

Документ подписан простой электронной подписью  
Информация о владельце:  
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна  
Должность: проректор по учебной работе  
Дата подписания: 07.02.2025 14:55:29  
Уникальный программный ключ:  
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e943df4a4851fda56d089

**МИНОБНАУКИ РОССИИ**  
**федеральное государственное бюджетное образовательное**  
**учреждение высшего образования**  
**«Юго-Западный государственный университет»**  
**(ЮЗГУ)**

**Кафедра нанотехнологий, микроэлектроники,**  
**общей и прикладной физики**

**УТВЕРЖДАЮ**  
Проректор по учебной работе  
\_\_\_\_\_ О.Г. Локтионова  
« \_\_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2025 г.

**ОПТОЭЛЕКТРОНИКА**  
методические указания к выполнению лабораторных работ  
для студентов направления подготовки  
28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»

Курск - 2025

УДК 53

Составители: А.В. Кузько, А.Е. Кузько, Е.А. Новиков,  
Е.В. Шельдешова

Рецензент

Директор РИЦ, д.ф.-м.н., профессор А.П. Кузьменко

**Оптоэлектроника:** методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Кузько А.В, Кузько А.Е., Новиков Е.А., Шельдешова Е.В. Курск, 2025. 62 с.: ил. 14. Библиогр.: с. 62.

Излагаются методические рекомендации по выполнению лабораторных работ, в которой изучается элементный состав светодиода лазерной указки, элементы светодиодной лампы, компоненты активных матриц ЖК-дисплеев и основные характеристики твердотельного лазера.

Методические указания соответствуют требованиям Федерального государственного образовательного стандарта высшего профессионального образования и учебному плану направления подготовки 28.04.01 Нанотехнологии и микросистемная техника, степень (квалификация) – магистр. Предназначены для студентов всех форм обучения.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать . Формат 60 x 84 1/16.

Усл. печ. л. 2,25. Уч.-изд. л. 2,25. Тираж экз. Заказ . Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040 Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1.

### **Измерение параметров и элементного состава и строения гетероструктуры методом энергодисперсионного анализа. Устройство лазерной указки**

**Цель работы:** определить элементный состав подложки светодиода и его структуру, по полученным данным произвести поиск детального строения красного светодиода и возможности заказа светодиодного вейфера.

**Приборы и принадлежности:** лазерная указка, растровый низковакуумный электронный микроскоп производства компании JEOL (Япония) РЭМ JSM-6610LV с термоэмиссионным катодом и с энергодисперсионной приставкой (в систему входит энергодисперсионный детектор, управляющие компьютеры РЭМ и ЭДС, программное обеспечение для управления РЭМ и ЭДС, программное обеспечение для количественного морфометрического анализа электронно-микроскопических изображений).

### **КРАТКАЯ ТЕОРИЯ**

**ВНИМАНИЕ!!!** При работе с лазером необходимо соблюдать особые меры предосторожности! Самое главное луч лазера 650nm нельзя направлять в глаза, кроме того лазерный светодиод при работе сильно нагревается, особенно если на модуль подается питание с **большой силой тока**. При выполнении каждой лабораторной и практической работы необходимо соблюдать инструкцию по технике безопасности, которая размещена на сайте кафедры <https://swsu.ru/structura/up/ftd/kafedra-nt/instruktsii.php>

Лазерная указка – портативный квантово-оптический генератор когерентных и монохроматических электромагнитных волн видимого диапазона в виде узконаправленного луча. В большинстве случаев изготавливается на основе красного лазерного диода, который излучает в диапазоне 635–670 нм, и коллиматора - двояковыпуклой линзы для организации узконаправленного луча. Наиболее распространены красные

лазерные указки мощностью до 1-20 мВт, несколько реже встречаются указки до 100-200 мВт.

Лазерный диод — полупроводниковый лазер, построенный на базе диода. Его работа основана на возникновении инверсной населённости в области р-п перехода при инжекции носителей заряда.

Когда на анод обычного диода подаётся положительный потенциал, то говорят, что диод смещён в прямом направлении. При этом дырки из р-области инжектируются в п-область р-п перехода, а электроны из п-области инжектируются в р-область полупроводника. Если электрон и дырка оказываются «вблизи» (на расстоянии, когда возможно туннелирование), то они могут рекомбинировать с выделением энергии в виде фотона определённой длины волны (в силу сохранения энергии) и фонона (в силу сохранения импульса, потому что фотон уносит импульс). Такой процесс называется спонтанным излучением и является основным источником излучения в светодиодах.

Однако, при определённых условиях, электрон и дырка перед рекомбинацией могут находиться в одной области пространства достаточно долгое время (до микросекунд). Если в этот момент через эту область пространства пройдёт фотон нужной (резонансной) частоты, он может вызвать вынужденную рекомбинацию с выделением второго фотона, причём его направление, вектор поляризации и фаза будут в точности совпадать с теми же характеристиками первого фотона.

В лазерном диоде полупроводниковый кристалл изготавливают в виде очень тонкой прямоугольной пластинки. Такая пластинка, по сути, является оптическим волноводом, где излучение ограничено в относительно небольшом пространстве. Верхний слой кристалла легируется для создания п-области, а в нижнем слое создают р-область. В результате получается плоский р-п переход большой площади. Две боковые стороны (торцы) кристалла полируются для образования гладких параллельных плоскостей, которые образуют оптический резонатор, называемый резонатором Фабри-Перо. Случайный фотон спонтанного излучения, испущенный перпендикулярно этим плоскостям, пройдёт через весь оптический волновод и несколько раз отразится от торцов, прежде чем выйдет наружу. Проходя вдоль резонатора, он будет вызывать вынужденную рекомбинацию, создавая новые и

новые фотоны с теми же параметрами, и излучение будет усиливаться (механизм вынужденного излучения). Как только усиление превысит потери, начнётся лазерная генерация.

Лазерные диоды могут быть нескольких типов. У основной их части слои сделаны очень тонкими, и такая структура может генерировать излучение только в направлении, параллельном этим слоям. С другой стороны, если волновод сделать достаточно широким по сравнению с длиной волны, он сможет работать уже в нескольких поперечных режимах. Такой диод называется многомодовым (англ. «multi-mode»). Применение таких лазеров возможно в тех случаях, когда от устройства требуется высокая мощность излучения, и не ставится условие хорошей сходимости луча (то есть допускается его значительная расходимость). Такими областями применений являются: печатающие устройства, химическая промышленность, накачка других лазеров. С другой стороны, если требуется хорошая фокусировка луча, ширина волновода должна изготавливаться сравнимой с длиной волны излучения. Здесь уже ширина луча будет определяться только пределами, накладываемыми дифракцией. Такие устройства применяются в оптических запоминающих устройствах, лазерных целеуказателях, а также в волоконной технике. Следует, однако, заметить, что такие лазеры не могут поддерживать несколько продольных режимов, то есть не могут излучать на разных длинах волн одновременно.

Длина волны излучения лазерного диода зависит от ширины запрещённой зоны между энергетическими уровнями p- и n-областей полупроводника.

В связи с тем, что излучающий элемент достаточно тонок, луч на выходе диода, вследствие дифракции, практически сразу расходится. Для компенсации этого эффекта и получения тонкого луча необходимо применять собирающие линзы. Для многомодовых широких лазеров наиболее часто применяются цилиндрические линзы. Для одномодовых лазеров, при использовании симметричных линз, сечение луча будет эллиптическим, так как расхождение в вертикальной плоскости превышает расхождение в горизонтальной. Нагляднее всего это видно на примере луча лазерной указки.

В простейшем устройстве, которое было описано выше, невозможно выделить отдельную длину волны, исключая значение,

характерное для оптического резонатора. Однако в устройствах с несколькими продольными режимами и материалом, способным усиливать излучение в достаточно широком диапазоне частот, возможна работа на нескольких длинах волн. Во многих случаях, включая большинство лазеров с видимым излучением, они работают на единственной длине волны, которая, однако обладает сильной нестабильностью и зависит от множества факторов — изменения силы тока, внешней температуры и т. д. В последние годы описанная выше конструкция простейшего лазерного диода подвергалась многочисленным усовершенствованиям, чтобы устройства на их основе могли отвечать современным требованиям.

### **Виды лазерных диодов**

Конструкция лазерного диода, описанная выше, имеет название «Диод с n-p гомоструктурой», смысл которого станет понятен чуть позже. К сожалению, такие диоды крайне неэффективны. Они требуют такой большой входной мощности, что могут работать только в импульсном режиме; в противном случае они быстро перегреваются. Несмотря на простоту конструкции и историческую значимость, на практике они не применяются.

### **Лазеры на двойной гетероструктуре**

В этих устройствах, слой материала с более узкой запрещённой зоной располагается между двумя слоями материала с более широкой запрещённой зоной. Чаще всего для реализации лазера на основе двойной гетероструктуры используют арсенид галлия (GaAs) и арсенид алюминия-галлия (AlGaAs). Каждое соединение двух таких различных полупроводников называется гетероструктурой, а устройство — «диод с двойной гетероструктурой» (ДГС). В англоязычной литературе используются названия «double heterostructure laser» или «DH laser». Описанная в начале статьи конструкция называется «диод на гомопереходе» как раз для иллюстрации отличий от данного типа, который сегодня используется достаточно широко.

Преимущество лазеров с двойной гетероструктурой состоит в том, что область сосуществования электронов и дырок («активная область») заключена в тонком среднем слое. Это означает, что много больше электронно-дырочных пар будут давать вклад в усиление — не так много их останется на периферии в области с низким усилением. Дополнительно, свет будет отражаться от самих

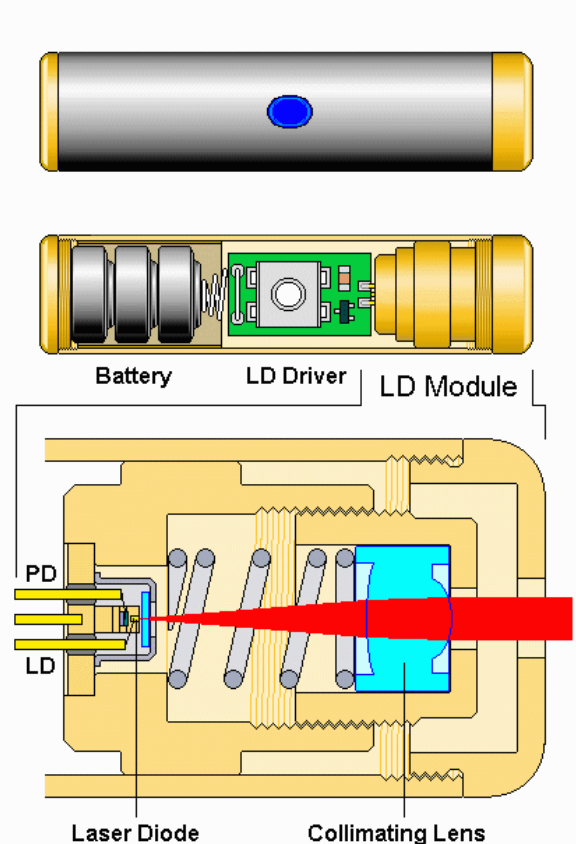
гетеропереходов, то есть излучение будет целиком заключено в области максимально эффективного усиления.

### Диод с квантовыми ямами

Если средний слой диода ДГС сделать ещё тоньше, такой слой начнёт работать как квантовая яма. Это означает, что в вертикальном направлении энергия электронов начнёт квантоваться. Разница между энергетическими уровнями квантовых ям может использоваться для генерации излучения вместо потенциального барьера. Такой подход очень эффективен с точки зрения управления длиной волны излучения, которая будет зависеть от толщины среднего слоя. Эффективность такого лазера будет выше по сравнению с однослойным лазером благодаря тому, что зависимость плотности электронов и дырок, участвующих в процессе излучения, имеет более равномерное распределение.

### Гетероструктурные лазеры с отдельным удержанием

Основная проблема гетероструктурных лазеров с тонким слоем — невозможность эффективного удержания света. Чтобы преодолеть её, с двух сторон кристалла добавляют ещё два слоя. Эти слои имеют меньший коэффициент преломления по сравнению с центральными слоями. Такая структура, напоминающая световод, более эффективно удерживает свет. Эти устройства называются



Typical Red Laser Pointer

гетероструктурами с отдельным удержанием («separate confinement heterostructure», SCH)

Большинство полупроводниковых лазеров, произведённых с 1990-го года, изготовлены по этой технологии.

Лазерные диоды – важные электронные компоненты. Они находят широкое применение как управляемые источники света в волоконно-оптических линиях связи. Также они используются в различном измерительном оборудовании, например лазерных дальномерах. Другое распространённое применение – считывание штрих-кодов. Лазеры с видимым излучением, обычно красные и иногда зелёные – в лазерных указках, компьютерных мышках. Инфракрасные и красные лазеры – в проигрывателях CD- и DVD-дисков. Фиолетовые лазеры – в устройствах HD DVD и Blu-Ray. Синие лазеры – в проекторах нового поколения в качестве источника синего света и зеленого (получаемого за счёт флюоресценции специального состава под воздействием синего света). Исследуются возможности применения полупроводниковых лазеров в быстрых и недорогих устройствах для спектроскопии.

### **Задания к лабораторной работе и порядок действий при их выполнении**

1. Составьте перечень необходимого оборудования для изучения устройства лазерной указки, геометрических параметров и элементного состава лазерного светодиода.
2. Составьте план по определению устройства лазерной указки (предварительный поиск информационных источников, выбор инструментов). Разберите лазерную указку. Рассмотрите внутреннее ее устройство.
3. Докажите функциональность лазерного светодиода. Подключите батарейки и соединительные провода к плате светодиода, наблюдайте его свечение.
4. Составьте план по изучению геометрических параметров лазерного светодиода с помощью оптического микроскопа.
5. Составьте план по изучению элементного состава лазерного светодиода с помощью электронного микроскопа и его приставки Oxford для энергодисперсионного анализа. Определите атомный состав подложки кристалла и области испускания света. Определите элементный состав тонкой проволоки, которая подходит сверху к кристаллу. Сформируйте отчет.



6. По полученным данным произведите поиск информационных источников, в которых указаны толщина и элементный состав слоев светодиода, а также технология создания вейфера лазерных диодов для указок. Кем получена нобелевская премия за создание лазерного светодиода, используемого в лазерной указке?

### **КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Каков план проведения измерений по определению устройства лазерной указки? Что такое коллиматор и для чего он нужен?
2. Исходя из составленного плана проведения измерений, проанализируйте перечень необходимого оборудования для определения элементного состава (материала) контактов (проводов), подающих напряжение?
3. Для чего при планировании измерений необходимо учитывать данные энергодисперсионного анализа подложки красного светодиода лазерной указки?
4. Каким информационным ресурсом нужно воспользоваться, чтобы найти инструкцию менеджмента безопасности лабораторий кафедры нанотехнологий, общей и прикладной физики?
5. Воспользовавшись информационными ресурсами, определите по какой технологии сделан вейфер лазерных диодов? Составьте план технологического процесса изготовления вейфера лазерных светодиодов красного цвета.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2.

### Определение молекулярного состава оптически прозрачной коллоидной системы с помощью ИК-спектроскопии

Цель работы: определение молекулярного состава оптически прозрачной коллоидной системы с помощью ИК-спектроскопии.

Принадлежности: ИК-спектрометр Nicolet 6700, образец оптически прозрачного геля.

#### Теоретическое введение

##### Основные сведения о спектрометре

ИК-Фурье спектрометр Nicolet 6700 позволяет снимать спектры в средней, дальней и ближней ИК-областях. Внешний вид спектрометра Nicolet 6700 приведен на рис. 1.



**Рисунок 1.** – Внешний вид ИК-Фурье спектрометра Nicolet 6700:

1 - сдвижная дверца, 2 - индикаторы состояния, 3 - кнопки для сбора данных, 4 - отсек для светоделиителя и дессиканта; 5 - эмиссионный порт для внешнего источника; 6 - отверстие для внешнего луча; 7 - кюветное отделение; 8 - отсек детектора; 9 - отверстия для заполнения детектора.

Расположенные на верхней панели спектрометра кнопки для сбора данных (рис. 1, п. 3, рис. 2) позволяют быстро провести основные операции без использования клавиатуры или мыши. При этом программное обеспечение OMNIC должно быть запущено.

Клавиша Sample. Нажатие этой клавиши позволяет запустить процедуру снятия спектра образца. Данная клавиша

действует аналогично опции «Спектр пробы» в меню «ИЗМЕРЕНИЕ».



