

在科研工作与生产制造中，往往存在一些大型的、不可移动的或者贵重的待检测物体，无法放置到常规显微镜或者光路下进行观测和检测，特别是有很多的应用场景例如真空下半导体材料生长过程中的Raman光谱测量，不能破坏真空，但是又必须进行在线测试，又或者有一些样品在生长完成后需要快速转移到另外一个真空腔室进行VUV波长的测量，因此我司的RTS2-InSitu系列原位光谱测试探头与系统应运而生。RTS2-InSitu光谱探头与系统能灵活地放置到这些物体前进行信号采集，并基于其高共聚焦性和高灵敏度，透过防护玻璃、窗口等遮挡物对样品进行测量，从而可以研究反应室或其他封闭空间内的物质和化学反应过程，获得反应过程中的真实可靠数据、动态变化信息、非平衡或瞬态信息，同时还避免了非原位测试由于样品制备和转移等步骤所带来的污染、迟豫和不可逆性等问题，这将大大助力艺术、考古学、地质学或材料科学领域的化学结构探索。

RTS2-InSitu不但可以对样品进行原位的PL光谱，Raman光谱进行测量，也可以升级到时间分辨Raman等功能，有效避开荧光干扰，还包括LIBS原子光谱。

#### 谱学类型：

- 1.Raman
- 2.PL
- 3.时间分辨Raman
- 4.LIBS

## 应用场景

### 1.无损表征艺术品和历史文物

作为一款可以移动的原位光谱探头与系统，RTS2-InSitu可用于研究不可移动到实验室的物体。

例如对于艺术品和历史文物而言，考虑到文化保护等问题，必须要用玻璃等进行封装起来，这个时候用我们的RTS2-InSitu，就可以很好的把光汇聚到被测物上，从而对其进行荧光和Raman等光谱分析，得到成分组成等信息。

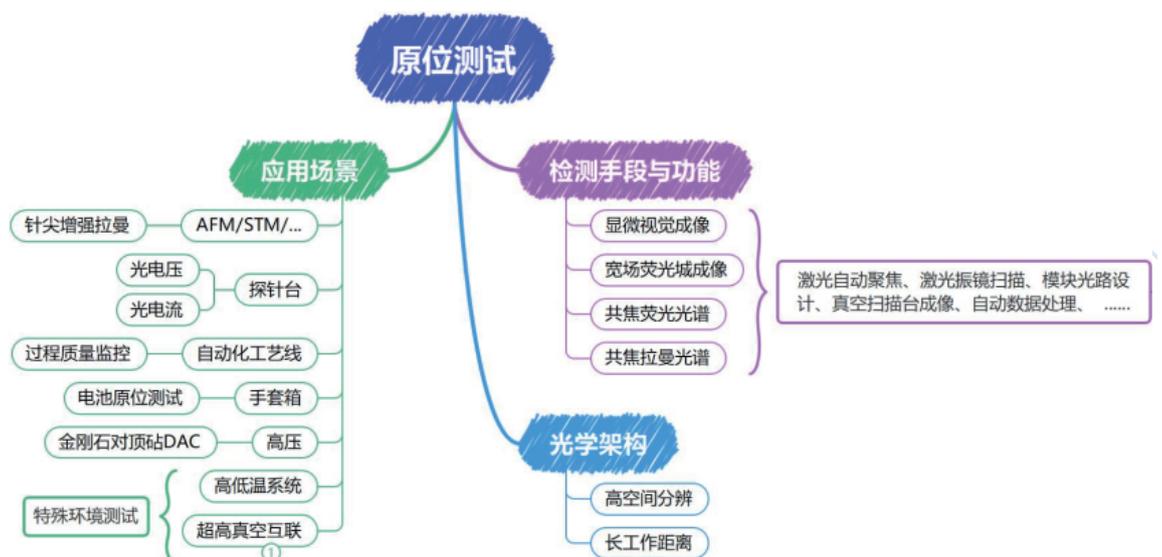
### 2.材料科学:对金刚石涂层生长的原位观察

RTS2-InSitu非常适用于监测反应室内的化学过程。

例如我们的研究人员使用RTS2-InSitu，原位观察热丝化学气相沉积(HF-CVD)反应器中金属材料生长金刚石涂层过程。该拉曼探头配备长工作距离物镜，高共聚焦性大大抑制在高温样品中的黑体辐射的背景干扰，同时高灵敏度检测到薄金刚石层的微弱拉曼信。

