VI Jornadas de Intercambio y Difusión de los Resultados de Investigaciones de los Doctorandos en Ingeniería

# Microscopia de fase aplicada en perfilometrías de alta resolución

## Phase microscopy high resolution profilometry

Presentación: 4 Y 5 de octubre del 2022

#### Doctorando:

Jose M. Folgueiras

Grupo de Fotonica Aplicada, Centro de Ensayos Estructurales, Facultad Regonal Delta, Universidad Tecnológica Nacional – Argentina jmfolgueiras@gmail.com

#### Director:

Jorge R. Torga

#### Codirector:

**Eneas N. Morel** 

#### Resumen

La Tomografía de Coherencia Óptica (OCT) (Drexler & Fujimoto, 2008) es una técnica basada en la interferometría de baja coherencia y permite obtener imágenes 3D de superficies y volúmenes interiores en diversos materiales. Este artículo presenta una propuesta que tiene como objetivo desarrollar un equipo modular, como un esquema experimental en módulos adaptables a diferentes configuraciones y aplicaciones, para obtener topografías y tomografías de materiales con alta resolución espacial (por debajo del micrón). Este equipo se basa en la técnica conocida como microscopía de fase de dominio espectral (SDPM)(Ding et al., 2013), y aunque el análisis de fase es muy utilizado en interferometría convencional, solo en los últimos años se ha implementado en combinación con OCT (Larin & Sampson, 2017) en topografía de superficie (Taudt et al., 2020) y aplicaciones de tomografía de materiales (Lan et al., 2017). Se presentan las primeras mediciones con resolución espacial axial inferior al micrón en perfilometrías de superficies de muestras donde la diferencia de camino óptico varía entre 30 y 150 nm.

Palabras clave: tomografía y topografía óptica, microscopía de fase, alta resolución.

### Abstract

Optical Coherence Tomography (OCT) (Drexler & Fujimoto, 2008) is a technique based on low coherence interferometry and allows obtaining 3D images of surfaces and interior volumes in various materials. This article presents a proposal that aims to develop a modular equipment, as an experimental scheme in modules adaptable to different configurations and applications, to obtain the topography and tomography of materials with high spatial resolution (below the micron). This equipment is based on the technique known as spectral domain phase microscopy (SDPM)(Ding et al., 2013), and although phase analysis is widely used in conventional interferometry, it has only been implemented in combination with OCT in recent years (Larin & Sampson, 2017). in surface topography (Taudt et al., 2020) and material tomography applications (Lan et al., 2017). The first profile measurements with submicron axial spatial resolution on sample surfaces where the optical path difference varies between 30 and 150 nm are presented.

Keywords: optical tomography and topography, phase microscopy, high resolution.

**Agradecimiento:** Al Ing. Andrés Di Donato del Departamento de Micro y Nano Tecnología - CNEA / INN quién fabricó las muestras utilizadas para realizar las medidas presentadas en este trabajo.

## Introducción

Para el desarrollo de este trabajo, se utilizó la técnica de Tomografía Óptica de Baja Coherencia (OCT)- Sensible a la Fase (Lan et al., 2017) (Zhang et al., 2009), siempre con el objetivo de mejorar la resolución espacial de la forma tradicional de la interferometría de baja coherencia en el dominio de la frecuencia (FD-OCT) (Drexler & Fujimoto, 2008) que es típicamente del orden del micrón. La idea principal es utilizar la información de la fase y el módulo de la transformada de Fourier de la señal de interferencia y de esa manera llevar la resolución espacial axial a valores cercanos al nanómetro. En trabajos anteriores esta idea se ha desarrollado en una técnica llamada OCT -Phase Microscopy (Zhang et al., 2009) en donde se busca mejorar la resolución en muestras celulares para aplicaciones médicas y biológicas.

En las mediciones a las que está orientado este equipo se busca determinar la diferencia de camino óptico ( $\Delta z$ ) en una serie de puntos de una muestra (topografía de superficie - espesor de una capa interna en un área de una muestra, etc.). Las medidas se realizan punto a punto, esto es, se barre la zona de interés en la muestra posicionando el haz de luz en cada uno de los puntos seleccionados. En cada punto se toma la señal de interferencia y se obtiene el valor de  $\Delta z$ . Si se considera para ganar claridad, el caso simple en donde en cada punto a medir hay solo dos interfaces (muestra-referencia), separadas por una diferencia de camino óptico  $\Delta z$ , la expresión para la intensidad de la señal de interferencia entre dos haces de luz reflejados en cada una de las interfaces está dada por la ecuación (1).

$$I(k) = S(k) \left[ A_o + A_1 \ 2 \cdot \cos(k \cdot 2\Delta z) \right] \tag{1}$$