**Рисунок 2.** – Клавиши управления на верхней панели спектрометра

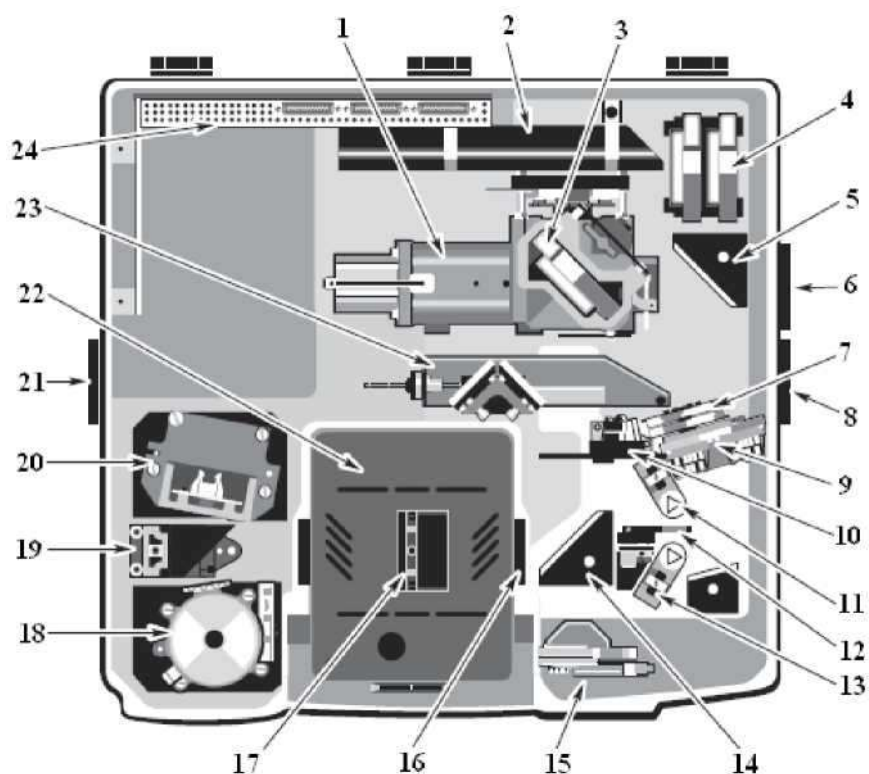
**Клавиша Background.** Нажатие этой клавиши позволяет запустить процедуру снятия спектра фона (спектра сравнения). Данная клавиша действует аналогично опции «Спектр сравнения» в меню «ИЗМЕРЕНИЕ».

**Клавиша OK/Enter.** Нажатие этой клавиши дает подтверждающий ответ (например, на вопрос подсказки) в процессе сбора данных. Данная клавиша действует аналогично опции ОК (или другим подтверждающим опциям вроде «Да») программного обеспечения.

**Клавиша Stop.** Нажатие этой клавиши дает ответ «Cancel» («Отмена») или «No» («Нет») на подсказку в процессе сбора данных. Данная клавиша действует аналогично опции «Cancel» или «No» в окне подсказки.

**Клавиша Macro.** Нажатие этой клавиши осуществляет запуск макрокоманду, выбранную в поле «Назначение макроса» под закладкой «Фурье» в окне «Параметры эксперимента».

Внутренняя схема спектрометра приведена на рис. 3.



**Рисунок 3.** – Внутренняя схема спектрометра Nicolet 6700:

1- интерферометр; 2 - лазер; 3 - светоделитель; 4 - место хранения светоделителя; 5 - фиксированное зеркало или дополнительная эмиссионная оптика; 6 - внешний эмиссионный порт; 7 - колесо фильтра (дополнительно); 8 - порт внешнего луча; 9 - диафрагма (дополнительно); 10 - колесо с энергетическими экранами; 11 - источник ИК излучения; 12 - оптика для выбора источника (дополнительно); 13 - источник ближнего ИК излучения (дополнительно); 14 - фиксированное зеркало; 15 - порт StabIR; 16 - поляризатор (дополнительно); 17 - держатель образца; 18 - передний детектор; 19 - зеркало детектора; 20 - задний детектор; 21 - порт внешнего луча; 22 - кюветное отделение; 23 - оптика (дополнительно); 24 - электроника.

Для получения более надежных результатов необходимо чтобы система была стабильной, поэтому спектрометр рекомендуется держать включенным постоянно. Выключать его следует только в случае неисправности электросети или в случае необходимости ремонта. Если прибор был выключен, то для его включения необходимо нажать на сетевой выключатель блока питания (I/O) и установить его на I, предварительно подключив внешний источник питания и приставки, которые планируется использовать.

Оптическая система спектрометра Nicolet 6700 приведена на рис. 4.



**Рисунок 4.** – Оптическая схема спектрометра Nicolet 6700

После включения прибора (в процессе проведения диагностических процедур) в различном порядке загораются индикаторы состояния (рис. 1, п. 2) Power, Scan, Laser и Source. После завершения диагностики индикаторы Power, Laser и Source продолжают гореть. Индикатор Scan загорается при каждом включении интерферометра. После включения спектрометру необходимо стабилизироваться в течение 15 минут (лучше в течение 1 часа). После этого можно перейти к непосредственному сбору спектров.

#### **Источники света**

Спектрометр Nicolet 6700 может быть оборудован единственным источником ИК-излучения или дополнительными парными источниками.

Инфракрасный источник ETC может работать в трех различных режимах: Normal, Turbo, Rest.

Нормальный режим (Normal). В данном режиме температура источника поддерживается на оптимальном уровне для сбора нормальных спектральных данных. Это повышает качество спектральных данных, обеспечивая постоянство уровня ИК энергии. Источник работает в нормальном режиме в том случае,

если он не был принудительно переведен в режим Турбо или ждущий режим, или спектрометр не перешел в спящий режим.

Режим Турбо (Turbo). Данный режим необходимо использовать для анализа образцов, представляющих собой тонкие пленки, при котором требуется более высокая ИК энергия. Режим обеспечивает увеличение выхода источника (особенно в частотном диапазоне около 2500 волновых чисел). Для перевода прибора в режим ИК - Турбо предназначен параметр «Источник» под закладкой «Оптика» в диалоговом окне «Параметры эксперимента» (доступ осуществляется через опцию «Параметры эксперимента» в окне «ИЗМЕРЕНИЕ»). Источник будет работать в режиме Турбо до тех пор, пока не будет выведен из этого режима принудительно. В случае перехода спектрометра в режим ожидания источник возвращается в нормальный режим. Если спектрометр переходит в спящий режим, источник переключается на ждущий режим. Такая система обеспечивает увеличение срока службы источника.

Ждущий режим (Rest). В данном режиме происходит снижение температуры источника, которое продлевает срок его службы. Источник переходит в режим Rest автоматически, когда спектрометр переходит в спящий режим. Можно сконфигурировать источник таким образом, чтобы он переходил в режим Rest в указанное время (рис. 5)

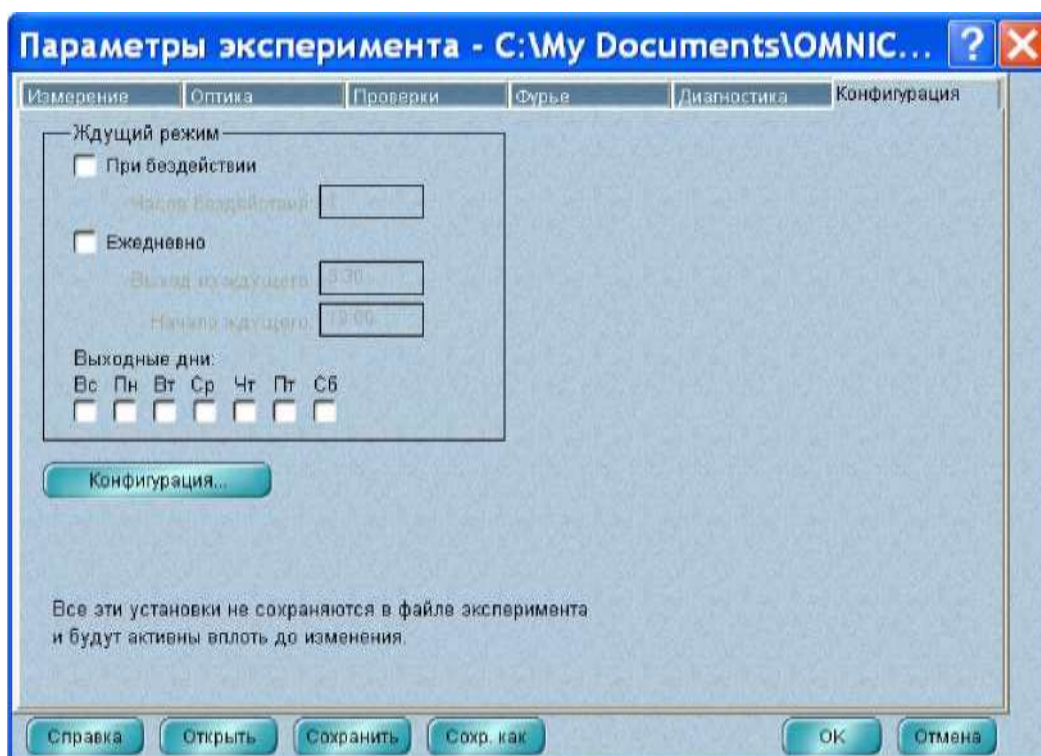


Рисунок 5. – Конфигурация ждущего режима

В случае возобновления активности, связанной со сбором данных, источник автоматически переходит в нормальный режим.

Переключение между различными встроенными источниками осуществляется путем изменения установки «Источник» под закладкой «Оптика» в диалоговом окне «Параметры эксперимента». Данная опция позволяет получить спектры для средней и дальней ИК области или для ближней ИК и видимой области. Спектральный диапазон определяется возможностями источника, светоделителя и детектора.

Если спектрометр оборудован эмиссионной приставкой, то он может использовать внешний источник. Луч от внешнего источника проходит через эмиссионный порт на правой панели спектрометра.

### Светоделители и детекторы

Со спектрометрами Nicolet 6700 можно использовать различные детекторы и светоделители. Тип детектора можно легко изменить, но тип светоделителя можно изменить только при наличии дополнительного оборудования. Некоторые светоделители и детекторы могут оказаться несовместимыми друг с другом. Некоторые детекторы могут улавливать только часть энергии источника, поэтому возникает необходимость изменения размера апертуры (если установлена) или установки энергетического фильтра.

При выборе комбинации светоделитель - детектор необходимо обратить внимание на совместимость и спектральный диапазон. Комбинации считаются совместимыми, если сигнала детектора хватает для юстировки светоделителя. Это не значит, что определенная комбинация обеспечит максимальную чувствительность каждого компонента.

В табл. 1 представлены наилучшие комбинации светоделитель - детектор.

**Таблица 1. Наилучшие комбинации светоделитель - детектор**

Детектор	Светоделитель					
	Ближняя ИК-область			Средняя ИК-область*		Дальняя ИК-область Solid Substrate™
	Кварц	CaF2	ХТ-КBr	KBr	CsI	
DTGS (KBr)	-	СК	ОК	ОК	СК	-
DTGS (CsI window)	-	-	СК	СК	ОК	-

DTGS (PE window)	-	-	-	-	СК	ОК
MCT-A	СК	СК	ОК	ОК	СК	-
MCT-B	СК	СК	ОК	ОК	СК	-
InSb	СК	ОК	СК	-	-	-
PbSe	СК	ОК	СК	-	-	-
Si	ОК	СК	-	-	-	-
PbS	СК	ОК	-	-	-	-
InGaAs	СК	ОК	СК	-	-	-

«-» - несовместимая комбинация; СК - совместимая комбинация; ОК - оптимальная комбинация; \* - в условиях чрезмерной влажности светодетектор ZnSe можно использовать в качестве светодетектора для средней ИК области; \*\* - подходит для комнатной температуры и версий с термоэлектрическим охлаждением.

В табл. 2 перечислены спектральные диапазоны совместимых комбинаций светодетектор - детектор.

Таблица 2. Спектральные диапазоны совместимых комбинаций светодетектор - детектор

Область	Свето-делитель	Детектор	Спектральный диапазон, см <sup>-1</sup>	Источник
1	2	3	4	5
Видимая	Кварц	PbSe	13000-2800*	ЕТС, бел. света
		Si <sup>1</sup>	25000-8600	Бел. света
	CaF2	PbSe	13000-2000*	ЕТС, бел. света
		Si <sup>1</sup>	14500-8600	Бел. света
Ближняя ИК	Кварц	MCT-A <sup>2</sup>	11700-2800*	ЕТС, бел. света
		MCT-B <sup>2</sup>	11700-2800*	ЕТС, бел. света
		InSb <sup>2, 3</sup>	11500-2800*	ЕТС, бел. света
		PbSe	13000-2800*	ЕТС, бел. света
		PbS TEC (с SabIR™)	10000-4200*	ЕТС, бел. света
		InGaAs	12000-3800	ЕТС, бел. света
	CaF2	MCT-A <sup>2</sup>	11700-1200*	ЕТС, бел. света
		MCT-B <sup>2</sup>	11700-1200*	ЕТС, бел. света
		InSb <sup>2, 3</sup>	11500-1850*	ЕТС, бел. света
		PbSe	13000-2000*	ЕТС, бел. света
		PbS TEC (с SabIR)	10000-4200*	ЕТС, бел. света
		InGaAs	12000-3800	ЕТС, бел. света
	ХТ-KBr	MCT-A <sup>2</sup>	11000-600*	ЕТС, бел. света
		MCT-B <sup>2</sup>	11000-400*	ЕТС, бел. света
		InSb <sup>2, 3</sup>	11000-1850*	ЕТС, бел. света
		PbSe	11000-2000*	ЕТС, бел. света



		DTGS-KBr	11000-375*	ЕТС, бел.света
		DTGS TEC	11000-375*	ЕТС, бел.света
		InGaAs	12000-3800	ЕТС, бел.света
Средняя ИК	KBr	DTGS-KBr	7400-350	ЕТС
		MCT-A <sup>2</sup>	7400-600	ЕТС
		MCT-B <sup>2</sup>	7400-400	ЕТС
		DTGS TEC	7100-350	ЕТС
		DTGS-CsI	6400-350	ЕТС
Средняя ИК	CaF <sub>2</sub>	DTGS-CsI	6400-225	ЕТС
		MCT-A <sup>2</sup>	6400-600	ЕТС
		MCT-B	6400-400	ЕТС
	ZnSe	DTGS-KBr	4000-650	ЕТС
		MCT-AJ	4000-650	ЕТС
		MCT-B t	4000-650	ЕТС
		DTGS TEC	4000-650	ЕТС
		DTGS-CsI	4000-650	ЕТС
Дальняя ИК	Solid-Substrate	DTGS-PE	700-50	ЕТС
		Si bolometer	700-20	ЕТС

\*Указанный спектральный диапазон представляет собой комбинацию диапазонов ЕТС и источников белого света и учитывает пределы комбинации светодетектор - детектор. Фактический диапазон, полученный при использовании одного из источников, будет гораздо уже.

<sup>1</sup>Детекторы Si можно использовать только с источниками белого света (галогеновыми).

<sup>2</sup>Перед использованием такие детекторы необходимо охладить жидким азотом. Детекторы InSb не дают сигнал под воздействием интенсивного света. При установке и юстировке необходимо начать с минимальной апертуры.

<sup>4</sup>Светодетекторы CsI очень гигроскопичны (чувствительны к влаге).

### Снятие спектров

#### Предварительная подготовка к снятию спектров

Перед началом сбора спектров необходимо проверить следующее:

1. Проверка системы продувки.

Для продувки ИК-Фурье спектрометра используют сухой воздух или азот, не содержащие пары воды, масла, углекислый газ и прочие реактивные или поглощающие ИК излучение материалы. Инертные газы, например, аргон, нельзя использовать для продувки, поскольку могут повредить спектрометр. Для продувки спектрометра не рекомендуется использовать легко воспламе-

няющиеся газы.

Систему продувки рекомендуется держать включенной постоянно. Это способствует своевременному очищению спектрометра от нежелательных газов, защищает оптику и улучшает термическую стабильность системы. Если спектрометр не оснащен приставкой Smart Purge, регулятор давления должен быть установлен на 20-40 фунтов на квадратный дюйм (psi), а показания расходомера составлять около 30 стандартных кубических футов в час (scfh).

## 2. Проверка десиканта.

Десикант предназначен для защиты светоделителя и прочих оптических компонентов, снижая количество накапливающихся внутри спектрометра паров воды. Пакет с десикантом должен находиться под крышкой отсека светоделителя. В процессе эксплуатации прибора необходимо ежемесячно (во влажном климате - чаще) проверять уровень влажности внутри спектрометра. Для этого используют кнопку «*Осушитель*» под закладкой «*Диагностика*» в диалоговом окне «**Параметры эксперимента**». Если влажность превышает установленное пороговое значение, на экране должно появиться предупреждение, в этом случае для обеспечения защиты оптики нужно заменить десикант.

## 3. Включение компонентов системы.

Выше было отмечено, что спектрометр рекомендуется держать включенным постоянно. В том случае, если прибор выключен, то необходимо провести его включение так, как описано в разделе «**Основные сведения о спектрометре**». После этого включают компьютер.

Выключение компонентов системы производится в обратной последовательности: компьютер - спектрометр - приставки.

## 4. Охлаждение детектора.

Охлаждение жидким азотом требуется лишь некоторым детекторам (например, МСТ или InSb). Для этого нужно заполнить дьюар детектора жидким азотом (дьюар вмещает около 750 мл), дать детектору остыть в течение 20 минут. После этого можно приступить к сбору спектров.

При работе с жидким азотом необходимо соблюдать осторожность, следуя правилам техники безопасности.