金刚石涂层因其超强的硬度、化学惰性和耐磨性，被应用于众多机械部件的制造。原位化学表征有助于优化金刚石涂层的生产工艺，例如最小化成品中的应力。将RTS2-InSitu拉曼探头放置在 HF-CVD 反应器窗口前，实时测量在整个涂层和冷却过程中金刚石的拉曼信号，光谱结果可以直接呈现出反应温度与冷却后的SP3杂化C-C振动峰变化，即金刚石层的热应力和晶相变化，该结果有助于金刚石镀层的品控分析。

类似的应用场景也可以与MOCVD等相结合，用于监控诸如第三代半导体生长过程中的应力，晶相等变化情况。

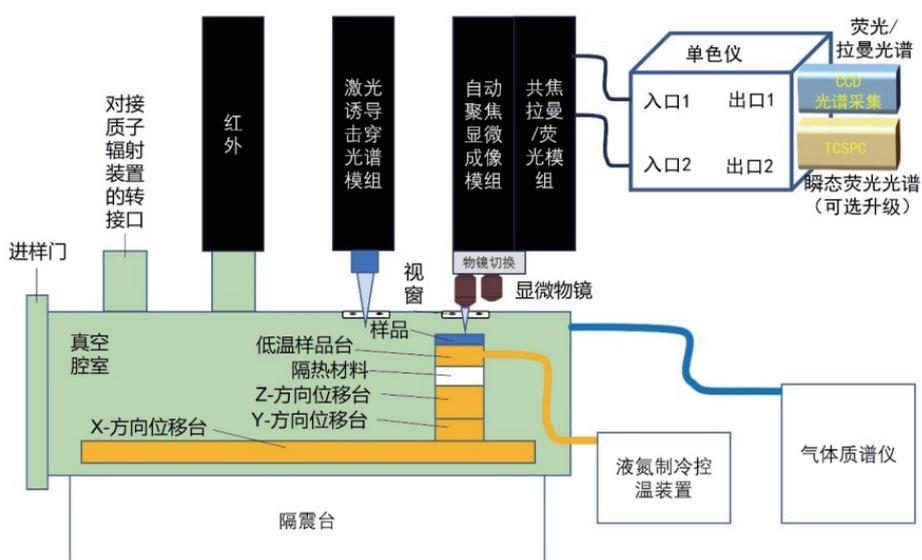


3. 高低温与高压原位RAMAN光谱测试: 可在反应池温度可调并在高压下在线观察样品拉曼光谱。

4. 化学反应动力学原位RAMAN光谱测试

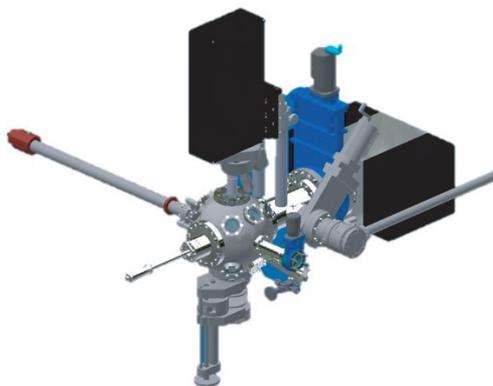
5. 力学测试原位RAMAN光谱测试, 包括对于条状与薄膜样品进行拉伸等情况下的显微RAMAN光谱测试

6. 电化学原位RAMAN光谱测试

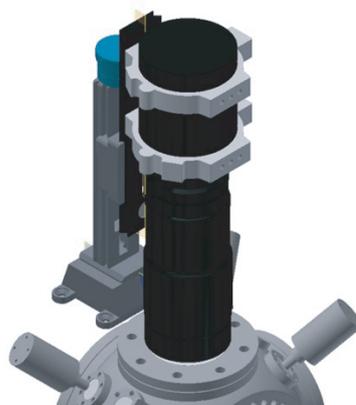


典型真空互联多模式原位光谱测试工作站

将光学显微镜或光谱仪模组对接于超高真空系统，可以作为超高真空互联系统的检测节点之一，用于材料和器件在不同制备环节之间对外延的薄膜或者转移沉积的二维材料等样品的质量进行快速无损检测。



