микроскопии.

1. УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ УСТАНОВКИ ЛКCM SOLAR TII

На рис. 1 представлена схема установки ЛКCM SOLAR TII. Луч света с длиной волны $\lambda = 441,6$ нм, испускаемый лазером 1 через систему линз 2, задающую форму пучка, попадает на делитель пучка 3, отражается от него на гальванозеркала 4 и попадает в объектив микроскопа 6. Гальванозеркала предназначены для перемещения точки фокусировки пучка в фокальной плоскости объектива 6 при поверхностном сканировании образца. На приборе установлен обзорный и рабочий объективы $\times 10$ и $\times 100$ соответственно.

Переизлученный образцом свет собирается тем же объективом микроскопа и, проходя через делитель пучка 3, попадает через нейтральный светофильтр 8 на собирающую линзу 9. Фокус линзы 9 находится на точечном отверстии 10 изменяемого размера. Таким образом, изображение из точки фокуса объектива микроскопа проецируется на отверстие 10, а изображения соседних точек «отсекаются» отверстием, что позволяет достичь большего пространственного разрешения. После этого свет попадает на сменную

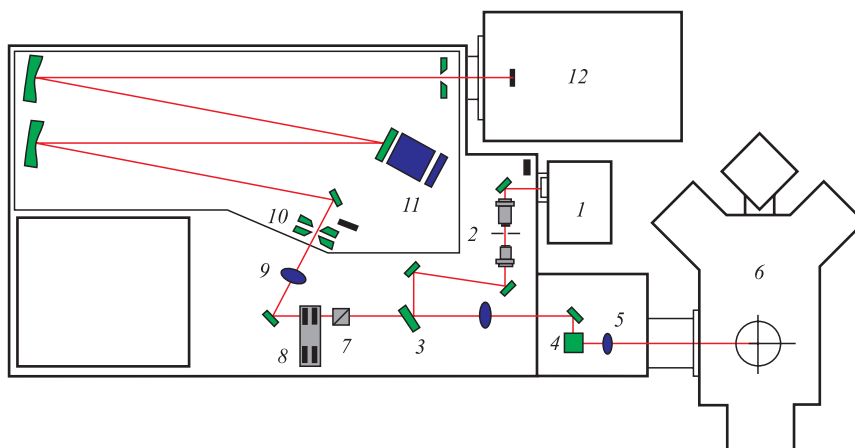


Рис. 1. Схема установки SOLAR III: 1 — лазер; 2 — система линз; 3 — делитель пучка по длинам волн; 4 — гальванозеркала; 5 — связующая линза; 6 — объектив микроскопа; 7, 8 — светофильтры; 9 — собирающая линза; 10 — точечное отверстие; 11 — монохроматор; 12 — детектор

дифракционную решетку — монохроматор 11 — и далее на детектор 12. В качестве детектора может использоваться фотоэлектронный умножитель либо двухкоординатный полупроводниковый детектор.

Прибор позволяет производить сканирование по объему $100 \times 100 \times 80$ мкм с разрешением до 250 нм по осям X и Y , до 500 нм по оси Z . Кроме того, возможно провести сканирование интенсивности переизлученного света (люминесценции или рамановского рассеяния) по длинам волн от 445 до 850 нм с разрешением $\sim 2 \text{ см}^{-1}$. Размеры точки фокусировки светового пучка ~ 800 нм, что позволяет работать с микроскопическими образцами. В результате можно получить данные о составе и структуре прозрачного образца по его объему за сравнительно короткое время без разрушения образца.

2. ДИАГНОСТИКА ПРИМЕСЕЙ В ВОДНЫХ РАСТВОРАХ

В настоящее время актуальными являются методы исследования структуры воды и примесей, а также эффективности различных способов ее фильтрации. Базовый метод, основанный на атомно-эмиссионном анализе примесей, является на настоящий момент одним из самых чувствительных и точных. Однако он требует проведения дополнительных калибровок по примесям и, кроме того, не позволяет обнаружить органические примеси.