## 5. Запуск программного обеспечения OMNIC.

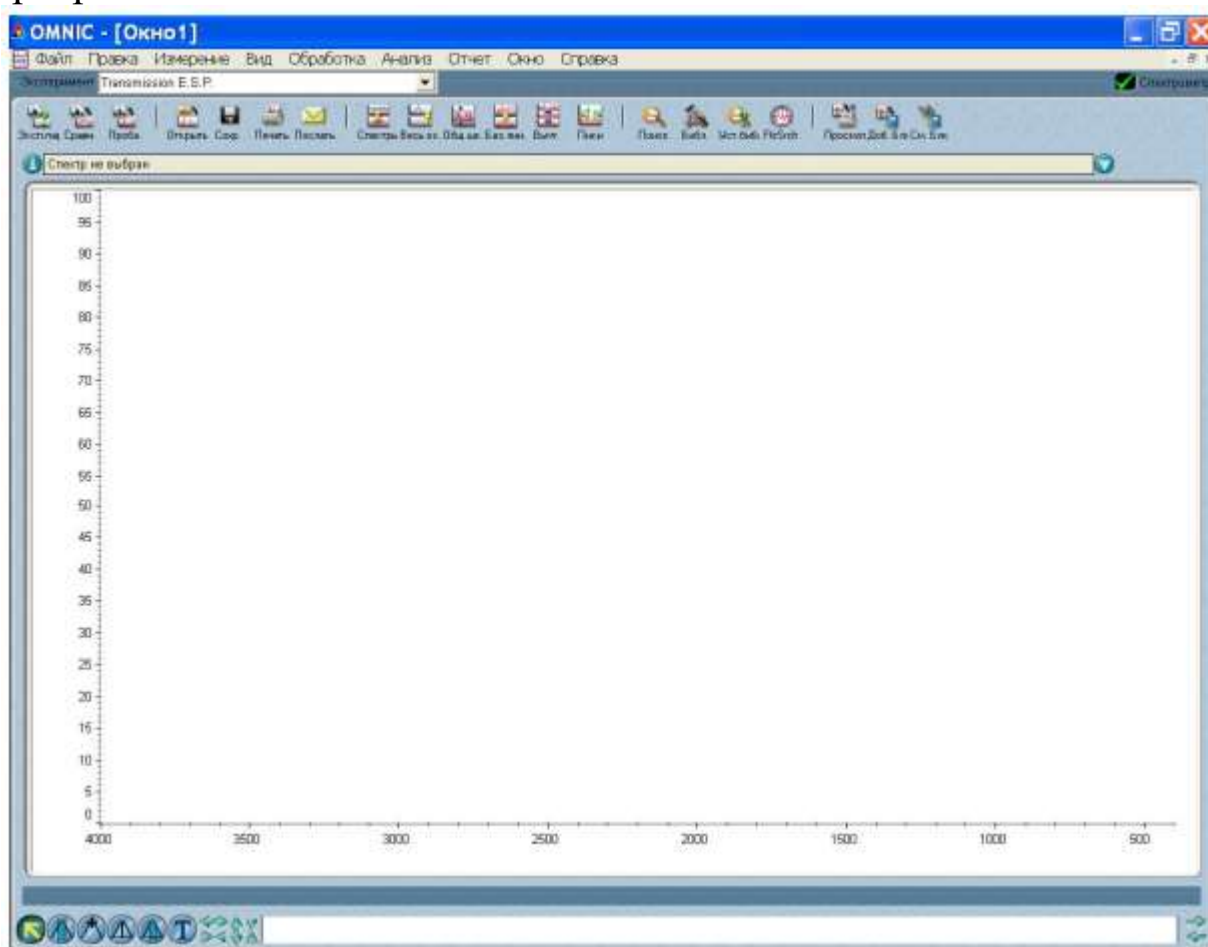
Запуск программного обеспечения можно осуществить следующими способами:

- двойным щелчком по левой клавише мыши по ссылке OMNISC на рабочем столе Windows;
- нажать на кнопку ПУСК в панели задач Windows, установить курсор на «ВСЕ ПРОГРАММЫ», выбрать папку Thermo Nicolet, а затем нажать на программу OMNISC.

На экране монитора появляется окно OMNISC, описание которого приведено в следующем разделе.

### Окно OMNISC

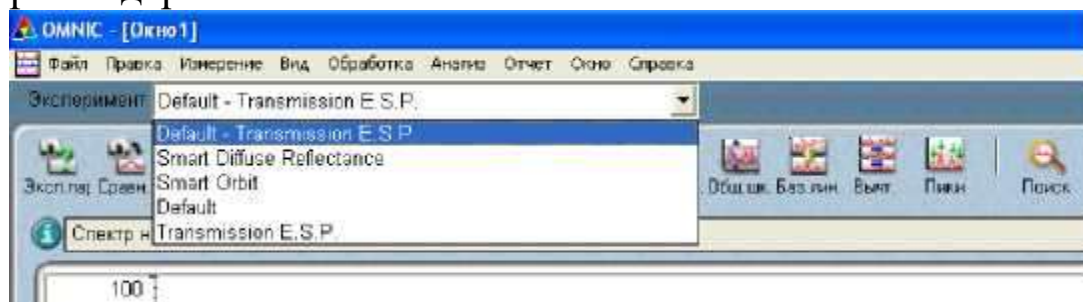
Окно OMNISC (рис. 6) появляется на экране при запуске программного обеспечения OMNISC.



**Рисунок 6.** – Окно OMNISC

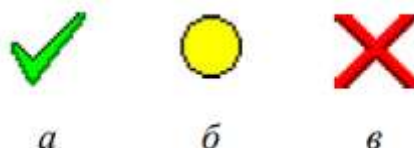
Внутри окна OMNISC находится окно спектра, предназначенное для представления спектра. Если спектр находится в этом окне, то с ним можно проводить различные операции, используя команды OMNISC. Например, можно изменить формат спектра или произвести поиск в спектральной библиотеке для идентификации соединения.

Под строкой заголовка находится строка меню (рис. 7), которая содержит названия всех меню OMNIC.



**Рисунок 7.** – Строка меню и поле эксперимент

Справа от поля «ЭКСПЕРИМЕНТ» находится индикатор «СПЕКТРОМЕТР». Если индикатор представляет собой зеленую галочку, это свидетельствует о том, что спектрометр успешно прошел через все диагностические тесты (рис. 8, а). О перегреве детектора свидетельствует желтый кружок индикатора (рис. 3, б). При этом на экране должно появиться соответствующее сообщение, позволяющее скорректировать ситуацию. Если индикатор представляет собой красный значок (рис. 3, в), это значит, что спектрометр не прошел диагностический тест. На экране должно появиться соответствующее сообщение, позволяющее получить доступ к инструкциям по исправлению сложившейся ситуации.



**Рисунок 8.** – Возможные показания индикатора

В верхней части окна OMNIC под строкой «ЭКСПЕРИМЕНТ» находится панель инструментов, каждая кнопка которой представляет определенную команду или функцию. Чтобы увидеть название команды, нужно подвести курсор к кнопке и немного подождать; для инициирования команды или функцию, нужно щелкнуть по кнопке левой кнопкой мыши.

В нижней части окна OMNIC находится палитра инструментов (рис. 9), содержащая шесть инструментов для выбора спектра (рис. 9, а) или спектральной области (рис. 9, б), изменения режима представления спектра в спектральном окне, определения высоты (рис. 9, г) и площади пика (рис. 9, д), а также для мечения пиков (рис. 9, е). О функциях отдельных инструментов свидетельствуют их названия и внешний вид



**Рисунок 9.** – Палитра инструментов:

*а* - выделение; *б* - выбор области; *в* - спектральный курсор; *г* - определение высоты пика; *д* - определение площади пика; *е* - создание комментариев.

Одновременно можно использовать только один инструмент. Чтобы воспользоваться инструментом, необходимо выделить его с помощью левой клавиши мыши. Инструмент останется выделенным до тех пор, пока не будет выбран другой инструмент.

В процессе использования инструмента над палитрой может появиться информация о работе инструмента (например, координаты курсора или границ выбранной спектральной области по осям *X* и *Y*). На рис. 10 показан пример значений по осям *X* и *Y* для инструмента выделения (курсор находится в пределах спектра).

X:(1318,206) Y:(2,797)

**Рисунок 10.** – Координаты курсора

### **Выбор эксперимента**

Программное обеспечение OMNIS содержит целый набор различных экспериментов. Выбор эксперимента осуществляется с помощью опции «**ЭКСПЕРИМЕНТ**», находящейся под строкой меню OMNIS (рис. 7) и позволяющей быстро установить параметры программного обеспечения для выбранного типа эксперимента. Также выбор эксперимента можно осуществить, выбрав опцию «*Открыть*» в диалоговом окне «**Параметры эксперимента**». Доступ к «**Параметрам эксперимента**» осуществляется через панель инструментов или меню «**ИЗМЕРЕНИЕ**».

Опцию «**Параметры эксперимента**» можно использовать для установки и сохранения собственных параметров экспериментов, а также для проверки и редактирования параметров выбранного эксперимента.

Если установлена приставка Smart Accessory™, выбор требуемого эксперимента осуществляется автоматически (также возможно представление списка возможных экспериментов).

Описанное в настоящем методическом руководстве учебное пособие использует эксперимент Default - Transmission (или Transmission E.S.P.). Такой эксперимент можно использовать в большинстве случаев.

### **Выбор конфигурации**

Прежде чем приступить к получению спектра, необходимо открыть конфигурационный файл для установки набора программных опций. Для этого в меню «**ФАЙЛ**» выбирают опцию «**Открыть конфигурацию**», на экране появляется диалоговое окно «**Открыть конфигурацию**» со списком возможных конфигурационных файлов. Открытие одного из этих файлов позволяет быстро установить целый набор опций.

Из предложенного списка конфигурационных файлов необходимо выбрать файл **DEFAULT.CON**, позволяющий установить опции для выбранной процедуры, и затем нажать ОК.

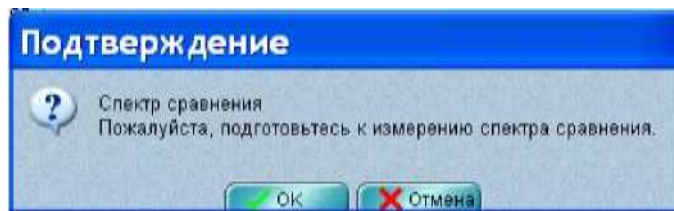
### **Получение спектра образца**

Запуск сбора данных, т.е. снятие ИК-спектра образца, можно осуществить одним из следующих способов:

1. Нажать на клавишу Sample в верхней части спектрометра (рис. 2).
2. Нажать левой клавишей мыши по кнопке «Проба» на панели инструментов.
3. Выбрать опцию «Спектр пробы» в меню «ИЗМЕРЕНИЕ».
4. Нажать одновременно клавиши Ctrl+S на клавиатуре.

Определение спектра образца обычно производится по отношению к спектру фона (спектру сравнения) - ответ спектрометра в отсутствие образца. Деление спектра образца на фон позволяет устранить влияние, оказываемое прибором и атмосферными условиями, и получить итоговый спектр, все пики которого принадлежат только образцу.

Используемый эксперимент Transmission E.S.P. предполагает получение спектра фона перед каждым образцом, на экране должна появиться подсказка подготовиться к получению спектра фона (рис. 7).



**Рисунок 11.** – Окно подтверждения снятия спектра сравнения

Посмотрев сквозь сдвижную дверцу и убедившись, что в используемой приставке отсутствует исследуемый образец, для запуска сбора данных нажимают ОК правой клавишей мыши или клавишу ОК/Enter на верхней панели спектрометра (рис. 2), дающей подтверждающий ответ, например, на вопрос подсказки, в процессе сбора данных.

Если в держателе приставки присутствует образец, то перед нажатием клавиши ОК/Enter его необходимо извлечь:

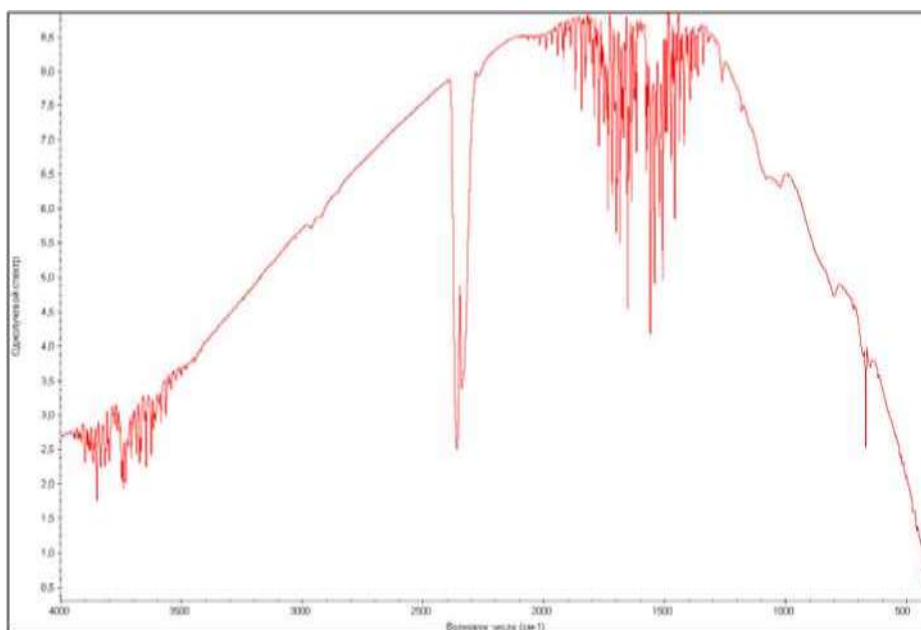
- *если спектрометр снабжен системой продувки, но не имеет приставки Smart Purge*, то открывают сдвижную дверцу, удаляют образец, закрывают дверцу, ждут одну минуту и нажимают ОК;

- *если спектрометр оборудован приставкой Smart Purge*, то открывают сдвижную дверцу, удаляют образец, а затем задвигают дверцу так, чтобы она осталась открытой примерно на 1 см до возвращения скорости потока продувочного газа к нормальной, закрывают дверцу полностью и нажимают ОК;

- *если спектрометр герметично закрыт и прошел десикацию*, то открывают сдвижную дверцу, удаляют образец, закрывают дверцу и нажимают ОК.

Спектр сравнения (спектр фона) появляется в окне OMNISC - [Проба]. В процессе сбора данных происходит обновление спектра.

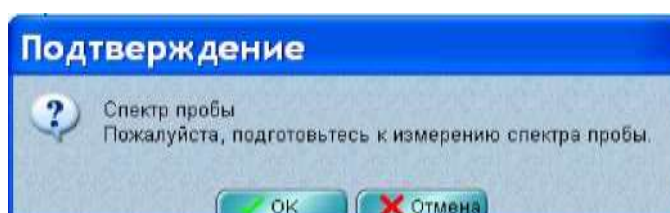
На рис. 12 представлен типичный спектр фона для средней ИК области.



**Рисунок 12.** – Спектр фона для средней ИК области

В большинстве случаев, если не были изменены параметры эксперимента, получать новый спектр фона для каждого спектра образца не обязательно. Однако для получения хороших результатов снятие спектра фона должно производиться регулярно (каждые четыре часа). Получение нового спектра фона для каждого образца обычно бывает необходимо только при проведении количественных экспериментов.

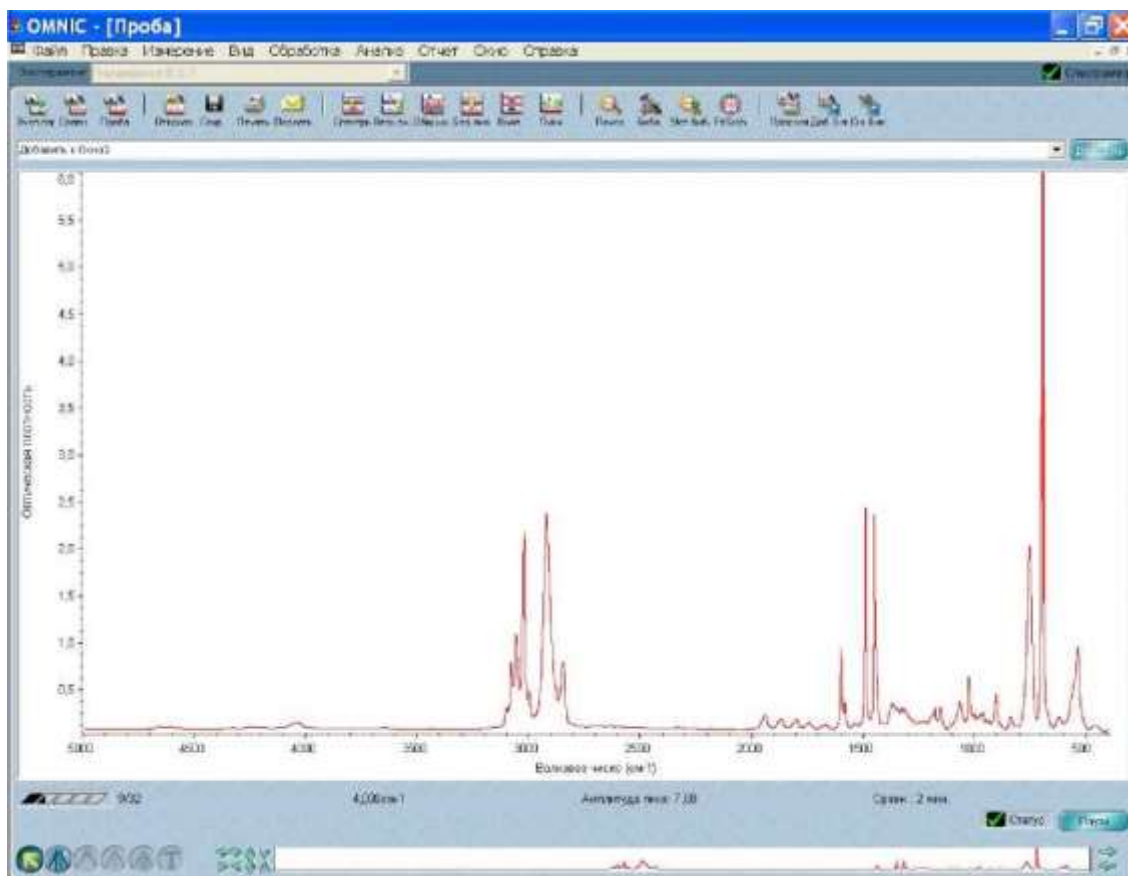
По окончании сбора данных на экране появляется подсказка подготовиться к получению спектра образца (рис. 13).