超高真空共焦拉曼光谱成像系统



超高真空长工作距离显微成像系统

## 产品特性和核心技术:

- 模块化设计，光学部分相对独立。  
包含光学显微镜、激光离焦量传感器、自动调焦和共聚焦耦合光路等等在内的全部光学部分全部集成于一个光学模组之中，作为整体置于超高真空腔体之外，透过视窗玻璃聚焦于真空腔内的样品表面。
- 不污染样品环境。
- 超高真空系统烘烤时可以整体取走，并在烘烤完毕之后方便地定位安装。
- 可根据用户需求，灵活配置激光器、单色仪、探测器和物镜等光学组件。
- 视窗玻璃厚度像差的补偿校正。
- 拉曼光谱的高收集效率和分辨率。

显微镜模块	高分辨镜头	50x, 半复消色差物镜 空间分辨率 < 2 $\mu\text{m}$
	长工作距离镜头	工作距离: ~ 120 mm 空间分辨率: ~ 5 $\mu\text{m}$
拉曼激发和收集模块	激光光源	波长: 532 nm, 功率: 50 mW。
	自动对焦	对焦精度 < 0.2 $\mu\text{m}$ 。
	拉曼频移范围	80 ~ 9000 $\text{cm}^{-1}$
样品移动和扫描平台	步进电机台	整步分辨率 1 $\mu\text{m}$ 。
	压电陶瓷台	最小可移动步长 < 10 nm
光谱仪和探测器	光谱仪	焦长320 mm单色仪, 接面阵探测器。 分辨率 < 2.0 $\text{cm}^{-1}$
软件	控制软件	可选择区域或指定点位自动逐点光谱采集或拍照。
	Mapping数据分析软件	图像分析: 尺寸测量 缺陷识别 光谱分析: 对光谱峰位、峰高和半高宽等进行拟合。计算应力、晶化率、载流子浓度等信息。主成分分析 (PCA) 和K-均值聚类处理模块。将拟合结果以二维图像方式显示。

● 上述表格中的激光波长、物镜和单色仪等部件可以根据客户需求调整。

CASE 1: VACUUM REMOTE RAMAN SYSTEM

## 案例1:真空远程拉曼系统

该案例的应用场景为：

- 1.待检测样品放置真空腔室内，需要进行显微观察显微观察同时，希望通过光激发和收集模块获取荧光或拉曼信号。
- 2.样品圆盘边缘向内0-10mm为观测区域，由于转轴遮挡，需要斜向45度进行成像。
- 3.希望可以通过显微成像，找到划痕区域，并对相应位置沾染的微量润滑油的拉曼信号进行收集。

### 光学部分设计概述

- 1.显微视觉部分：通过环形照明灯，透过真空光窗对样品进行均匀照明。镜头采用100 mm等效焦距，工作距离95至120mm可调；物：像放大倍率为1:0.75，理论分辨率为0.005mm，实测分辨率0.006mm（详见第2.2节图像分辨率测试）。彩色传感器为2000万像素1吋画幅，对应成像的范围为17.6×11.8 mm。
- 2.光激发与拉曼光谱收集：激光器通过光线分束器耦合进一根光纤跳线中，激光从光纤端面照射到显微镜中的分光镜并通过镜头聚焦到样品的表面，再通过镜头收集荧光或拉曼信号回到光纤中，并传输到单色仪和光谱CCD中采集拉曼光谱。这种通过镜头以共焦方式施加激发光的方案优势在于：1、通过镜头的聚焦，可以更加准确地控制光斑的大小和位置；2、所有对于激发光的调节机构全部在大气中，方便调节，省去了真空中的光纤探针和相应的位置调节机构。通过这种方式引入单色激发光的效果详见第2.3节。
- 3.机械调节装置：装配一维电动平移台，使整个镜头的焦点可沿着样品圆盘表面平动，通过成像寻找表面的划痕等目标，扫描光谱的分布等。装配对焦、横向调节和俯仰调节等手动调节维度，方便客户将激光光斑聚焦于目标位置。