Перспективным с точки зрения интерпретации результатов измерения может послужить метод, основанный на возбуждении в воде лазерным спектром вторичного излучения, который состоит из дискретных линий комбинационного рассеяния и флуоресценции органической субстанции, если она присутствует.

На рис. 2 показаны возможности установки ЛКСМ для обнаружения примесей в воде. На спектрах рис. 2, *a* видно, что пик, характерный для D_2O , появляется на спектре дистиллированной H_2O начиная с концентрации D_2O 10^4 ppm, несмотря на то, что прибор

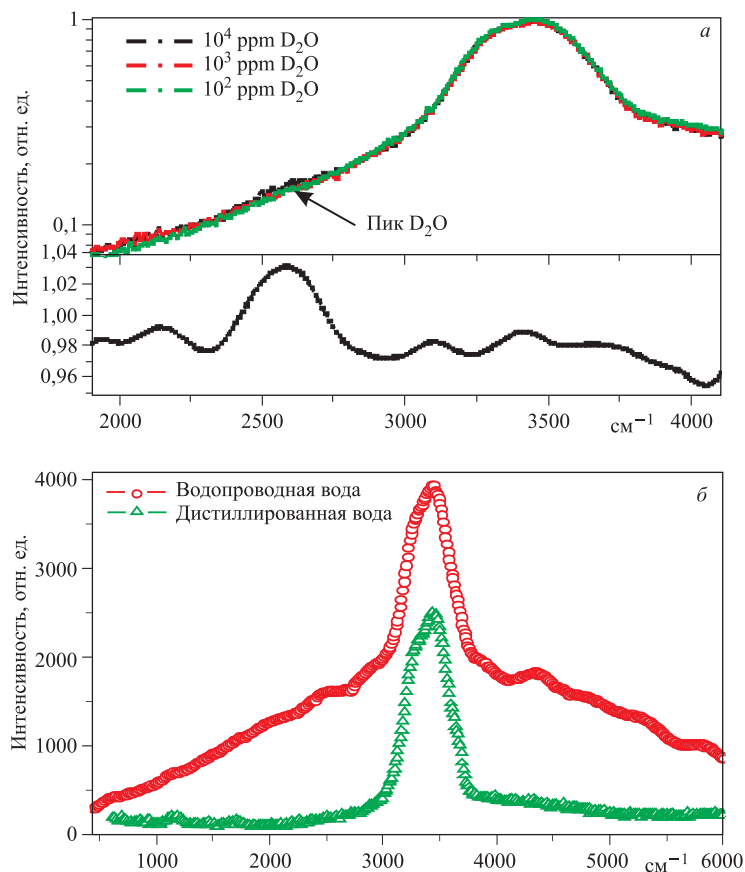


Рис. 2. Спектры переизлученного света с различных образцов воды. *а*) Деионизированная вода с различным содержанием D_2O . В нижней части — спектр с содержанием D_2O 10^4 ppm, нормированный на спектр с 10^2 ppm D_2O . *б*) Дистиллированная H_2O (Δ) и вода из водопровода (\circ)

изначально не предназначен для тонких спектрометрических измерений. На спектрах рис. 2, *б* видны значительные отличия спектров дистиллированной и водопроводной воды, что позволяет легко отслеживать наличие примесей.

3. ЛКСМ-ИССЛЕДОВАНИЯ БИОЛОГИЧЕСКИХ ОБЪЕКТОВ

Возможности установки для биологических исследований показаны на примере исследования живых клеток Ag11395. Клетки Ag11395 — фибробласты человека, больного синдромом Вернера (преждевременное старение, характеризуется отсутствием одной из геликаз, расплетающих ДНК во время репликации). Окрашены бромистым этидием, 0,7 мкг/мл. Этот краситель нековалентно связывается с ДНК по малой бороздке и может быть отмыт. В несвязанном состоянии практически не люминесцирует.