**Рисунок 13.** – Окно подтверждения снятия спектра пробы

Прежде, чем нажать клавишу ОК/Enter, в держатель приставки устанавливают исследуемый образец через сдвижную дверцу. В случае если спектрометр оборудован приставкой Smart Purge поступают так же, как и при удалении образца (см. выше) и нажимают клавишу ОК/Enter. После этого происходит сбор данных, в процессе чего осуществляется обновление спектра образца в окне OMNIC - [Проба] (рис. 14).





**Рисунок 14.** – Окно сбора данных спектра образца

Ход сбора данных отражает шкала, расположенная под спектром (рис.

15). Справа от шкалы через дробь приведено количество сканов, завершенных к текущему моменту, и общее количество сканов.



**Рисунок 15.** – Шкала сбора данных

Статус процедуры сбора данных демонстрирует индикатор «СТАТУС», расположенный в нижней части окна OMNISC - [Проба] (рис. 14). Если индикатор представляет собой зеленую галочку (рис. 8, а), это значит, что спектр успешно прошел проверку качества. Спектр можно добавить в спектральное окно (если добавление не производится автоматически) в том случае, когда сбор данных завершен и индикатор представляет собой зеленую галочку. В случае возникновения проблем в процессе сбора данных вид индикатора «СТАТУС» изменяется. Если индикатор представляет собой желтый кружок (рис. 8, б), это значит, что спектр не прошел проверку качества (измеренное значение нахо-

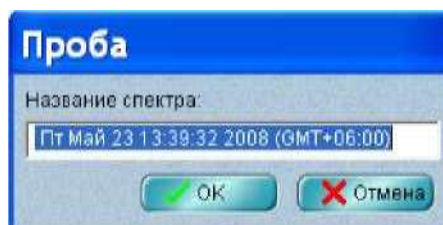
дится вне допустимого диапазона), но остановка сбора данных не требуется. О наличии серьезных проблем с качеством спектра свидетельствует красный значок индикатора (рис. 8, в). В этом случае необходимо устранить проблему и запустить процедуру получения спектра повторно.

Чтобы просмотреть информацию о процедуре сбора данных вместе со списком возникших проблем, необходимо щелкнуть по индикатору «СТАТУС», а также воспользоваться клавишей «Показать статус» из окна сообщения, появившегося на экране после завершения процедуры (рис. 16). Для каждой из перечисленных в списке проблем существует клавиша «Пояснение», обеспечивающая доступ к описанию проблемы и инструкциям по ее устранению.



**Рисунок 16.** – Окно подтверждения

После завершения сбора данных на экране появляется диалоговое окно с названием спектра образца по умолчанию (рис. 17), которое можно изменить. После нажатия ОК может появиться сообщение (рис. 16), позволяющее добавить спектр в спектральное окно.



**Рисунок 17.** – Окно названия спектра образца

Если выбрана опция «Помещать спектр в новое окно» (группа «Измерение», доступ к которой осуществляется через опцию «Настройка» в меню «ПРАВКА»), такое сообщение на экране не

появится. В этом случае программа автоматически помещает спектр в новое спектральное окно

Спектр образца добавляется в спектральное окно (рис. 18) нажатием клавиши «Да» (рис. 16). Если нажать «Нет», то процедура будет завершена без сохранения спектра. Выбор «Сканировать еще» позволит провести дополнительное сканирование с помощью кнопки «Еще», при этом произойдет возврат к окну OMNIC - [Проба].

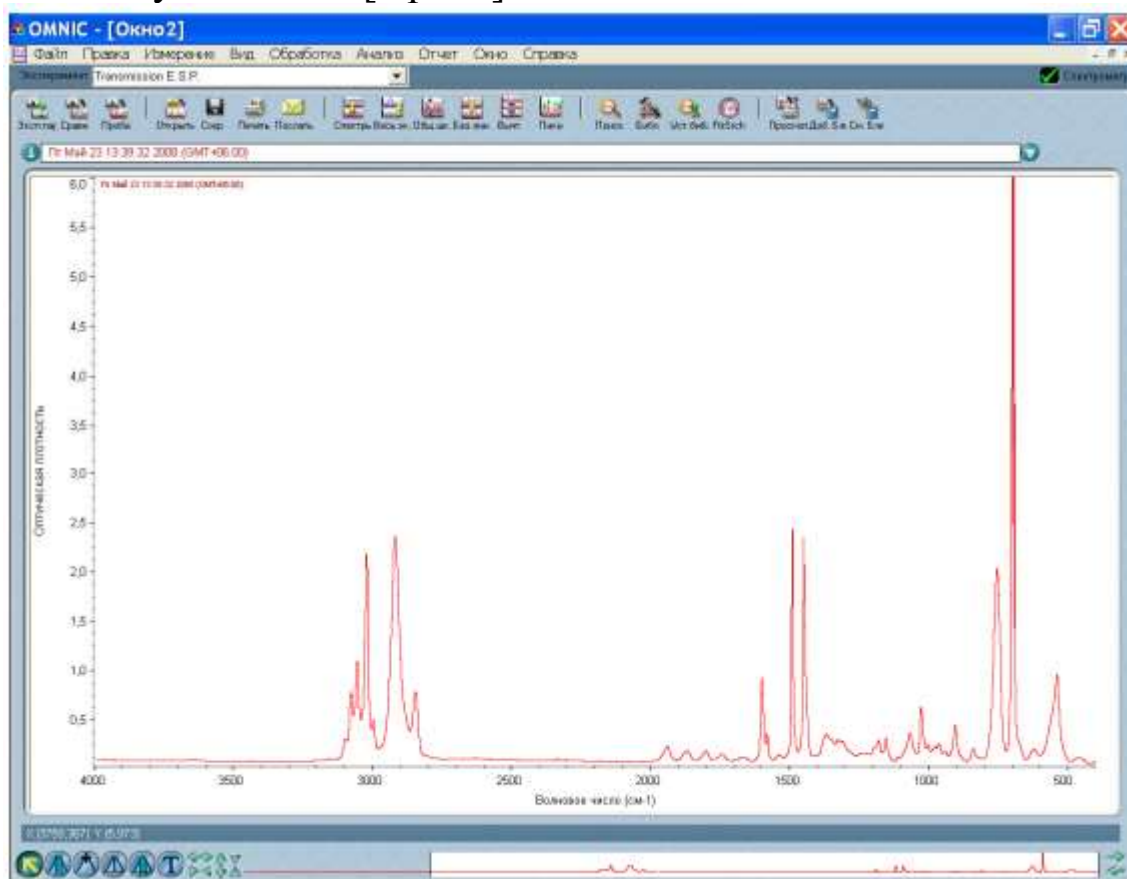


Рисунок 18. – Спектральное окно

### Повышение качества спектральных данных

#### *Повышение линейности и фотометрической точности*

Некоторые детекторы (в том числе PbSe, Si, MCT-A и InSb) очень чувствительны. Насыщение или появление возмущений (нелинейности и фотометрической неточности) может иметь место в том случае, если перед попаданием на детекторный элемент энергия света не снижается или если детектор дает слишком большое усиление.

Если детектор ненасыщен, то однолучевой спектр на участке  $600\text{-}375\text{ см}^{-1}$  представляет собой прямую линию, приближающуюся к нулевой интенсивности. Расстояние от 0 до базовой линии

должно быть меньше 1% от максимальной интенсивности спектра. Если детектор насыщен, то на стороне нижней длины волны будет наблюдаться ложная энергия. Базовая линия может быть расположена далеко от нуля. Когда расстояние между базовой линией и нулем превышает 20% от максимальной интенсивности спектра, это может свидетельствовать о перегрузке электроники детектора. В этом случае необходимо обратиться за помощью в службу поддержки пользователя.

Наличие возмущений сигнала может стать причиной проблем с фотометрической точностью. Для того, чтобы получить хорошие количественные результаты, интерферограммы образца и фона должны быть примерно одинакового размера. Рассеивающие образцы и образцы с повышенной плотностью дают очень слабые сигналы, которые при сравнении с более интенсивными фоновыми сигналами могут вызвать возмущение количественных данных.

Если интерферограммы фона и образца сильно отличаются по размеру, это может свидетельствовать о наличии проблем с фотометрической точностью.

Решить указанные проблемы можно следующими способами: 1) установить ограничивающий полосу пропускания фильтр; 2) установить энергетический экран; 3) отрегулировать дополнительную диафрагму (если установлена).

Следует отметить, что выбор экрана или фильтра зависит от анализируемых образцов и условий анализа.

Ограничивающие полосу пропускания *фильтры* используют для повышения соотношения сигнал - шум и предупреждения насыщения детектора. Фильтр обеспечивает попадание на детектор только требуемой энергии. Колесо с фильтрами позволяет автоматически установить фильтр в луч перед сбором данных.

Металлические энергетические *экраны* препятствуют насыщению детектора и возникновению возмущений, блокируя часть энергии на всех частотах инфракрасного луча. В зависимости от используемого типа детекторов система может содержать комплект из четырех энергетических экранов.

Если проводимые эксперименты предполагают использование широкого диапазона частот, энергетический экран может оказаться наиболее эффективным средством для улучшения качества спектра.

В табл. 3 приведены энергетические экраны и указан процент инфракрасной энергии, пропускаемый каждым из экранов. В табл.

3 также указаны детекторы, обычно используемые с каждым из экранов. Эту таблицу можно использовать как отправную точку для коррекции проблем с линейностью.

Таблица 3. Характеристики энергетических экранов

Экран	% пропускания <sup>1</sup>	Детектор
Нет	100	DTGS
A	30	MCT-A
B	10	
C	3	
D	1	

Дополнительное колесо с энергетическими экранами позволяет автоматически установить экран в луч перед началом сбора данных.

Дополнительная *диафрагма* имеет отверстие с изменяемым диаметром, которое позволяет контролировать угловой размер ИК луча и количество попадающего на образец излучения. Дополнительная диафрагма имеет следующие преимущества:

- позволяет использовать более чувствительные детекторы;
- предупреждает насыщение инфракрасной энергией, поэтому ответ детектора становится более линейным;
- повышает точность волновых чисел и разрешения, т.к. выполняет функцию направленного (точечного) источника ИК излучения.

В общем, чем больше диафрагма, тем выше отношение сигнал-шум полученных данных. Чем меньше диафрагма, тем выше стабильность и точность. Диафрагмы малых размеров

---

<sup>1</sup> Номинальные значения, которые могут варьировать по причине дифракции и мелких различий детекторов.

Для коррекции фотометрической точности может потребоваться экран, который пропускает меньшее количество ИК энергии. При использовании коррекции фотометрической точности может наблюдаться некоторое снижение отношения сигнал - шум, однако коррекция позволит получить более достоверные количественные данные. Это значит, что уменьшение отношения сигнал - шум меньше спада интенсивности сигнала.

используются для проведения экспериментов с высоким разрешением.

Детекторы DTGS могут принять большую часть энергии источника. Это значит, что с такими детекторами можно использовать диафрагму больших размеров. Детекторы с азотным охлаждением очень чувствительные, поэтому они требуют использования небольшой апертуры или энергетического экрана.

Если установлена приставка с переменной апертурой, установка опции «*Диафрагма*» определяет площадь ее отверстия. Удвоение установки параметра обеспечивает удвоение площади отверстия. Энергия света пропорциональна площади диафрагмы. Установка 100 обеспечивает номинальный диаметр диафрагмы (8 мм) и площадь отверстия около 0.50 см.

#### *Улучшение отношения сигнал - шум*

Оптимизация отношения сигнал-шум требуется при анализе качественных данных. Это может быть особенно важно в том случае, если исследуются рассеивающие образцы или образцы, поглощающие много инфракрасной энергии. Такие образцы дают слабый сигнал, который может легко «потеряться» из-за шума.

Улучшить отношение сигнал - шум можно несколькими способами. Наиболее часто используемый способ предполагает увеличение количества сканов, в результате которого снижается уровень шума. Повысить отношение сигнал – шум можно также, снизив разрешение (должна быть более высокой установка параметра «*Разрешение*», доступ к которому осуществляется через диалоговое окно «**Параметры эксперимента**» под закладкой «*Измерение*»).

Другой способ предполагает использование энергетического экрана, пропускающего больше света (или удаление энергетического экрана). В этом случае результирующий спектр может потерять в точности и стабильности. Проверка однолучевой базовой линии в районе нижнего предела позволяет получить полное представление о количестве возмущений. Если расстояние от 0 до базовой линии составляет более 15% от максимальной интенсивности спектра, вряд ли можно будет воспроизвести полученные результаты.

#### *Улучшение разрешения*

Для получения более высокого разрешения, можно уменьшить размер диафрагмы (если установлена соответствующая опция), а

также удалить или установить энергетический экран, который пропускает больше света. Программное обеспечение для управления спектрометром автоматически изменит установки диафрагмы, если требуется луч меньшего размера. Следует иметь в виду, что уменьшение размера луча влечет за собой уменьшение отношения сигнал – шум.

### Сохранение спектра

Сохранить полученный спектр на жестком диске можно следующим образом.

1. Выделить спектр образца, щелкнув по нему правой клавишей мыши.

2. Выбрать опцию **«Сохранить как»** в меню **«ФАЙЛ»**. На экране появляется диалоговое окно **«Сохранить как»**.

3. Ввести имя файла в поле *«Имя файла»*. Например, C:\My Documents\OMNIC\Spectra\POLY.SPA. Текст имени файла может быть набран заглавными или строчными буквами. Директория для сохранения файла по умолчанию определяется установками под закладкой *«Файл»* в диалоговом окне **«Параметры»** (доступ осуществляется через опцию **«Настройка»** в меню **«ПРАВКА»**). При введении имени также можно воспользоваться клавишей *«Имя файла по названию»*.

4. Нажать ОК.

Если введено имя уже существующего в данной директории файла, на экране появится сообщение с предложением заменить существующий файл. Нажатие No, позволит сохранить спектр под другим именем.

Спектр можно сохранить с использованием текущего имени файла и с помощью команды **«Сохранить»** в меню **«ФАЙЛ»**.

Для сохранения нескольких спектров в одном файле в виде группы следует выделить интересующие спектры правой клавишей мыши при нажатой клавише Ctrl на клавиатуре или воспользоваться опцией **«Выделить все»** в меню **«ПРАВКА»**. После этого нужно выбрать опцию **«Сохранить группу»** в меню **«ФАЙЛ»**. Группы спектров сохраняются в файлах с расширением .SPG.

В том случае, если в дальнейшем потребуется поместить в архив или восстановить оригинальные данные, то вместе со спектрами необходимо сохранить и интерферограмму.

### Открытие и удаление сохраненных спектров

Для открытия сохраненного спектра выбирают опцию «Открыть» в меню «ФАЙЛ», находят интересующий спектр или группу спектров, выделяют имена соответствующих файлов и нажимают «Открыть». Можно выбрать несколько файлов, держа нажатой клавишу Ctrl.

Для удаления сохраненного спектра выбирают опцию «Удалить файлы» в меню «ФАЙЛ», чтобы вывести на экран диалоговое окно «Удалить файлы», находят и выделяют требуемые файлы спектров (расширение .SPA или .SPG), после этого нажимают «Удалить».

### **Перевод спектра в другие единицы**

Наиболее часто используемыми единицами являются % пропускания и единицы поглощения. Если целью исследования является визуальное сравнение полученного спектра с опубликованными спектрами сравнения, то необходимо использовать % пропускания; для проведения количественного анализа используют единицы поглощения.