4.可定制探入式光窗，与客户的真空腔体连接，可容纳镜头在内部水平移动10mm的空间，适配高真空 $<10^{-4}$ Pa

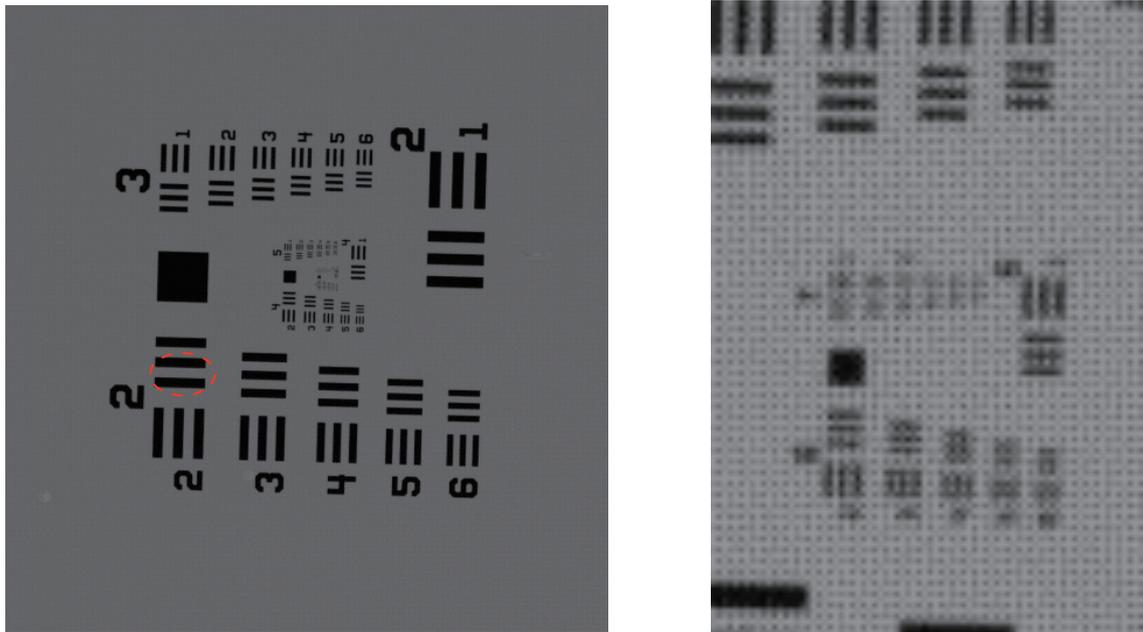


图 2 USAF1951分辨率板测试，左图全图，右图为左图红圈中的放大图像。

该套光学配置的理论分辨率为0.005mm，通过THORLABS的USAF1951标准分辨率板测试，如上图中的右图所示，能最小分辨的线对编号为右图虚线框中的“6-3”，对照如下1951 USAF测试靶的表格：

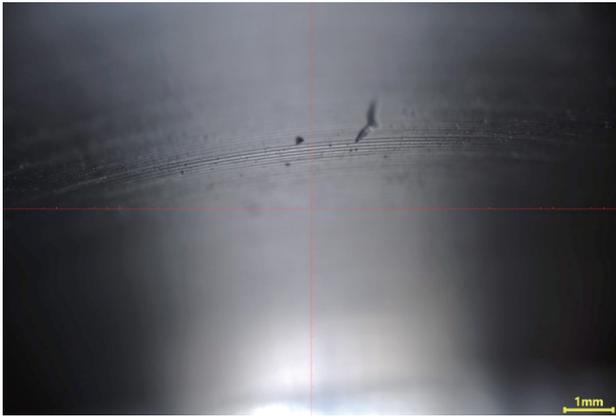
Element	Group Number									
	-2	-1	0	1	2	3	4	5	6	7
1	0.250	0.500	1.00	2.00	4.00	8.00	16.00	32.00	64.00	128.00
2	0.280	0.561	1.12	2.24	4.49	8.98	17.95	36.0	71.8	144.0
3	0.315	0.630	1.26	2.52	5.04	10.10	20.16	40.3	80.6	161.0
4	0.353	0.707	1.41	2.83	5.66	11.30	22.62	45.3	90.5	181.0
5	0.397	0.793	1.59	3.17	6.35	12.70	25.39	50.8	102.0	203.0
6	0.445	0.891	1.78	3.56	7.13	14.30	28.50	57.0	114.0	228.0