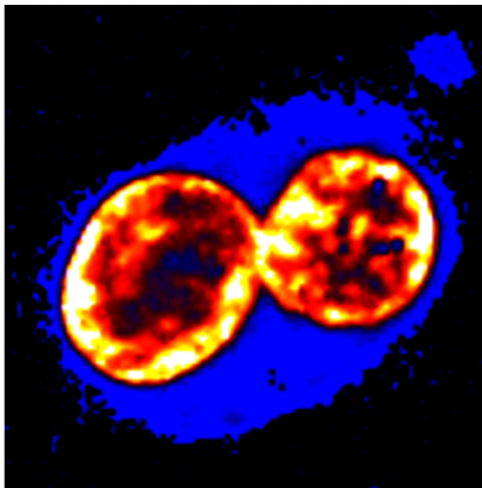


Рис. 3. 10 мкм внутри клетки, подкрашенной EtBr. Размер изображений 30×30 мкм, 120×120 точек. Время измерения в одной точке — 5 мс. На изображениях с ЛКСМ цвет определяется интенсивностью свечения в данной точке

На рис. 3 наблюдается неравномерное окрашивание ядра клетки с тенденцией к усилению яркости окраски по периметру внутренней ядерной оболочки. Также в ядрах присутствуют локальные области с интенсивной флуоресценцией. Подобная неравномерность распределения хромосомальной ДНК в ядре интерфазной клетки может свидетельствовать о начале гибели клеток (в связи с длительной транспортировкой в фосфатно-солевом буфере и перепадом температур).

4. ИССЛЕДОВАНИЯ В ОБЛАСТИ ФИЗИКИ ТВЕРДОГО ТЕЛА

4.1. Изучение полупроводниковых пленок. Твердые растворы полупроводников находят широкое техническое применение, так как их параметры — ширина запрещенной зоны, эффективная масса носителей, кристаллическая структура и постоянная решетки — могут быть изменены в широких пределах в зависимости от состава. В то же время такие растворы, как $\text{CdS}_{1-x}\text{Se}_x$, зачастую используются как модельные объекты.

В первой из представленных работ исследованы различные техпроцессы получения полупроводниковых пленок. На рис. 4 приведены спектры люминесценции пленок $\text{CdS}_{1-x}\text{Se}_x$ с различным соотношением S/Se, а на рис. 5 — соответствующие им поверхности пленок, полученные тем же методом. При сканировании на соответствующих люминесцентных длинах волн отчетливо видна разница в структуре получаемой поверхности.

4.2. Изучение полупроводниковых нанокластеров. Во второй работе исследовались наноразмерные эффекты в полупроводниках. Объектом исследования являлись наночастицы CdSe размером порядка 100 нм. Наночастицами были допированы пластиковые микросферы, использовавшиеся в качестве оптических усилителей. На рис. 6 показаны спектры люминесценции различных микросфер. Разница в спектрах, по-видимому, объ-