Donde: A\_o y A\_1 dependen de las reflectividades de cada una de las superficies y de la ganancia del fotodetector, S(k) es el perfil de amplitudes del espectro del láser utilizado como fuente, k es el número de onda en vacío ( $k=(2 \pi)/\lambda$ ) y  $\Delta z$  es la diferencia de camino óptico entre las dos interfaces (muestra-referencia). Aplicando la transformada de Fourier a la expresión anterior se obtiene la expresión dada por la ecuación (2).

$$I(z) = A_o \gamma(z) + A_1 \cdot \left[ e^{ik_o(z-2\Delta z)} |\gamma(z-2\Delta z)| + e^{ik_o(z+2\Delta z)} |\gamma(z-2\Delta z)| \right]$$
(2)

Donde: Ao y A1 dependen de las reflectividades de cada una de las superficies y de la ganancia del fotodetector,  $\gamma(z)=|\gamma(z)| e^{(i k_o z)}$  es la transformada del perfil de amplitudes del espectro del láser S(k) utilizado como fuente y z es la variable conjugada de k, el número de onda en vacío ( $k=(2 \pi)/\lambda$ ).

## Desarrollo

Especializando la expresión de la ec. (2) en el caso particular en el que S(k) es un perfil de amplitudes Gaussiano, se obtiene la expresión de la ec.(3).

$$I(z) = \sqrt{\frac{\Delta k}{2\pi}} \left\{ A_o e^{ik_o z} e^{\frac{-z^2 \Delta k^2}{2\Delta k^2}} + A_1 \cdot \left[ e^{ik_o (z - 2\Delta z)} e^{\frac{-(z - 2\Delta z)^2 \Delta k^2}{2}} + e^{ik_o (z + 2\Delta z)} e^{\frac{-(z + 2\Delta z)^2 \Delta k^2}{2}} \right] \right\}$$
(3)

Donde:  $\Delta k$  y k\_o son el ancho espectral y el centro de la gaussiana del perfil de amplitudes del láser, z la variable conjugada del número de onda k.

A partir entonces de la ec.(3) se llega a que la expresión de la fase se puede expresar como en la ec. (4)

$$\phi(z) = k_o(z - 2\Delta z) = k_o \cdot z + \phi(\Delta z) = k_o \cdot 2\Delta z + \phi(z)$$
(4)

Para obtener el valor de la diferencia de camino óptico deseado ( $\Delta z$ ) a partir de la expresión de la ecuación (4), es necesario conocer el valor de k\_o. Este es un punto crítico de la técnica y en general en la literatura se propone usar el valor central del espectro del laser utilizado como fuente S(k) (la transformada de  $\gamma(z)$ ). En este trabajo proponemos una variante que consiste en obtener este valor a partir de la pendiente de la recta de la fase  $\phi$  vs z, en cada espectro individual obtenido en cada punto de la medición y donde  $\Delta z$  es único. Siendo también este mismo valor de k\_o el que indica el cambio de fase correspondiente a una variación en el valor de  $\Delta z$  al medir dos puntos consecutivos en la muestra para el mismo valor de z. Esto permite extender la técnica para el caso mas general y real donde la fuente de luz presenta un espectro S(k) no simétrico, no Gausssiano o sin expresión analítica conocida. De esta manera con el antecedente planteado que lleva a la ecuación (4), si en la fase de la transformada del espectro de interferencia se detecta una tendencia lineal podemos identificar a la antitransformada del espectro del láser con una forma funcional como la que se muestra en la ecuación (5). Donde A(z)  $\in \mathbb{R}$ 

$$I(z) = e^{ik_o z} \cdot A(z) \tag{5}$$

Siendo k\_o la pendiente que domina el cambio de fase, tanto para los espectros individuales (recorriendo la variable z) como para el cambio de fase entre espectros consecutivos debido al cambio en  $\Delta z$ , como se puede ver en la ecuación (4). En la figura (1) se pueden observar el módulo y la fase de dos espectros próximos en una medición donde se observa la tendencia lineal en z y un corrimiento fijo debido al cambio de  $\Delta z$ . Por otra parte, la forma del perfil de amplitudes recibido por el espectrómetro en las mediciones reales, no solo depende de la fuente de luz, sino también de factores tales como la reflectividad y orientación/inclinación local de la superficie de la muestra. Por lo cual el valor de k\_o podría estar cambiando en cada punto de la muestra. En la figura 2 se muestra, a modo de ejemplo, la variación del valor de  $\lambda_o$  (k\_o=(2  $\pi$ )/ $\lambda_o$ ) a lo largo de una serie de mediciones simples. Para aplicar el método propuesto solo se necesita un comportamiento lineal de la fase en función de z y ese comportamiento no se ha visto afectado por las razones mencionadas anteriormente





## Esquema experimental

El esquema experimental utilizado (ver figura 3) se basa en los denominados interferómetros de camino común, una herramienta muy adecuada en el uso de esta técnica porque ofrecen una mayor estabilidad de fase en comparación con los esquemas convencionales de dos ramas, debido al bajo umbral de ruido resultante por tener la referencia y la muestra en el mismo camino óptico y en un esquema solidario.