单位: lp/mm

其分辨率为80.6 lp/mm，对应空间分辨率为 $1\text{mm}/(80.6 \times 2) = 0.006\text{mm}$ 。

### 5.对样品圆盘表面的侧向成像实验

实测可见清晰区域约0.5mm范围：



### 6.引入激光光斑测试

实测可见清晰区域约0.5mm范围：

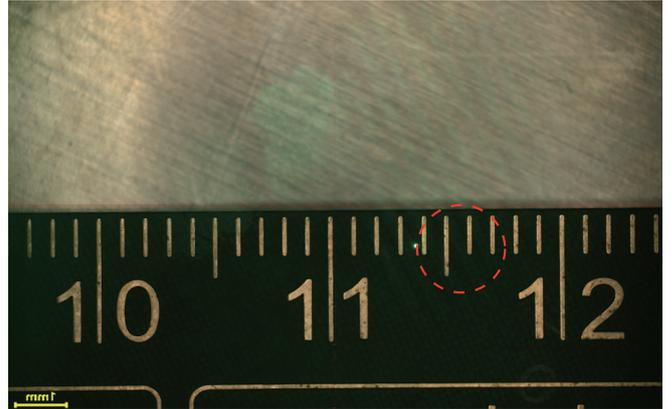


图3 绿色激发光聚焦到PCB电路板标尺的显微像

通过芯径100 $\mu\text{m}$ 的多模光纤将波长为520nm的绿色激光引入该套光学系统中，聚焦于PCB电路板，效果如下面两张图所示。其中图3中的绿色激光光点聚焦到了PCB版的标尺部分（位于13mm和14mm刻度线之间），每一小格为1mm，实测的光斑直径约120 $\mu\text{m}$ 。图4中的绿色激光光点聚焦到了EMMC\_BGA169封装结构的电极点阵的区域，其中相邻电极间距为0.5mm，一个电极盘的直径约60 $\mu\text{m}$ 。

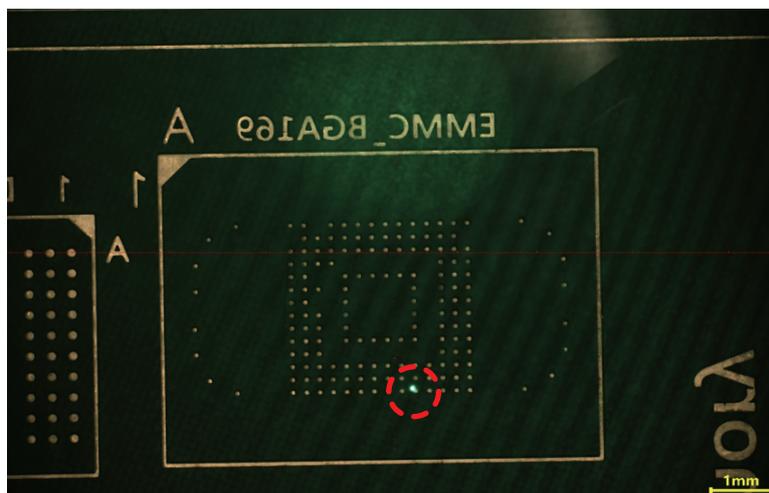
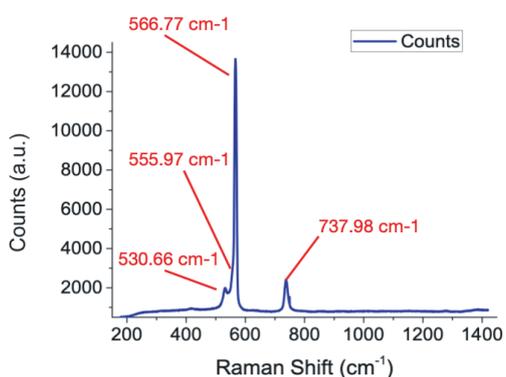