Меню «ОБРАБОТКА» позволяет перевести спектр в различные другие единицы, которые подробно рассмотрены в интерактивной справочной системе OMNISC Help:

1. единицы Кубелка-Мунка, использующиеся для поиска спектров диффузного отражения в библиотеках спектров поглощения;

2. фотоакустические единицы, использующиеся для спектров, полученных с использованием фотоакустической приставки;

3. единицы % отражения, эквивалентные единицам % пропускания, однако % отражения лучше использовать для спектров, полученных методом отражения;

4. единицы  $\log(1/R)$ , использующиеся для полученных методом отражения спектров, предназначенных для количественного сравнения. Концентрация компонента часто находится в линейной зависимости от значения  $\log(1/R)$ .

Многие команды OMNISC лучше работают со спектрами, полученными в единицах поглощения, спектр переводят в указанные единицы с помощью команды «Оптическая плотность» в меню «ОБРАБОТКА». Приведенный ниже пример предполагает перевод спектра, представленного на рис. 18, в спектр пропускания (%), а затем снова в единицы поглощения

Для перевода спектра образца (рис. 18), полученного в



единицах поглощения, в спектр пропускания (%) необходимо:

1. Выделить спектр, щелкнув по нему левой клавишей мыши.
2. Выбрать опцию «**Пропускание**» в меню «**ОБРАБОТКА**».

На рис. 19 приведен спектр пропускания.



**Рисунок 19.** – Спектр пропускания

Преобразовать спектр обратно в единицы поглощения можно, воспользовавшись опцией «**Оптическая плотность**» из меню «**ОБРАБОТКА**»

Мечение пиков

1. Мечение пиков с помощью команды «*Поиск пиков*».

Найти и пометить пики, которые выше установленного порога, можно, воспользовавшись командой «**Поиск пиков**» в меню «**АНАЛИЗ**».

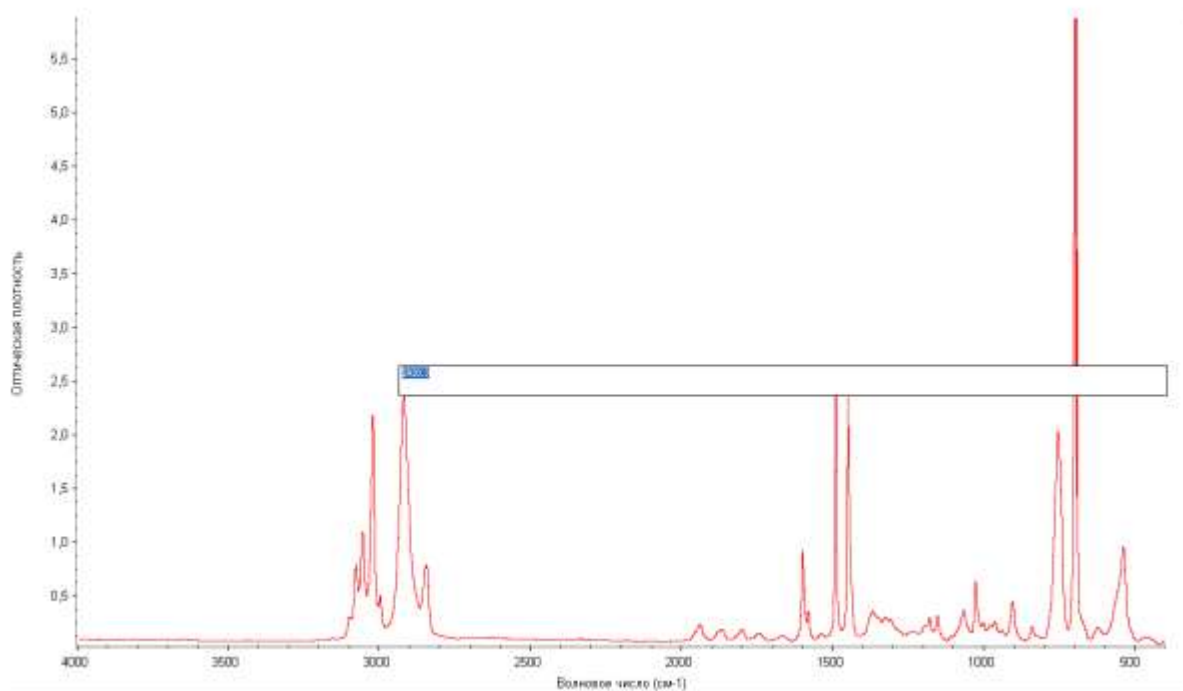
2. Мечение пиков с помощью инструмента для создания комментариев.

Чтобы воспользоваться инструментом для создания комментариев необходимо выделить его с помощью левой клавиши мыши на палитре инструментов (рис. 9, а). Данный инструмент

позволяет пометить пики, используя частоту их встречаемости (значения  $X$ ) или другую информацию.

Пометить пик можно щелкнув над ним с помощью указанного инструмента. При этом над пиком появятся выделенный текст ярлыка, который можно отредактировать, и линия, связывающая ярлык с пиком (рис. 9, б). Ввод окончательного варианта ярлыка подтверждается нажатием клавиши Enter на клавиатуре. Нажатие левой клавиши мыши рядом с пиком при нажатой клавише Shift позволяет более точно определить вершину пика. На спектре также появляется ярлык, ввод текста которого можно подтвердить нажатием на клавиатуре клавиши Enter.

Инструмент для создания комментариев позволяет производить и другие операции с ярлыком. Чтобы изменить существующий ярлык нужно щелкнуть по нему мышью, набрать новый текст и нажать Enter. Удалить существующий ярлык можно, щелкнув по нему мышью и нажав клавишу Delete



**Рисунок 20.** – Мечение пика с помощью инструмента для создания комментариев

### **Определение координат точки (X; Y) на спектре**

Для определения координат точки на спектре по оси  $X$  или  $Y$  нужно воспользоваться специальным курсором, выделив его с помощью левой клавиши мыши на палитре инструментов (рис. 9, в). Координаты точки появятся над палитрой инструментов (рис. 10) после того, как будет выделена интересующая точка курсором.

### **Определение высоты пика**

Для определения высоты пика нужно воспользоваться инструментом для определения высоты, выделив его с помощью левой клавиши мыши на палитре инструментов (рис. 9, г). После того, как будет отрегулирована базовая линия, над палитрой появятся скорректированное и нескорректированное значения высоты пика.

### **Определение площади пика**

Для определения площади пика нужно воспользоваться инструментом для определения площади пика, выделив его с помощью левой клавиши мыши на палитре инструментов (рис. 9, д) После того, как будет отрегулирована базовая линия, над палитрой появятся скорректированное и нескорректированное значения площади пика.

### **Представление спектров**

Чтобы проще было рассматривать или сравнивать спектры можно воспользоваться командами в меню «ВИД».

Опция «На весь экран» изменяет спектры таким образом, чтобы они точно соответствовали вертикальной шкале своей панели.

Опция «Автоматически на всю шкалу» проводит указанную операцию автоматически после применения видеоискателя или инструмента выделения. Выводимая на экран ось ординат соответствует выбранному спектру.

Опция «Общая шкала» изменяет спектры таким образом, чтобы они не были срезаны в верхней или нижней части. Это позволяет сравнивать интенсивности полос различных спектров.

Опция «Установить соответствие шкалы» меняет ось ординат спектра таким образом, чтобы она совпала с осью ординат выбранного спектра, при этом шкала выбранного спектра не меняется. Это позволяет сравнивать интенсивности полос различных спектров.

Опция «Смещение шкалы» сдвигает спектры по вертикали таким образом, чтобы уменьшить их перекрывание.

При использовании указанных команд необходимо помнить, что текущая ось ординат подходит для выбранного спектра, но может не подойти для других представленных в окне спектров.

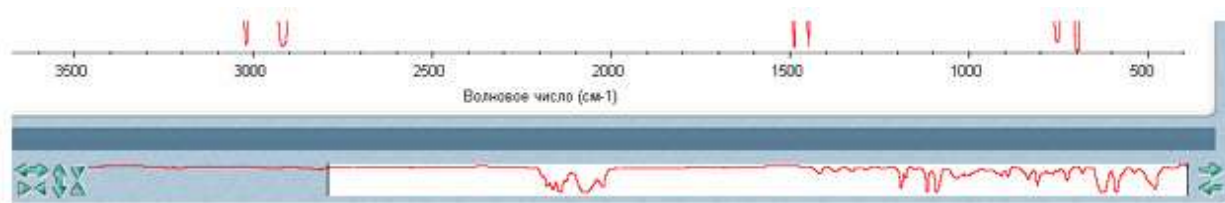
### **Масштабирование фрагмента спектра**

Масштабирование фрагмента спектра осуществляется одним из перечисленных ниже способом.

1. С помощью инструмента для выделения (рис. 9, а) нарисовать рамку во круг фрагмента, затем щелкнуть левой клавишей мыши внутри выделенного фрагмента.

2. Воспользоваться клавишами Expand/Contract в левой части видоискателя, расположенного в нижней части окна OMNIS (рис. 20), или перетащить маркеры внутри видоискателя, чтобы выделить меньшую область.

3. Растянуть или сжать спектр по горизонтали можно, воспользовавшись расположенными на левом конце клавишами видоискателя Horizontal Expand/Contract (рис. 21). Для того чтобы растянуть или сжать спектр по вертикали, можно воспользоваться расположенными на правом конце клавишами видоискателя Vertical Expand/Contract (рис. 21).



**Рисунок 21. – Видоискатель**

## **Перемещение спектра**

### **Перемещение спектра внутри панели спектра**

Переместить спектр внутри панели спектра вверх или вниз можно, воспользовавшись инструментом для выделения (рис. 9, а). Для перемещения спектра также можно использовать опцию «Окно управления» в меню «ВИД».

#### **Перемещение спектра в другое спектральное окно**

Перед перемещением спектра в другое спектральное окно необходимо выделить его с помощью инструмента для выделения (рис. 9, а). После этого перетащить спектр из одного окна в другое, при этом копия спектра появится во втором окне, а оригинал спектра останется в первом окне.

Для перемещения спектра можно также воспользоваться опциями «Копировать» или «Вырезать» в меню «ВИД» и вставить спектр в другое спектральное окно с помощью команды «Вставить».

## **Математические операции со спектрами**

## **Вычитание спектров**

Вычитание спектров может быть использовано для

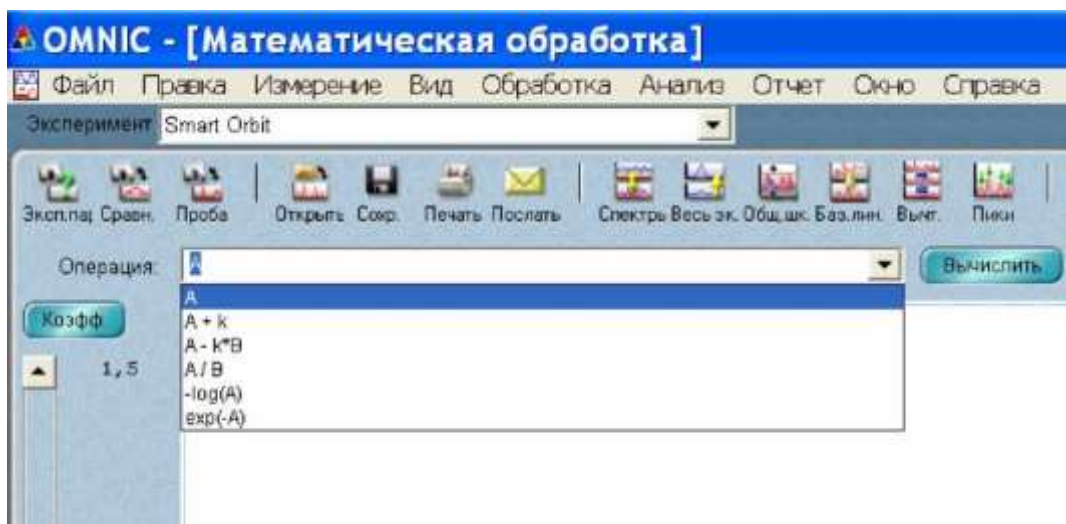
1. удаления пиков растворителя из спектра образца;
2. выделения компонентов из образца, представляющего собой смесь двух или более компонентов;
3. идентификации неизвестной примеси путем вычитания из спектра известного спектрального материала;
4. обеспечения качества путем вычитания спектра исходного образца из спектра следующего образца.

Для того, чтобы вычесть один спектр из другого, необходимо выбрать спектр – спектр образца, из которого требуется удалить спектральные элементы. Затем нажать на клавишу клавиатуры «Ctrl» и выбрать спектр – спектр сравнения, который нужно вычесть из спектра образца. После этого воспользуйтесь опцией «Вычитание» в меню «ОБРАБОТКА», при этом программное обеспечение вычисляет разность между двумя спектрами в каждой точке.

Вычитание возможно только в том случае, если выбрано два спектра. Спектр разности будет представлен на нижней панели. Этот спектр представляет собой результат вычитания спектра сравнения из спектра образца с использованием представленного слева от спектра коэффициента. Если результат вычитания не устраивает, то можно изменить этот коэффициент.

### **Другие математические операции**

Для манипуляции спектрами можно использовать любые математические действия с помощью опции «Математическая обработка» в меню «ОБРАБОТКА». При выборе команды на экране появится окно OMNIS - «Математическая обработка», позволяющее ввести требуемые операции в текстовое окно «Операция». Также можно выбрать один из примеров, представленных в разворачивающемся списке «Операция» (рис. 22). Программное обеспечение применит эти операции к значениям точек данных по оси Y и выведет на экран результирующий спектр.



**Рисунок 22.** – Окно OMNIS - «Математическая обработка»

### УСТАНОВЛЕНИЕ СОСТАВА ОБРАЗЦА

Установить состав исследуемого образца пробы можно, воспользовавшись функцией автоматического сравнения полученного спектра со спектрами из поисковых библиотек. Программное обеспечение сравнивает спектр образца со спектрами сравнения из соответствующего раздела библиотеки, после чего сообщает пользователю, совпадает ли спектр образца с библиотечным спектром и выводит на экран список библиотечных спектров, наиболее похожих на неизвестный спектр.

Чтобы провести сравнение спектра образца со спектрами сравнения из библиотеки, нужно сделать следующее:

1. Выделить спектр, щелкнув по нему правой клавишей мыши.

Для получения наилучших результатов к спектру можно применить одну из описанных ниже коррекций.

- Коррекция базовой линии проводится с помощью опции «Коррекция базовой линии» из меню «ОБРАБОТКА» в том случае, если эта линия наклонная, искривленная или сдвинутая по вертикали.

- Коррекция спектров, содержащих полосы полного поглощения. Устранение этих полос осуществляется с помощью опции «Маскирование» из меню «ОБРАБОТКА». При этом следует не затрагивать области, содержащие важную спектральную информацию. Выбрать область спектра, не содержащую полос полного поглощения, можно, воспользовавшись специальным инструментом (рис. 9), что позволит избежать потери важной

спектральной информации.

■ Коррекция Крамера-Кронига используется для корректирования дисперсионных эффектов спектров, полученных с использованием зеркального или диффузного отражения. Доступ к данной коррекции осуществляется через опцию «Другая коррекция» в меню «ОБРАБОТКА».

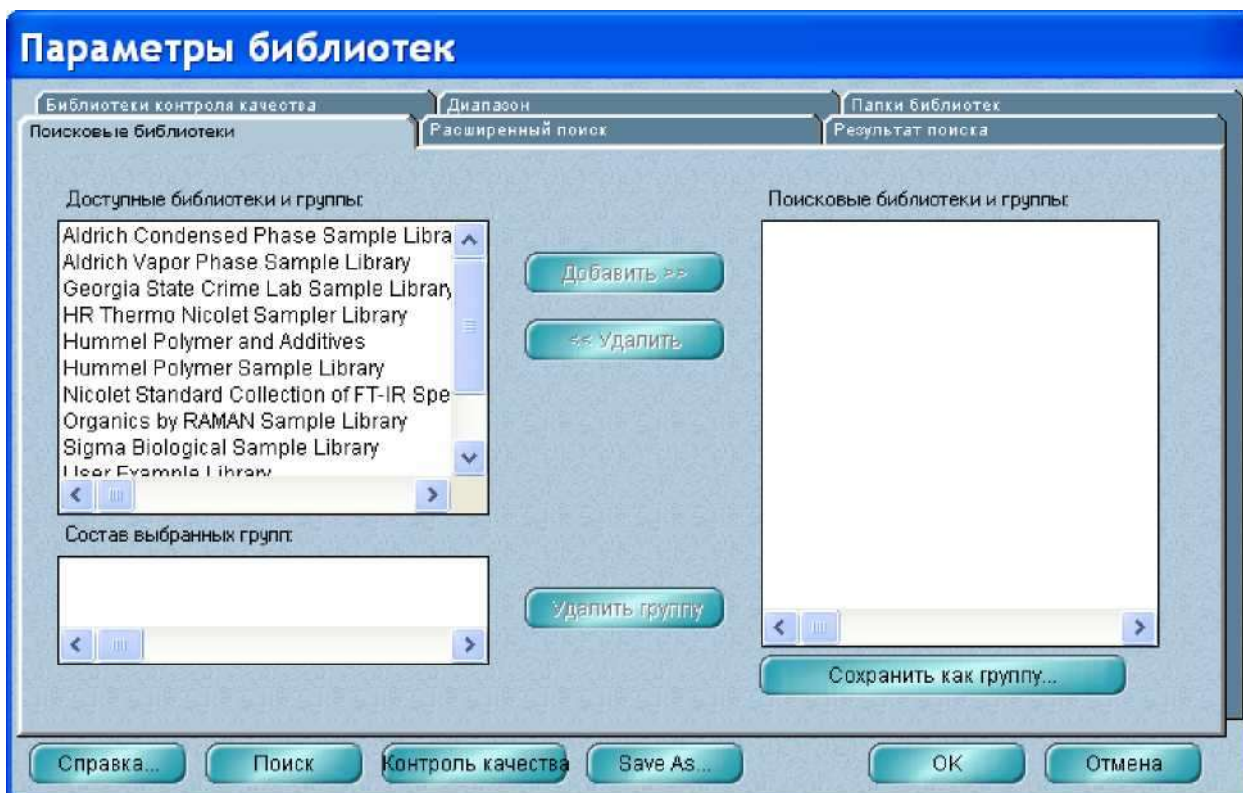
■ Коррекция ATR используется для корректирования глубины проникновения и осуществления поиска в библиотеке трансмиссионных спектров в спектрах, полученных с использованием приставки ATR (attenuated total reflection - нарушенное полное отражение). Доступ осуществляется через опцию «Другая коррекция» в меню «ОБРАБОТКА».