870

Figura 3: Interferómetro de rama común para mediciones topográficas.



Vidrio-Vidrio

 $\lambda_{0}$ 

MED

Figura 2: Valores de  $\lambda$ o en mediciones de distancias entre la ventana de referencia y una superficie de vidrio plana (portaobjetos).

## Resultados

Se completó el desarrollo y la implementación de un algoritmo de procesamiento de la señal de interferencia utilizando la fase. Estos algoritmos fueron utilizados en el procesamiento de señales experimentales obtenidas en la medición de muestras fabricadas para ese fin. Los resultados obtenidos confirman que se consiguieron medir perfiles en muestras de dimensiones nanométricas. Para esto se utilizaron muestras fabricadas en el Laboratorio de Electrónica del Departamento de Micro y Nano Tecnología (DMN) del Centro Atómico Constituyentes (CAC) de la CNEA. En la figura 4 se muestra un perfil obtenido con la técnica sensible a la fase de una de las muestras generadas en el DNM. En esta muestra se esperaban ver "escalones" de una altura cercana a 120nm y con la técnica de OCT sensible a la fase se consiguieron distinguir claramente estos escalones, tanto en los presentados en esta figura como en otras mediciones en una muestra con "escalones" de 40nm de alto.



Figura 4: Se muestra una medida sobre una muestra realizada mediante la técnica de deposición por litografía. Esta graficada la reconstrucción de un perfil mediante la técnica de OCT sensible a la fase. Se logra ver claramente el patrón de escalones en 120nm.

Además de los escalones se logró ver también repetitividad en detalles topográficos de entre 3 y 10 nanómetros. En una serie de barridos perfilométricos, donde se repitieron las posiciones del cabezal, se compararon las medidas de 6 barridos y se logró ver que estos tenían coincidencias en la forma de la superficie de los escalones en detalles de menos de 10 nanómetros. Aún no se ha desarrollado un criterio de error o de bandas de valores de confianza, pero tomando esta experiencia como antecedente da muy buenas expectativas al respecto. En la figura 5 se muestran 6 barridos graficados juntos donde se pueden apreciar las coincidencias en detalles en la superficie medida para los 6 barridos.



Figura 5: Se pueden ver graficados superpuestos seis barridos sobre los mismos puntos de una muestra realizada con el método de litografía por deposición para generar un patrón de escalones de unos 120 nm. donde se logran apreciar detalles de unos pocos nanómetros repetidos en todos ellos.

## Conclusiones

Se completó la implementación de un algoritmo de procesamiento de la señal de interferencia utilizando la fase. Estos algoritmos fueron utilizados en el procesamiento de señales experimentales en muestras fabricadas para ese fin. Los resultados obtenidos confirman que se pudieron obtener medidas de topografías de superficie con resolución espacial axial en el orden del nanómetro.

## Referencias

Drexler, W., & Fujimoto, J. G. (2008, December 10). Optical Coherence Tomography: Technology and Applications (Biological and Medical Physics, Biomedical Engineering) (2008th ed.). Springer.

Ding, Z., Shen, Y., Chen, Z., Zhao, C., & Ni, Y. (2013, October 21). High-sensitive and broad-dynamic-range quantitative phase imaging with spectral domain phase microscopy. Optics Express, 21(22), 25734. https://doi.org/10.1364/oe.21.025734

Larin, K. V., & Sampson, D. D. (2017, January 27). Optical coherence elastography – OCT at work in tissue biomechanics [Invited]. Biomedical Optics Express, 8(2), 1172. https://doi.org/10.1364/boe.8.001172

Taudt, C., Nelsen, B., Baselt, T., Koch, E., & Hartmann, P. (2020a, May 26). High-dynamic-range areal profilometry using an imaging, dispersion-encoded low-coherence interferometer. Optics Express, 28(12), 17320. https://doi.org/10.1364/oe.389839

Lan, G., Singh, M., Larin, K. V., & Twa, M. D. (2017, October 26). Common-path phase-sensitive optical coherence tomography provides enhanced phase stability and detection sensitivity for dynamic elastography. Biomedical Optics Express, 8(11), 5253. https://doi.org/10.1364/boe.8.005253

Zhang, J., Rao, B., Yu, L., & Chen, Z. (2009, October 30). High-dynamic-range quantitative phase imaging with spectral domain phase microscopy. Optics Letters, 34(21), 3442. https://doi.org/10.1364/ol.34.003442