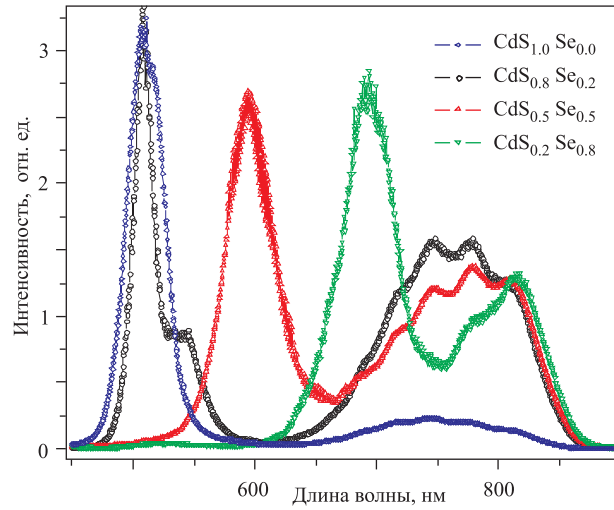


Рис. 4. Спектры люминесценции пленок $\text{CdS}_{1-x}\text{Se}_x$

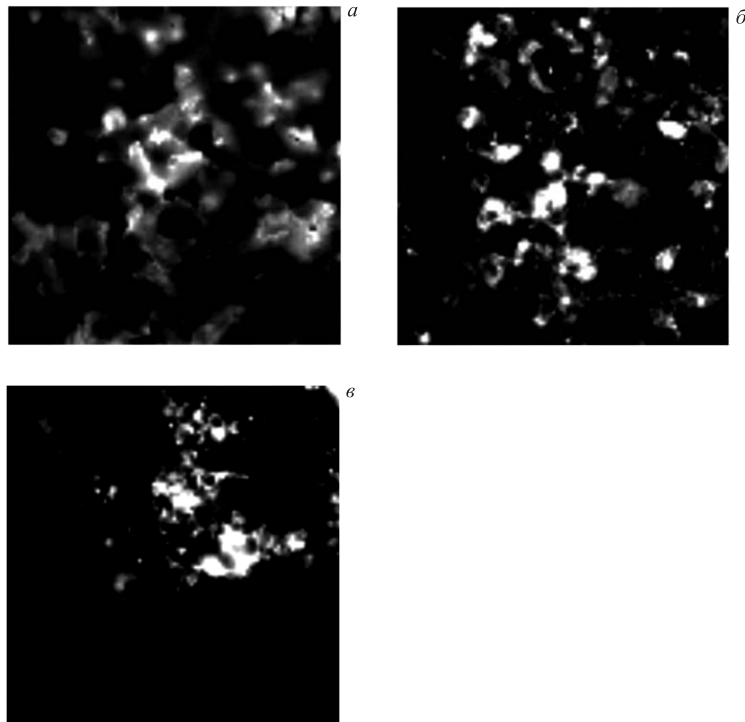


Рис. 5. Изображения поверхности $\text{CdS}_{1-x}\text{Se}_x$, полученные на ЛКМ. Размер изображения 30×30 мкм: а) $\text{CdS}_{0,2}\text{Se}_{0,8}$; б) $\text{CdS}_{0,5}\text{Se}_{0,5}$; в) $\text{CdS}_{0,8}\text{Se}_{0,2}$

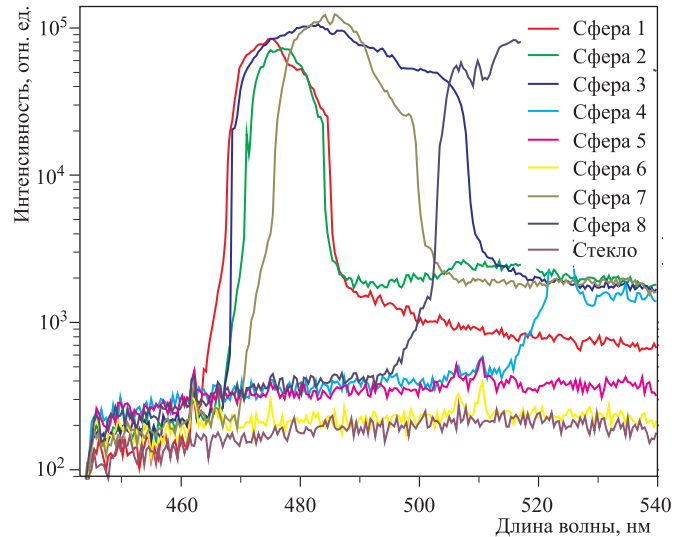


Рис. 6. Спектры люминесценции полимерных микросфер, допированных наночастицами CdSe

ясняется разницей в размерах между наночастицами. Четко связать размеры наночастиц со сдвигом спектра не удалось в связи с полидисперсностью частиц по размерам.