■ Спектр, содержащий пики воды или оксида углерода (IV), корректируют, удаляя пики этих веществ, с помощью опции «Другая коррекция» в меню «ОБРАБОТКА».

При поиске будут использованы только те фрагменты спектров, которые находятся внутри выбранной области (выбор осуществляется с помощью закладки «*Диапазон*» в диалоговом окне «*Параметры библиотек*»). Выбранная область должна совпадать с диапазоном библиотечных спектров. В том случае, когда диапазон спектра шире диапазона любого из библиотечных спектров, необходимо выбрать область с помощью специального инструмента, а затем запустить поиск. Для вывода на экран требуемой области также можно использовать видоискатель. Команда «*Поиск*» применяется к выбранной области или к фрагменту, который в текущий момент находится на экране, если область не была выбрана.

2. Выбрать опцию «*Параметры поиска*» в меню «*АНАЛИЗ*».

На экране появляется диалоговое окно «*Параметры библиотек*» с закладкой «*Поисковые библиотеки*» (рис. 23)



**Рисунок 23.** – Диалоговое окно «Параметры библиотек»

1. Добавить нужную библиотеку к списку сравнения.

Для этого нужно щелкнуть по соответствующему названию библиотеки в поле «Доступные библиотеки и группы», а затем нажать клавишу «Добавить». Библиотеки, перечисленные в поле «Поисковые библиотеки и группы» (рис. 21), будут использоваться для сравнения спектра интересующего образца.

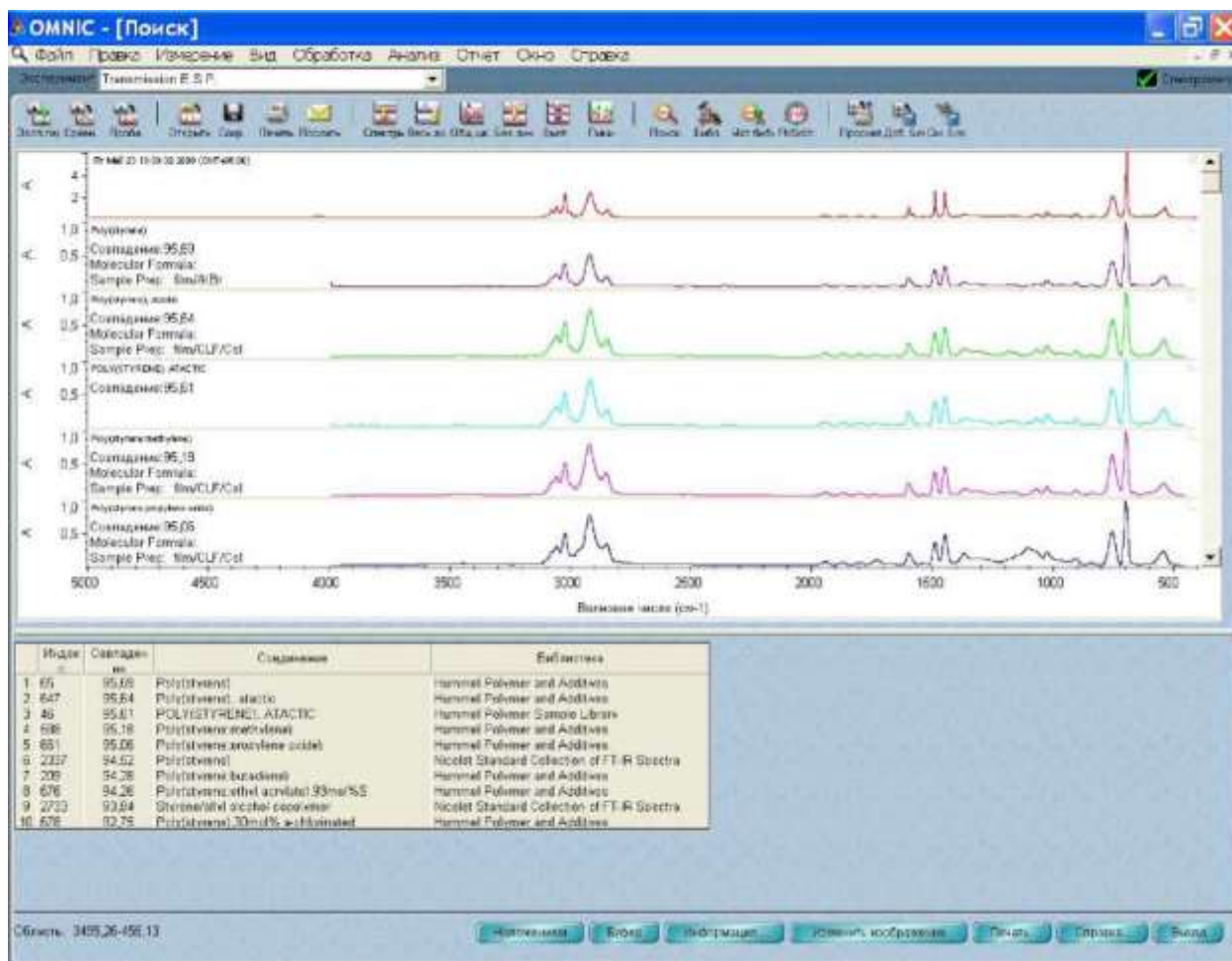
2. Выбрать «Поиск» в диалоговом окне «Параметры библиотек», чтобы запустить процедуру сравнения.

3. Запустить сравнение можно в любое время с помощью опции «Поиск» в меню «АНАЛИЗ».

После запуска процедуры поиска на экране должно появиться окно OMNIC - [Поиск]. В нижней части окна находится шкала, отражающая ход процедуры сравнения.

4. После завершения процедуры сравнения на отдельных панелях в верхней части окна появятся спектр образца и наиболее похожие на него библиотечные спектры (рис. 24). Комментарии находятся в нижней части экрана.





**Рисунок 24.** – Окно OMNIC - [Поиск], отражающее результаты поиска.

5. Закрывать окно OMNIC - [Поиск], выбрав функцию «Выход» в нижнем правом углу окна (рис. 24)

### Создание пользовательской библиотеки

Для создания пользовательской спектральной библиотеки при использовании программного обеспечения OMNIC, необходимо запустить мастер «Мастер создания библиотек», выбрав опцию «Работа с библиотеками» в меню «АНАЛИЗ» и щелкнув по клавише «Создание библиотеки» под закладкой «Названия библиотек».

Созданную библиотеку можно использовать вместе с готовыми библиотеками для идентификации неизвестных спектров, а также для проверки состава образца. Если библиотека имеет вид текстографического буферного файла, то можно найти спектр путем поиска текста.

После того, как библиотека будет создана, можно добавить к ней спектр одним из следующих способов:

1. Воспользовавшись опцией «Внесение в библиотеку» в меню «АНАЛИЗ» или перетащив спектр в соответствующую папку под закладкой «*Названия библиотек*» в окне «Работа с библиотеками».

2. Воспользовавшись клавишей «*Измерение спектра*» под закладкой «*Названия библиотек*» в окне «Работа с библиотеками» (доступ осуществляется через меню «АНАЛИЗ»), можно получить спектр и добавить его к пользовательской библиотеке. Программное обеспечение автоматически установит параметры эксперимента (например, «*Разрешение*») таким образом, чтобы спектр был совместим с параметрами выбранной библиотекой. Это позволяет получить и добавить совместимый спектр в один этап вместо трех (использование опции «Параметры эксперимента» для установки параметров, опции «Спектр образца» для получения спектра и опции «Внесение в библиотеку» для добавления спектра к библиотеке).

### **Ход работы**

1. Откалибруйте ИК-Фурье спектрометр, осуществив холостое измерение (сняв спектр воздуха)

2. Установите образец на предметный столик с ИК-излучателем, прижмите стальной клипсой.

3. Запустив программу OMNIC, проведите измерение ИК-спектра поглощения исследуемого образца.

4. Пользуясь встроенной библиотекой программы OMNIC идентифицируйте полученный спектр.

5. При необходимости, задействовав инструментарий, программно обработайте спектр, добавив соответствующие подписи и линии поглощения.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

### **Измерение параметров элементов и основных характеристик светодиодной лампы с помощью наноаналитического оборудования**

**Цель работы:** изучить основные элементы и характеристики светодиодной лампы.

**Приборы и принадлежности:** светодиодная лампа, растровый низковакуумный электронный микроскоп производства компании JEOL (Япония) РЭМ JSM-6610LV с термоэмиссионным катодом, СЗМ с конфокальным рамановским и флюоресцентным спектрометром OmegaScore™ (встроенная конфокальная камера).

### **КРАТКАЯ ТЕОРИЯ**

**ВНИМАНИЕ!!!** Работа с электричеством даже при низком напряжении может быть опасной - внимательно следуйте схемам подключения и инструкциям и всегда обращайтесь за советом к преподавателю, если вы в чем-то не уверены! При выполнении каждой лабораторной и практической работы необходимо соблюдать инструкцию по технике безопасности, которая размещена на сайте кафедры <https://swsu.ru/structura/up/ftd/kafedra-nt/instruktsii.php>

**Светодиодные лампы** или светодиодные светильники в качестве источника света используют светодиоды, применяются для бытового, промышленного и уличного освещения. Светодиодная лампа является одним из самых экологически чистых источников света. Принцип свечения светодиодов позволяет применять в производстве и работе самой лампы безопасные компоненты. Светодиодные лампы не используют веществ, содержащих ртуть, поэтому они не представляют опасности в случае выхода из строя или разрушения. Различают законченные устройства — светильники и элементы для светильников – сменные лампы.

**Сменная светодиодная лампа** – осветительный прибор, устанавливаемый в существующий светильник, изначально предназначенный как для установки сменных светодиодных ламп, так и для установки ламп другого типа – (люминесцентных, накаливания, галогенных), возможно, с некоторой доработкой. В настоящее время выпускаются светодиодные лампы практически

под все существующие типы цоколей. Производители кроме *напряжения питания, потребляемой мощности и цоколя, указывают оттенок белого света (цветовую температуру), срок службы лампы и мощность аналогичной лампы накаливания.* Основным элементом светодиодной лампы – белый светодиод.

**Белый светодиод** — многокомпонентный полупроводниковый прибор, излучающий свет, вызывающий в силу особенностей психофизиологии восприятия цвета человеком ощущение света, близкого к белому.

Различают два вида белых светодиодов:

**Многокристалльные светодиоды**, чаще — трёхкомпонентные (RGB-светодиоды), имеющие в своём составе три полупроводниковых излучателя красного, зелёного и синего свечения, объединённые в одном корпусе.

**Люминофорные светодиоды**, создаваемые на основе ультрафиолетового или синего светодиода, имеющие в своём составе слой специального люминофора, преобразующего в результате фотолюминесценции часть излучения светодиода в свет в относительно широкой спектральной полосе с максимумом в области жёлтого (наиболее распространённая конструкция). Излучение светодиода и люминофора, смешиваясь, дают белый свет различных оттенков.

В 1993 году Сюдзи Накамура, инженер компании Nichia (Япония), создал первый синий светодиод высокой яркости. Практически сразу появились светодиодные RGB устройства (красный (R), зелёный (G), голубой (B)), поскольку синий, красный и зелёный цвета позволяли получить любой цвет, в том числе и белый. Белые люминофорные светодиоды впервые появились в 1996 г. В дальнейшем технология быстро развивалась, и к 2005 году световая отдача светодиодов достигла значения 100 лм/Вт и более. Появились светодиоды с различными оттенками свечения, качество света позволило конкурировать с лампами накаливания и ставшими уже традиционными люминесцентными лампами. Началось использование светодиодных осветительных устройств в быту, во внутреннем и уличном освещении.

**Люминофорные светодиоды**

Комбинирование синего (чаще) или ультрафиолетового (реже) полупроводникового излучателя и люминофорного конвертера позволяет изготовить недорогой источник света с неплохими

характеристиками. Самая распространённая конструкция такого светодиода содержит синий полупроводниковый чип нитрида галлия, модифицированный индием (InGaN) и люминофор с максимумом переизлучения в области жёлтого цвета — иттрий-алюминиевый гранат, легированный трёхвалентным церием (ИАГ).

Часть мощности исходного излучения чипа покидает корпус светодиода, рассеиваясь в слое люминофора, другая часть поглощается люминофором и переизлучается в области меньших значений энергии. Спектр переизлучения захватывает широкую область от красного до зелёного, однако результирующий спектр такого светодиода имеет ярко выраженный провал в области зелёного – сине-зелёного цвета (Рис.1).

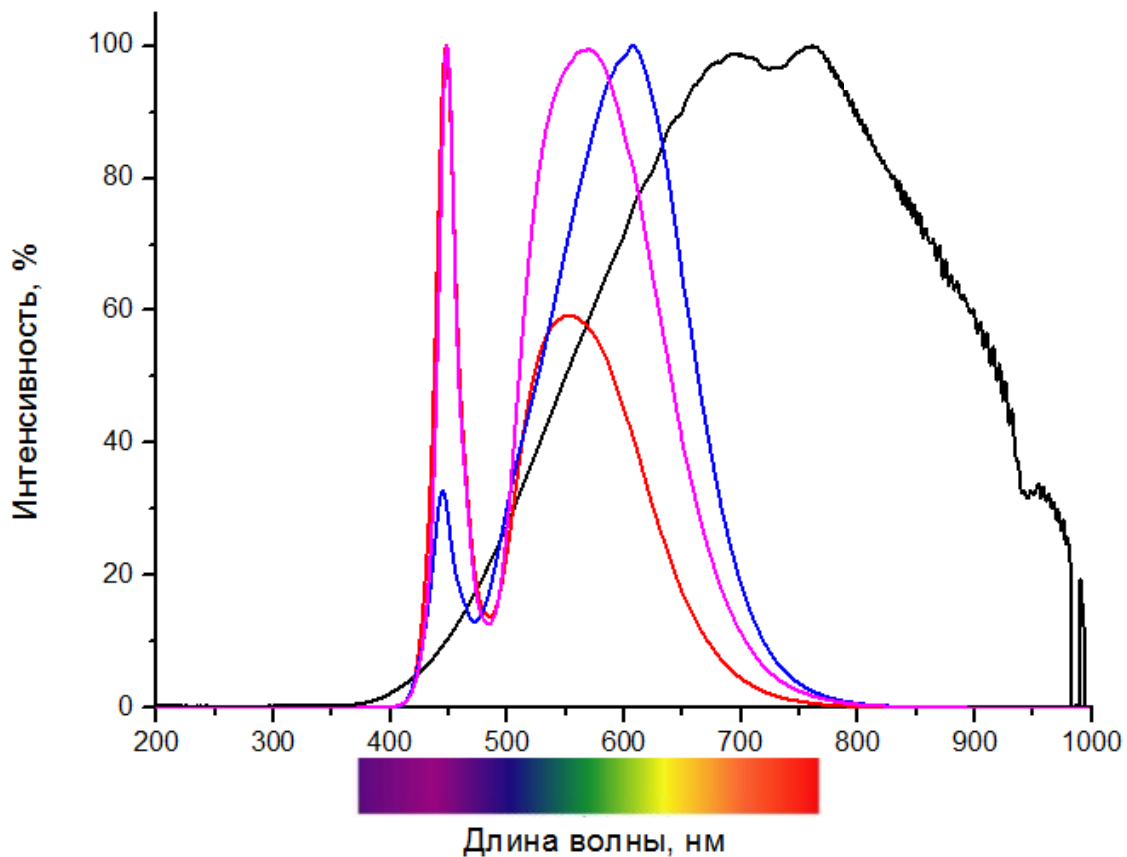


Рисунок 1 - Сравнение спектров нескольких люминофорных светодиодов разных производителей (линии красного, голубого и розового цветов) и традиционной лампы накаливания (для сравнения под шкалой представлена часть спектра, которая воспринимается человеческим глазом)

В зависимости от состава люминофора выпускаются светодиоды с разной цветовой температурой («тёплые» и «холодные»).