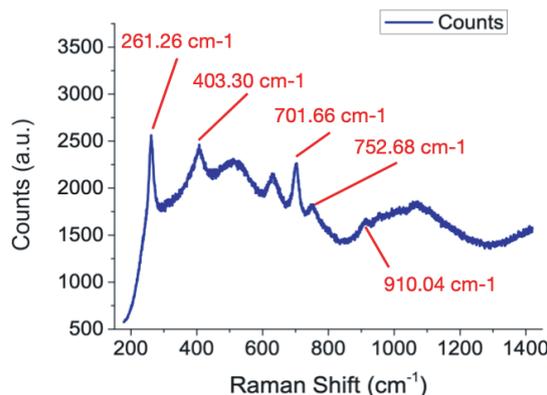
图4 绿色激发光聚焦到EMMC\_BGA169封装的电极点阵的显微照片

### 7.拉曼光谱信号的采集实验

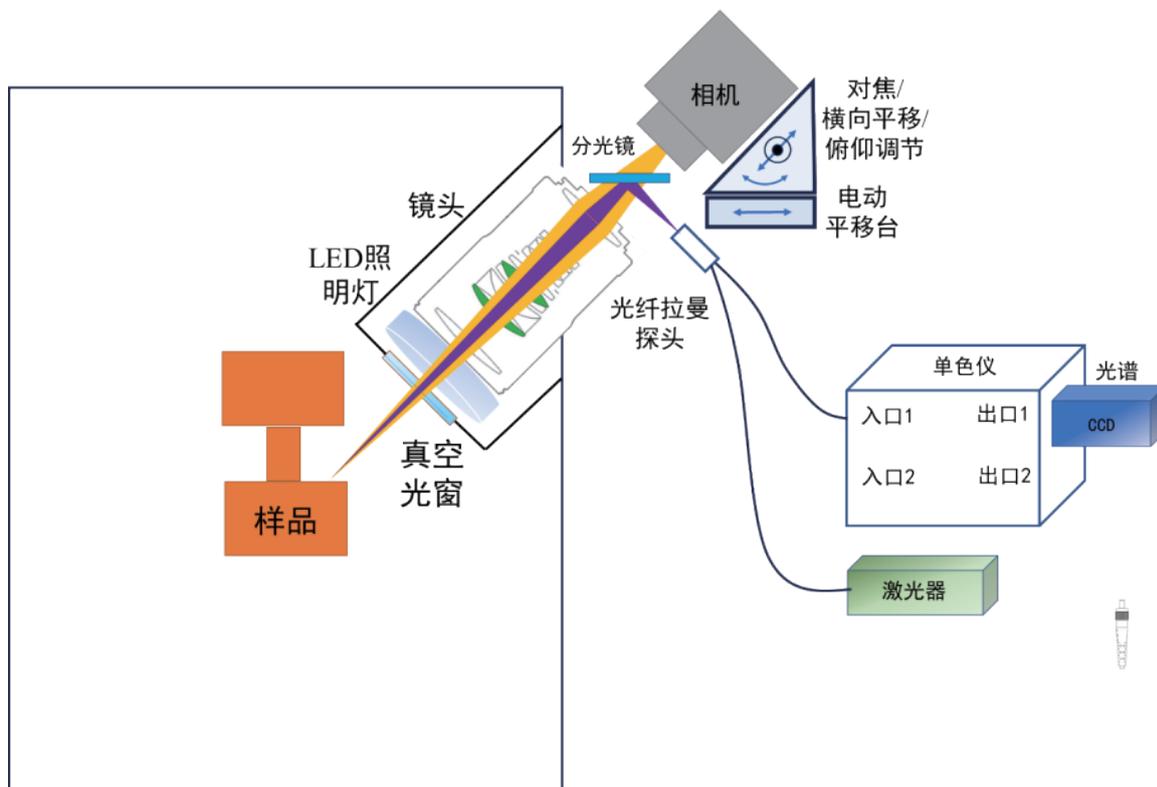
案例一：真空润滑油案例预调试结果：真空内的半导体材料信号捕捉



GaN单晶 工作距离80 mm  
(表观放大倍数1:1) 积分时间: 5 s



样品2D GaN/Au/Mica工作距离  
80 mm 积分时间: 30 s