4.3. Исследование структурных изменений ЦТСЛ 8/65/35 под воздействием электронного пучка. Прозрачная сегнетокерамика цирконата-титаната свинца, модифицированная лантаном (ЦТСЛ $x/65/35$; x — содержание лантана в атомарных процентах, 65/35 — отношение цирконий–титан), является одним из интенсивно изучаемых объектов благодаря разнообразному набору оптических, диэлектрических, электрооптических и пьезоэлектрических свойств.

Особый интерес как для прикладных, так и фундаментальных исследований представляют соединения керамики ЦТСЛ с содержанием лантана от 6 до 12 %, которые про-

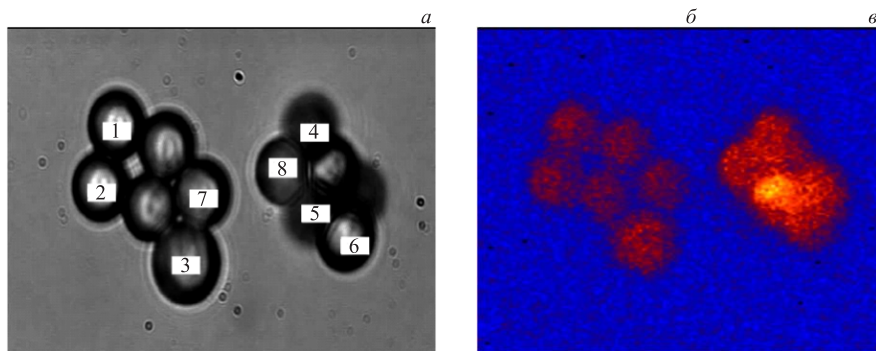


Рис. 7. Изображения микросфер, полученные с помощью оптического микроскопа (а) и с помощью ЛКСМ (б, в) на длине волны 475 нм. На изображениях с ЛКСМ цвет определяется интенсивностью свечения в данной точке

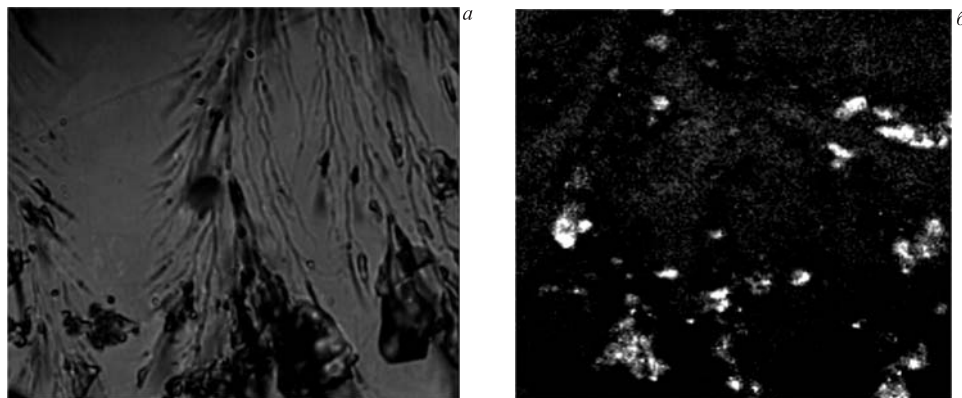


Рис. 8. Изображения поверхности образца ЦТСЛ, облученного импульсным пучком электронов, полученные на оптическом микроскопе (а) и с помощью ЛКСМ на длине волны 457,5 нм (б). Размер изображения 100×100 мкм

являют целый ряд аномальных свойств. Большого внимания заслуживает исследование влияния на фазовые переходы различных внешних воздействий, приводящих к изменению метастабильных состояний. Недавно при облучении высокоэнергетическими импульсными пучками электронов и ионов керамики ЦТСЛ обнаружен эффект структурных изменений кристаллической решетки и, как следствие этого, смещение фононных мод, изменение параметров их затухания и сил соответствующих осцилляторов.