### Конструкция люминофорных светодиодов

Современный люминофорный светодиод — это сложное устройство, объединяющее много оригинальных и уникальных технических решений. Светодиод имеет несколько основных элементов, каждый из которых выполняет важную, зачастую не одну функцию:

а) **Светодиодный чип.** Полупроводниковый материал, используемый в составе светодиодов, кроме собственно способности излучать свет с высокой эффективностью, должен иметь хорошую оптическую прозрачность (для обеспечения свободного выхода квантов света из активной области), иметь хорошую электрическую проводимость (для снижения активных потерь при прохождении тока) и ещё удовлетворять многим критериям технологичности в производстве.

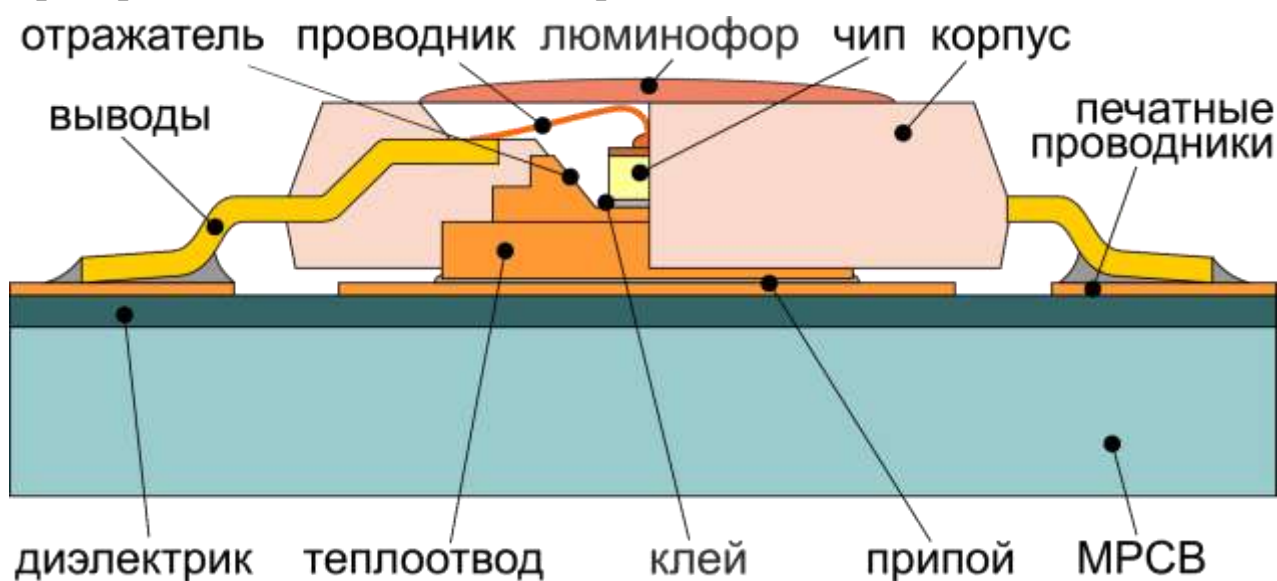


Рисунок 2 - Схема одной из конструкций белого светодиода. (МРСВ – печатная плата с высоким коэффициентом теплопроводности)

б) **Люминофор.** Слой люминофора или смеси люминофоров подбирается весьма тщательно. Кроме достаточно широкого спектра переизлучения, активный материал и вещество, которое играет роль носителя, должны обеспечивать минимальный уровень безызлучательного поглощения. Особое внимание уделяется температурной стойкости и стабильности при длительной работе.

Способ нанесения люминофора во многом определяет цветовые характеристики, в том числе угловые характеристики цвета и яркости.

в) **Кристаллодержатель.** Медный или другой материал, обработанный специальным образом для обеспечения хороших отражающих свойств и максимальной теплопроводности. Современные конструкции светодиодов позволяют обеспечить достаточно низкое тепловое сопротивление, например за счёт пайки на поверхность теплопроводного элемента корпуса светильника. Кристаллодержатель обычно сочетает в себе и функцию отражателя света, поскольку часть переизлучённой энергии, а также часть рассеянного в слое люминофора света возвращается обратно.

г) **Клей или эвтектический сплав.** Способ крепления светодиодного чипа в корпусе должен обеспечивать прочность соединения, хороший и равномерный электрический контакт и отличную теплопроводность. Кроме этого, должен иметь хорошую отражающую способность и выдерживать длительное воздействие высокой температуры.

д) **Отражатель.** Форма и размер отражателя, совместно с оптической линзой формируют необходимую диаграмму направленности светодиода. Для увеличения отражающей способности, поверхность кристаллодержателя, отражателя и токоподводящих элементов имеют специальные покрытия из различных материалов, от простых вариантов из серебра и алюминия до сложных композитных покрытий, представляющих собой распределённый брэгговский отражатель.

е) **Защитный компаунд,** объединяющий собственно элемент, защищающий структуру светодиода от коррозии и воздействия окружающей среды, и линзу (в случае необходимости фокусирования светового потока).

ж) **Токоподводящие элементы.** Проводники или токоподводящие нити подводят ток к верхней, направленной наружу, стороне полупроводникового чипа. Такой проводник и способ его крепления должен, с одной стороны, обеспечить хороший контакт и низкое активное сопротивление току, с другой стороны, не должен препятствовать выходу света.

Все элементы конструкции светодиода испытывают тепловые нагрузки и должны быть подобраны с учетом степени их теплового

расширения. И немаловажным условием хорошей конструкции является технологичность и низкая стоимость сборки светодиодного прибора и монтажа его в светильник.

#### Яркость и качество света

Самым важным параметром считается даже не яркость светодиода, а его световая отдача, то есть световой выход с каждого ватта потреблённой светодиодом электрической энергии. Световая отдача современных светодиодов достигает 150 – 170 лм/Вт. Теоретический предел технологии оценивается в 260 – 300 лм/Вт. При оценке необходимо учитывать, что эффективность светильника на базе светодиодов существенно ниже за счёт КПД источника питания, оптических свойств рассеивателя, отражателя и других элементов конструкции. Кроме того, производители зачастую указывают начальную эффективность излучателя при нормальной температуре. Тогда как температура чипа в процессе работы значительно выше. Это приводит к тому, что реальная эффективность излучателя ниже на 5—7 %, а светильника — зачастую вдвое.

Второй не менее важный параметр — качество производимого светодиодом света. Для оценки качества цветопередачи существует три параметра:

1) **Цветовая температура**, цветовая коррелированная температура (correlated color temperature, CCT) — характеризует оттенок цвета, даётся производителями для указания субъективного восприятия цветового оттенка света, производимого источником, в сравнении с Планковским чёрным телом, нагретым до указанной температуры (в Кельвинах). Для освещения жилых помещений, преимущественно используют излучатели тёплого света (от 2700 К до 3000 К) и в некоторых случаях нейтрального (от 3500 К до 4000 К).

2) **Индекс цветопередачи** (color rendering index, CRI) — характеризует полноту спектра излучения, способность передавать правильно цвет предметов, по сравнению с солнечным светом. Определяется по стандарту опытным путём при сравнении цвета восьми эталонов, освещённых тестовым источником и максимально приближенным к идеальному. Считается, что источник бытового освещения должен иметь индекс цветопередачи не менее 80.

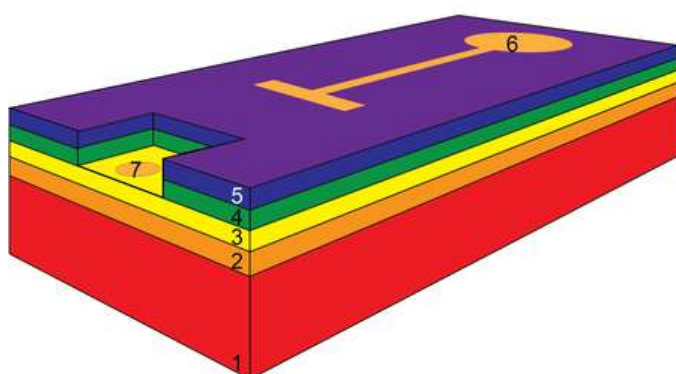
3) **Качество света**. Цветовая температура и индекс цветопередачи во многих случаях не могут адекватно передать качество



производимого светодиодами света. Это в основном определяется особенностями спектра с резкими выбросами и провалами. Некоторые цвета, такие как глубокий красный, не анализируются по стандарту измерения CRI. Для более полной оценки качества света принимаются новые методики, например, основанные не на восьми, а на девяти эталонах (с дополнительным девятым эталоном красного цвета R9), шкала качества цвета (Color Quality Scale, CQS), которая в будущем может заменить CRI.

### Технологии и устройство

Активный слой чипа светодиода представляет собой очень тонкие (10-15 нм толщиной) перемежающиеся слои полупроводников р- и n-типа, которые состоят из таких элементов как In, Ga и Al. Такие слои эпитаксиально выращивают с помощью метода MOCVD (metal-oxide chemical vapor deposition или химическое осаждение из газовой фазы).



Легенда:

1. Сапфировая подложка
2. Буферный слой на основе GaN
3. n-GaN токопроводящий слой
4. Активный слой на основе InGaN
5. p-GaN токопроводящий слой
6. Анод
7. Катод

Данные о устройстве светодиода взяты на сайте компании Оптима (<http://www.optogan.ru/assets/files/spec/ОИТ-х102300х.pdf>)

Рисунок 3 - Схематичное представление устройства светодиода

### Задания к лабораторной работе и порядок действий при их выполнении

1. Составьте перечень необходимого оборудования для изучения устройства светодиодной лампы, геометрических параметров ее чипа, содержащего синий светодиод.
2. Составьте план по определению устройства светодиодной лампы (предварительный поиск информационных источников, выбор инструментов). Разберите светодиодную лампу. Рассмотрите ее внутреннее устройство.
3. Составьте план по изучению геометрических параметров лазерного светодиода с помощью оптического микроскопа. Сделайте оптическую микрофотографии чипа светодиода, рассмотрите, рассмотрите токопроводящие контакты.

4. Исходя из информационных источников, чип должен быть защищен тремя слоями полимера: 1) полимер с люминофором; 2) мягкий полимер (клей), затем выпуклая оболочка из твердого полимера (играющая роль коллиматора); 3) мягкий полимер (клей) и твердый полимер защищающий непосредственно поверхность чипа. Составьте план послойного изучения полимерных покрытий и сделайте ряд оптических микрофотографий.

5. Составьте план по изучению поверхности светодиода с помощью СЭМ. Рассмотрите упорядоченные конусные структуры на подложке, сделайте их СЭМ-изображение. (Одна из проблем, которая мешает реализовать 100% конверсию (преобразование 1 электрона в 1 фотон) электричества, заключается в том, что свет «блуждает» внутри кристалла из-за эффекта полного внутреннего отражения на границе кристалл/воздух: увеличивается длина пути до выхода света из кристалла и, в конечном счёте, такой блуждающий фотон может поглотиться. Один из путей решения – использование структурированных подложек. Поэтому, в современной светодиодной промышленности широко используется метод формованной подложки. Такое микроструктурирование приводит к повышению эффективности светоотдачи всего диода. Поэтому на подложке наблюдаются упорядоченные конусные структуры.)

6. По полученным данным произведите поиск информационных источников, в которых указаны производители светодиодных ламп. Кем получена нобелевская премия за создание синего светодиода, используемого в светодиодной лампе?

## КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Каков план проведения измерений по определению параметров люминофорных светодиодов белого цвета? Чем они отличаются от многокристалльных светодиодов (RGB)?

2. Исходя из составленного плана проведения измерений, проанализируйте перечень необходимого оборудования для определения основных частей светодиодной лампы?

3. Для чего при планировании данных измерений необходимо учитывать анализ изображений структуры подложки?

4. Каким информационным ресурсом нужно воспользоваться, чтобы найти инструкцию менеджмента безопасности лабораторий кафедры нанотехнологий, общей и прикладной физики?

5. Что такое цветовая температура? Как определить холодный или теплый свет у лампы, зная ее цветовую температуру?

6. Из каких основных частей состоит светодиодная лампа?

7. Расскажите о принципах работы гидридной эпитаксии MOCVD (metal-oxide chemical vapor deposition или химическое осаждение из газовой фазы).

8. Сравните спектры излучения белого светодиодной лампы и лампы накаливания с кривой видности человеческого глаза. Сделайте вывод.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4.

### Планирование и проведение измерений основных характеристик и параметров элементов ЖК-дисплея

**Цель работы:** изучить характеристики и основные компоненты пикселя ЖК(LCD)-дисплея, определить размер субпикселя (RGB).

**Приборы и принадлежности:** жидкокристаллический дисплей мобильного телефона, растровый низковакуумный электронный микроскоп производства компании JEOL (Япония) РЭМ JSM-6610LV с термоэмиссионным катодом, СЗМ с конфокальным рамановским и флюоресцентным спектрометром OmegaScore™ (встроенная конфокальная камера).

### КРАТКАЯ ТЕОРИЯ

**ВНИМАНИЕ!!!** Работа с электричеством даже при низком напряжении может быть опасной - внимательно следуйте схемам подключения и инструкциям и всегда обращайтесь за советом к преподавателю, если вы в чем-то не уверены! При выполнении каждой лабораторной и практической работы необходимо соблюдать инструкцию по технике безопасности, которая размещена на сайте кафедры <https://swsu.ru/structura/up/ftd/kafedra-nt/instruktsii.php>

Жидкокристаллический дисплей (англ. liquid crystal display, LCD) — плоский дисплей на основе жидких кристаллов, а также устройство (монитор, телевизор) на основе такого дисплея.

Жидкокристаллический дисплей с активной матрицей (TFT LCD, англ. thin-film transistor — тонкоплёночный транзистор) — разновидность жидкокристаллического дисплея, в котором используется активная матрица, управляемая тонкоплёночными транзисторами.

Важнейшие характеристики ЖК-дисплеев:

- тип матрицы определяется технологией, по которой изготовлен ЖК-дисплей;
- класс матрицы; стандарт ISO 13406-2 выделяет четыре класса матриц;
- разрешение — горизонтальный и вертикальный размеры, выраженные в пикселях;

- размер точки (размер пикселя) – расстояние между центрами соседних пикселей. Непосредственно связан с физическим разрешением;
- соотношение сторон экрана (пропорциональный формат) – отношение ширины к высоте (5:4, 4:3, 3:2 (15÷10), 8:5 (16÷10), 5:3 (15÷9), 16:9 и др.);
- видимая диагональ – размер самой панели, измеренный по диагонали. Площадь дисплеев зависит также от формата: при одинаковой диагонали, монитор формата 4:3 имеет большую площадь, чем монитор формата 16:9;
- контрастность – отношение яркостей самой светлой и самой тёмной точек при заданной яркости подсветки. В некоторых мониторах используется адаптивный уровень подсветки с использованием дополнительных ламп, приведённая для них цифра контрастности (так называемая динамическая) не относится к статическому изображению;
- яркость – количество света, излучаемое дисплеем (обычно измеряется в канделах на квадратный метр);
- время отклика – минимальное время, необходимое пикселю для изменения своей яркости. Составляется из двух величин:
  - 1) время буферизации (input lag). Высокое значение мешает в динамичных играх; обычно умалчивается; измеряется сравнением с кинескопом в скоростной съёмке. В большинстве дисплеев сейчас время буферизации колеблется в пределах 20 – 50 мс;
  - 2) время переключения. Указывается в характеристиках монитора. Высокое значение ухудшает качество видео; методы измерения неоднозначны. Сейчас практически во всех мониторах заявленное время переключения составляет 2– 6 мс;
- угол обзора – угол, при котором падение контраста достигает заданного, для разных типов матриц и разными производителями вычисляется по-разному, и часто не подлежит сравнению. Некоторые производители указывают в технических параметрах своих мониторов углы обзора, такие, к примеру, как: CR 5:1 – 176/176°, CR 10:1 – 170/160°. Аббревиатура CR (англ. contrast ratio) обозначает уровень контрастности при указанных углах обзора относительно контрастности при взгляде перпендикулярно экрану. В приведённом примере, при углах обзора 170°/160° контрастность

в центре экрана снижается до значения не ниже, чем 10:1, при углах обзора  $176^\circ/176^\circ$  – не ниже, чем до значения 5:1.

### Устройство

Конструктивно дисплей состоит из следующих элементов:

- 1) ЖК-матрицы (первоначально — плоский пакет стеклянных пластин, между слоями которого и располагаются жидкие кристаллы; в 2000-е годы начали применяться гибкие материалы на основе полимеров);
- 2) источников света для подсветки;
- 3) контактного жгута (проводов);
- 4) корпуса, чаще пластикового, с металлической рамкой для придания жёсткости.

Состав пикселя ЖК-матрицы (см. рисунок 1):

- два прозрачных электрода;
- слой молекул, расположенный между электродами;
- два поляризационных фильтра, плоскости поляризации которых (как правило) перпендикулярны.

Если бы жидких кристаллов между фильтрами не было, то свет, пропускаемый первым фильтром, практически полностью блокировался бы вторым фильтром.