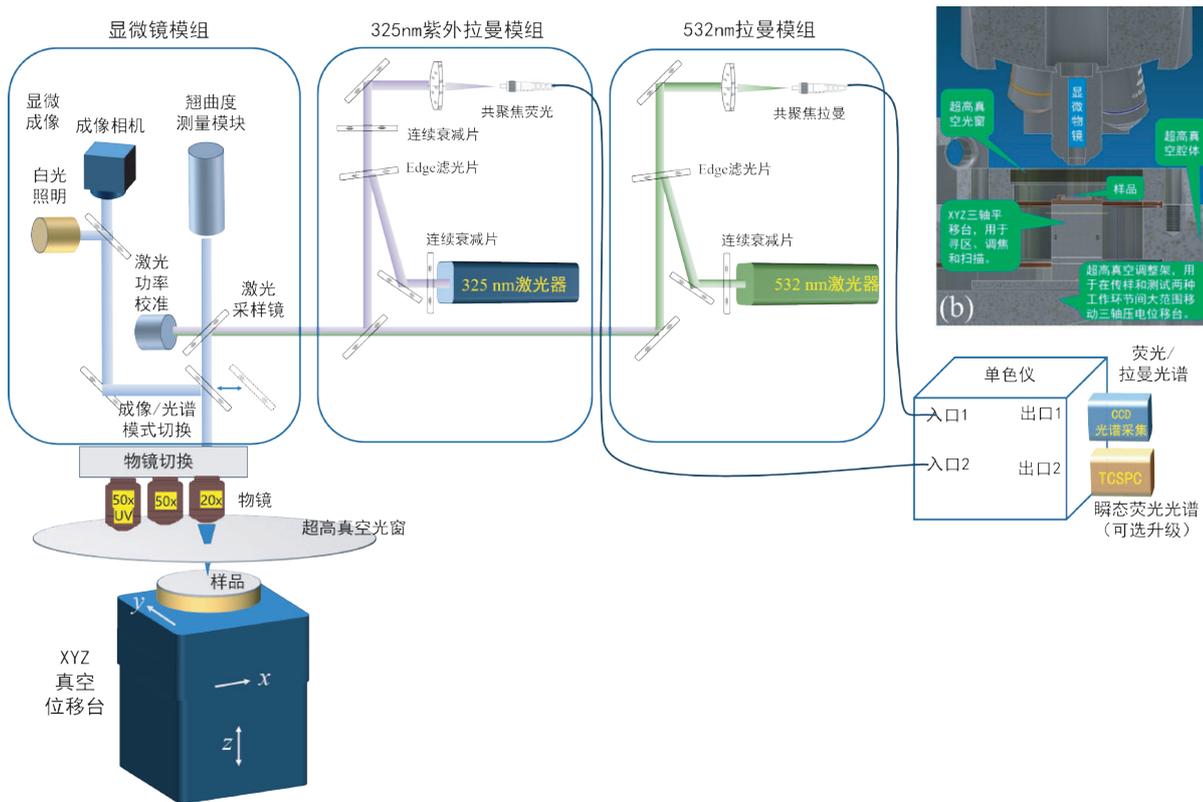
光路结构示意图

可定制探入式光窗，与客户的真空腔体连接，可容纳镜头在内部水平移动10mm的空间，适配高真空<10<sup>-4</sup>Pa

CASE 2: ULTRA HIGH VACUUM MICROSCOPY HIGH-RESOLUTION RAMAN SYSTEM

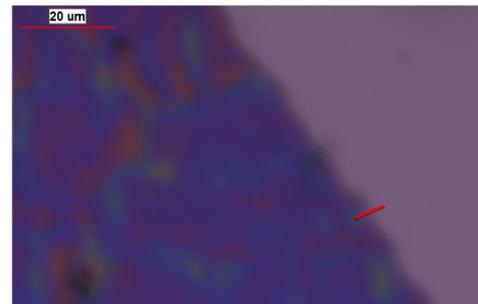
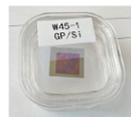
## 案例2: 超高真空显微高分辨拉曼系统