На изображении, полученном с оптического микроскопа (рис. 8, а), отчетливо видны модифицированные области на поверхности облученного ЦТСЛ. При сканировании ЛКСМ на характерной для ЦТСЛ рамановской длине волны была выявлена структурная неоднородность облученных областей (рис. 8, б), которая подтвердилась после снятия

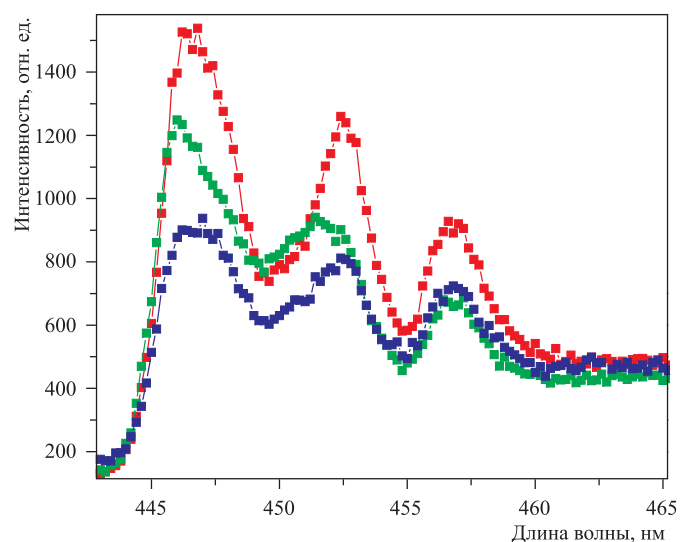


Рис. 9. Рамановские спектры характерных областей образца ЦТСЛ (рис. 8, б)

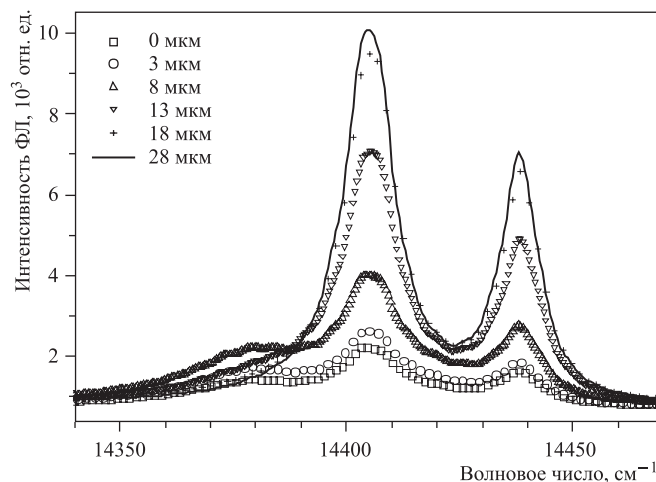


Рис. 10. Спектры R -линий, измеренные на различной глубине образца $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}$, облученного ионами Bi (710 МэВ)

рамановских спектров неоднородностей (рис. 9). Пространственный анализ изменений и дополнительные данные, полученные с АСМ, позволили построить физическую модель изучаемого процесса [3, 4].

4.4. Анализ профилей механических напряжений в облученных материалах. Воздействие тяжелых заряженных частиц на твердые тела, как правило, сопровождается генерацией в облучаемом слое механических напряжений, которые, в свою очередь, оказывают влияние на процессы дефектообразования. Оценка уровня напряжений и установление взаимосвязи между характером радиационных повреждений и напряжениями очень важны для корректного описания эволюции дефектной структуры в различных экспериментальных условиях. Прежде всего, такие задачи рассматривались для низкоэнергетической ионной имплантации в полупроводниковые материалы. В наименьшей степени эти вопросы изучены для высокоэнергетического ($E > 1$ МэВ/а.е.м.) ионного облучения, возможности которого для решения практических задач становятся быть востребованными только в последнее время. Исследования в этом направлении представляют, в частности, значительный интерес и для прогноза долговременной радиационной стабильности керамических и оксидных материалов, используемых в ядерно-энергетических установках, по отношению к воздействию осколков деления.

Уровень напряжений в ряде диэлектриков может быть определен с помощью метода, основанного на использовании пьезоспектроскопического эффекта, связывающего изменения в оптических спектрах поглощения, люминесценции или рамановского рассеяния с величиной механических напряжений [1, 2]. В частности, для кристаллов $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Cr}$, являющихся одними из наиболее распространенных и изученных объектов пьезоспектроскопических исследований, напряжения могут быть определены из спектров люминесценции по сдвигу линий характеристического излучения трехвалентной примеси хрома, так называемых R -линий, или по сдвигу полосы рамановского рассеяния. Таким образом, регистрация спектров фотостимулированной люминесценции R -линий по толщине слоя, облученного ионами высоких энергий, предоставляет уникальную возможность для определения профиля механических напряжений. Пример спектров фотолюминесцен-

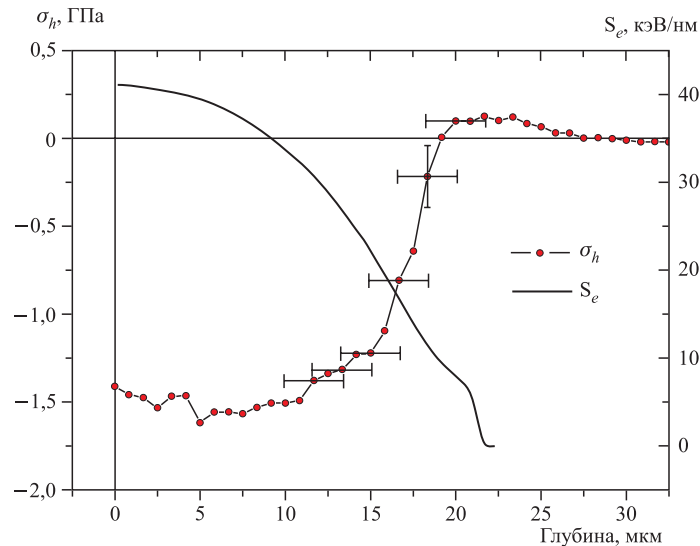


Рис. 11. Профили гидростатических напряжений и удельных ионизационных потерь энергии ионов висмута

ции, измеренных на разной глубине в образцах рубина, облученных ионами висмута с энергией 710 МэВ, приведен на рис. 10. Профили гидростатических механических напряжений для этих образцов вместе с профилем удельных ионизационных потерь энергии представлены на рис. 11.

Как видно из рис. 11, механические напряжения максимальны в области значений энерговыделения 41–20 кэВ/нм, что подтверждает доминирующую роль дефектов, образованных по каналу электронного торможения, в генерации механических напряжений.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

На примере экспериментальных работ, проведенных на ЛКСМ, показана применимость метода и установки для исследования широкого спектра образцов из области физики конденсированных сред. За сравнительно короткое время измерения возможно получить данные о составе и структуре изучаемого образца по его объему с точностью до 250–500 нм без разрушения образца.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Каплянский А. А., Пржевуский А. К. // Докл. АН СССР. Физика. 1962. Т. 142, №2. С. 313.
2. Ma Q., Clarke D. R. // J. Am. Ceram. Soc. 1993. V. 76. P. 1433.
3. Аксенов В. Л. и др. // Part. Nucl., Lett. 2005. V. 2, No. 1(124). P. 96.
4. Ефимов V. V. et al. // Phys. Stat. Solidi. 2005. V. 2. P. 449.

Получено 28 декабря 2009 г.