中科院宁波材料所用户把制备后的样品通过真空互联运输到另外一个真空腔室，进行真空中的Raman光谱测试，以及通过真空扫描台实现Raman光谱Mapping

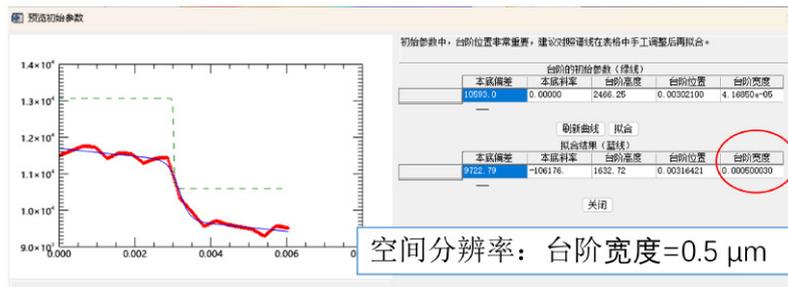


## 空间分辨率

- 样品编号: W45-1 GP/Si
- 测试区域: GP/Si交界处 (硅一阶峰强度变化)
- 测试参数: 激光器: 532nm  
积分时间: 1s  
光栅刻线: 1800 gr/mm  
共焦孔: 50μm  
激光功率: 7.6mW



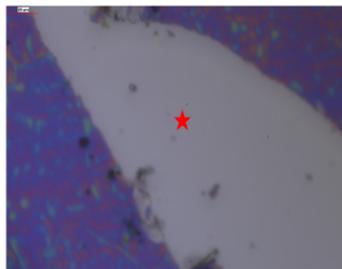
测试区域显微图像



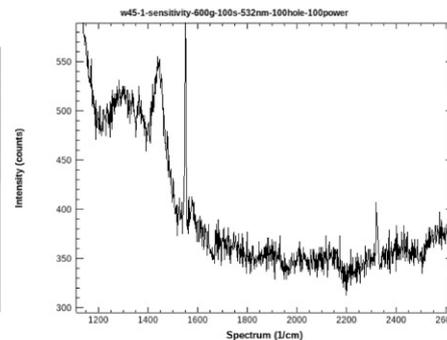
空间分辨率: 台阶宽度=0.5 μm

## 灵敏度

- 样品编号: W45-1 GP/Si
- 测试区域: Si (三阶峰)
- 测试参数: 激光器: 532nm  
积分时间: 300s  
光栅刻线: 600 gr/mm  
共焦孔: 100μm  
激光功率: 68.1mW



测试区域显微图像



Si三阶峰拉曼曲线

$SNR_{Si\_3rd} = 23:1$   
改用硅三阶峰峰高处峰强最大值  $SNR_{Si\_3rd} = 24:1$

$$SNR_{Si\_3rd} = \frac{I_{peak}(Si\_3rd)}{S_{noise}} = \frac{I_{ave(peak)} - I_{ave(noise)}}{S_{noise}}$$

SNR: 信噪比

$I_{peak}(Si\_3rd)$ : 硅三阶峰相对于噪声的峰强值

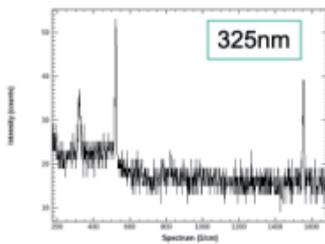
$S_{noise}$ : 噪声的标准偏差

$I_{ave(peak)}$ : 硅三阶峰峰高处峰强平均值

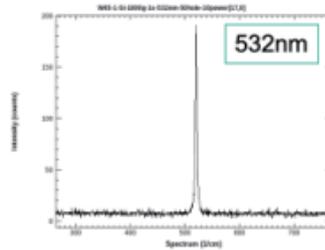
$I_{ave(noise)}$ : 噪声峰强的平均值

## 325、532、785激发时的拉曼信号

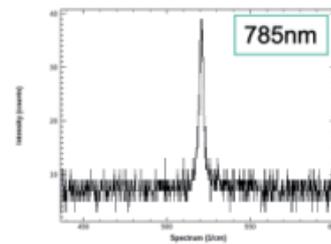
- 样品编号：W45-1 GP/Si
- 测试区域：Si（一阶拉曼峰）



积分时间：30s  
光栅刻线：1800 gr/mm  
共焦孔：300  $\mu\text{m}$   
激光功率：11.7 mW



积分时间：1s  
光栅刻线：1800 gr/mm  
共焦孔：50  $\mu\text{m}$   
激光功率：7.6 mW



积分时间：1s  
光栅刻线：1800 gr/mm  
共焦孔：100  $\mu\text{m}$   
激光功率：47.8 mW

## 采集软件功能