Поверхность электродов, контактирующая с жидкими кристаллами, специально обработана для изначальной ориентации молекул в одном направлении. В TN-матрице эти направления взаимно перпендикулярны, поэтому молекулы в отсутствие напряжения выстраиваются в винтовую структуру. Эта структура преломляет свет таким образом, что до второго фильтра плоскость его поляризации поворачивается и через него свет проходит уже без потерь. Если не считать поглощения первым фильтром половины неполяризованного света, ячейку можно считать прозрачной.

Если же к электродам приложено напряжение, то молекулы стремятся выстроиться в направлении электрического поля, что искажает винтовую структуру. При этом силы упругости противодействуют этому, и при отключении напряжения молекулы возвращаются в исходное положение. При достаточной величине поля практически все молекулы становятся параллельными, что приводит к непрозрачности структуры. Варьируя напряжение, можно управлять степенью прозрачности.

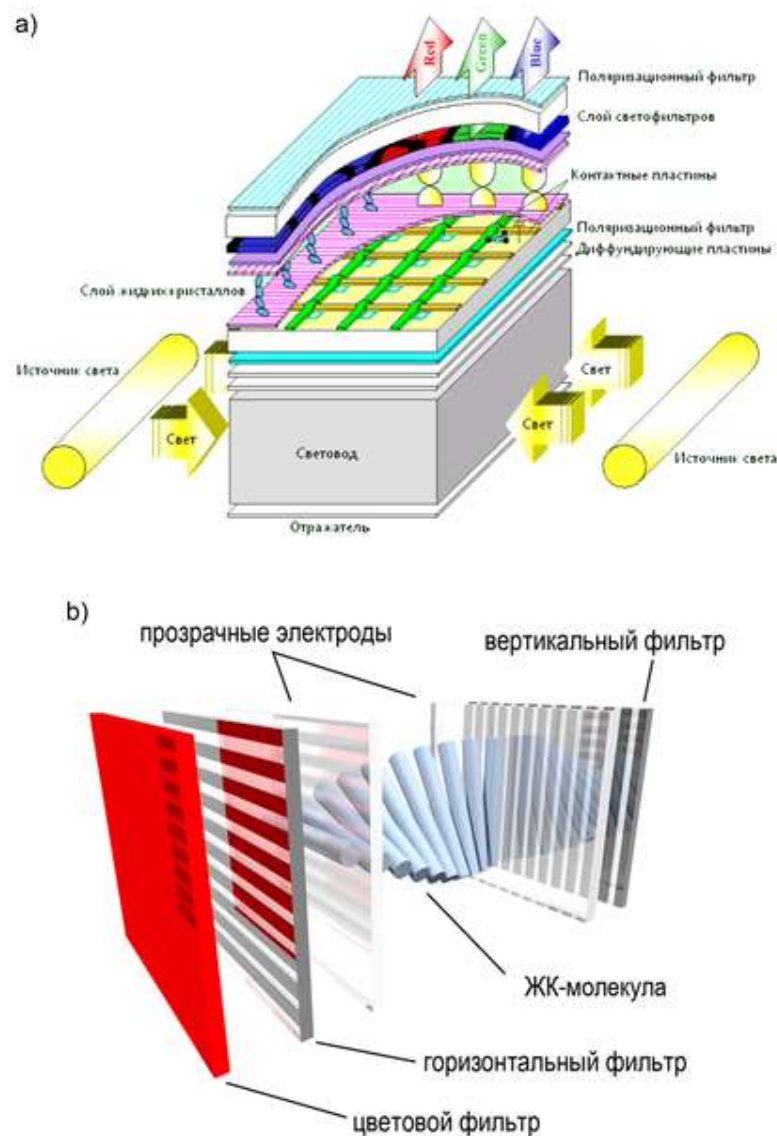


Рисунок 1 – а) Схематическое устройство LCD дисплея;  
 б) устройство жидкокристаллической плёнки в деталях.

Во всей матрице можно управлять каждой из ячеек индивидуально, но при увеличении их количества это становится трудновыполнимо, так как растёт число требуемых электродов. Поэтому практически везде применяется адресация по строкам и столбцам.

Проходящий через ячейки свет может быть естественным – отражённым от подложки (в ЖК-дисплеях без подсветки). Но чаще применяют искусственный источник света, кроме независимости от внешнего освещения, это также стабилизирует свойства полученного изображения.

Таким образом, полноценный монитор с ЖК-дисплеем состоит из высокоточной электроники, обрабатывающей входной видеосигнал, ЖК-матрицы, модуля подсветки, блока питания и корпуса с элементами управления. Именно совокупность этих составляющих определяет свойства монитора в целом, хотя некоторые характеристики важнее других.

Перспективной технологией, которая может заменить ЖК-мониторы, часто считают OLED-дисплеи (матрица с органическими светодиодами), однако она встретила много сложностей в массовом производстве, особенно для матриц с большой диагональю.

В начале 2010-х получили распространение ЖК-дисплеи, имеющие подсветку из одного или небольшого числа светодиодов (LED - англ. light-emitting diode). Такие ЖК-дисплеи (в торговле нередко называемые LED TV или LED-дисплеями) не следует путать с настоящими LED-дисплеями, в которых каждый пиксель сам светится и является миниатюрным светодиодом.

#### Технологии

Основные технологии при изготовлении ЖК-дисплеев с активной матрицей являются разновидностями TFT (thin-film transistor): TN+film, IPS (SFT, PLS) и MVA. Различаются эти технологии геометрией поверхностей, полимера, управляющей пластины и фронтального электрода. Большое значение имеют чистота и тип полимера со свойствами жидких кристаллов, применённого в конкретных разработках.

Технология TN + film (Twisted Nematic + film) — самая простая технология. Матрица TN + film работает следующим образом: если к субпикселям не прилагается напряжение, жидкие кристаллы (и поляризованный свет, который они пропускают) поворачиваются друг относительно друга на  $90^\circ$  в горизонтальной плоскости в пространстве между двумя пластинами. И поскольку направление поляризации фильтра на второй пластине составляет как раз угол в  $90^\circ$  с направлением поляризации фильтра на первой пластине, свет проходит через него. Если красные, зеленые и синие субпиксели полностью освещены, на экране образуется белая точка.

К достоинствам технологии можно отнести самое маленькое время отклика среди современных матриц, а также невысокую



себестоимость. Недостатки: худшая цветопередача, наименьшие углы обзора.

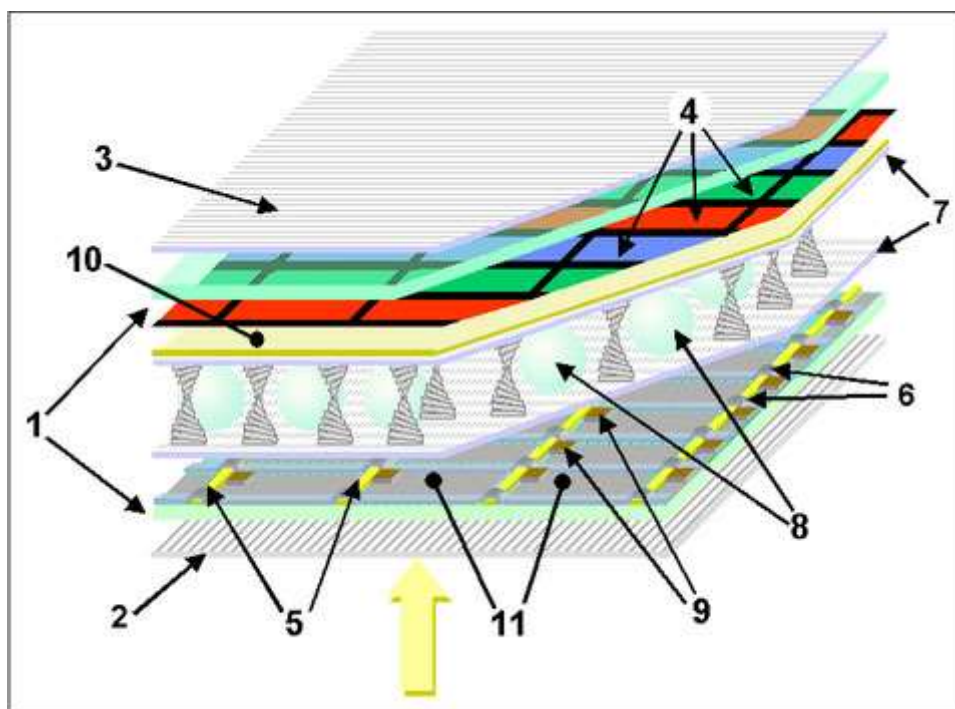


Рисунок 2 – Устройство TFT-панели: жидкокристаллическая матрица с разделителями (8); управляющая пластина (5,6 – горизонтальные и вертикальные управляющие шины; 9 – тонкоплёночные транзисторы; 11 – задние электроды); 10 – фронтальный электрод; 1 – стеклянные пластины; 2,3 – горизонтальный и вертикальный поляризаторы; 4 – RGB-светофильтр; 7 – слои прочного полимера; желтая стрелка – свет внешнего источника.

### **OLED – дисплеи**

*Органический светодиод* (англ. organic light-emitting diode, сокр. OLED) – полупроводниковый прибор, изготовленный из органических соединений, эффективно излучающих свет при прохождении через них электрического тока.

Основное применение OLED-технология находит при создании устройств отображения информации (дисплеев). Предполагается, что в производстве такие дисплеи будут гораздо дешевле жидкокристаллических дисплеев.

Каждый пиксель цветного OLED-дисплея формируется из трех составляющих — органических ячеек, отвечающих за синий, зелёный и красный цвета.

### Принцип действия

Для создания органических светодиодов (OLED) используются тонкоплёночные многослойные структуры, состоящие из слоев нескольких полимеров. При подаче на анод положительного относительно катода напряжения, поток электронов протекает через прибор от катода к аноду. Таким образом, катод отдает электроны в эмиссионный слой, а анод забирает электроны из проводящего слоя или, другими словами, анод отдает дырки в проводящий слой. Эмиссионный слой получает отрицательный заряд, а проводящий слой — положительный.

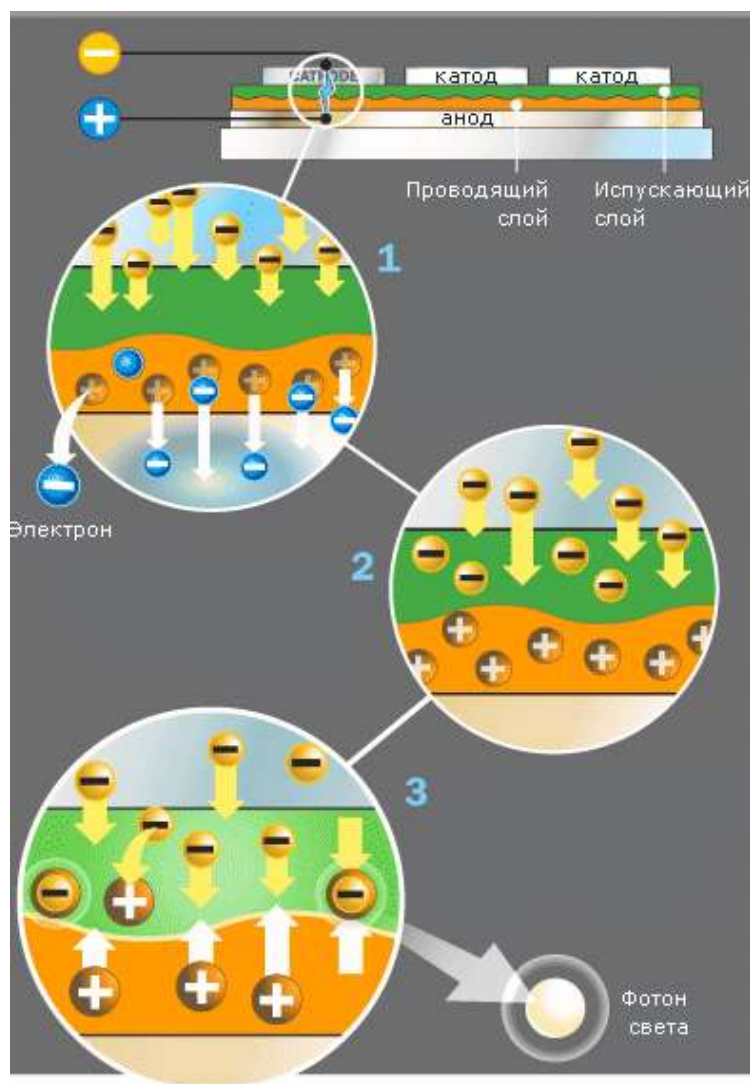


Рисунок 3 – Схема 2-слойной OLED-панели.

Под действием электростатических сил электроны и дырки движутся навстречу друг к другу и при встрече рекомбинируют. Это происходит ближе к эмиссионному слою, потому что в органических полупроводниках дырки обладают большей подвижностью чем электроны. При рекомбинации электрон теряет энергию, что сопровождается излучением (эмиссией) фотонов в области видимого света. Поэтому слой и называется эмиссионным.

Прибор не работает при подаче на анод отрицательного

относительно катода напряжения. В этом случае дырки движутся к аноду, а электроны в противоположном направлении к катоду, и рекомбинация дырок и электронов не происходит.

В качестве материала анода обычно используется оксид индия, легированный оловом. Он прозрачен для видимого света и имеет высокую работу выхода, которая способствует инжекции дырок в полимерный слой. Катод часто изготавливают из металлов, таких как алюминий и кальций, так как они обладают низкой работой выхода, способствуя инжекции электронов в полимерный слой.

Основные преимущества состоят в том, что OLED-технология позволяет смотреть на дисплей под любым углом без потери качества изображения, энергопотребление OLED-дисплеев прямо пропорционально яркости и площади свечения.

Основные недостатки: 1) маленький (пока) срок службы «синих» диодов, по сравнению с «красными» и «зелёными» OLED, что визуально искажает изображение, причем время качественного показа неприемлемо для коммерческих устройств; 2) неотработанность (пока) и, как следствие дороговизна, технологии по созданию больших и даже средних OLED-матриц.

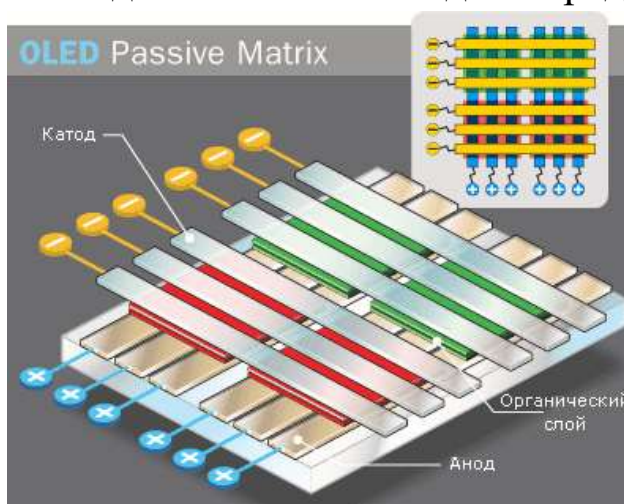


Рисунок 4 – Пассивная матрица OLED - дисплея

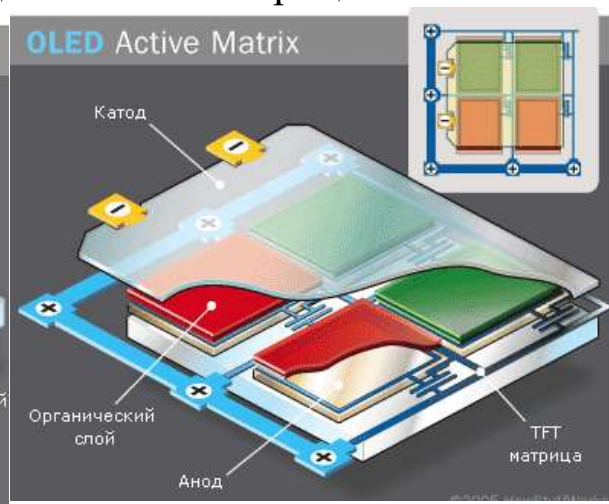


Рисунок 5 – Активная матрица OLED - дисплея

Потребность в преимуществах, демонстрируемых органическими дисплеями, с каждым годом растёт.

Технология TFT (Thin Film Transistor — тонкоплёночного транзистора) как и в ЖК-дисплеях применяется во многих OLED-дисплеях (Рис.5), где тонкопленочные транзисторы являются элементами управления активной матрицей на органических светодиодах (AMOLED).

## **Задания к лабораторной работе и порядок действий при их выполнении**

1. Составьте перечень необходимого оборудования для изучения устройства ЖК дисплея.
2. Составьте план по изучению геометрических параметров ЖК дисплея с помощью оптического микроскопа. Сделайте оптическую микрофотографию LCD-дисплея. Рассмотрите дорожки-светофильтры, выкрашенные в соответствующие цвета: красный (R), зелёный (G) и синий (B).
3. Составьте план по изучению матрицы ЖК дисплея с помощью СЭМ. Отколите небольшой кусочек дисплея и расщепите на два отдельных стекла (или воспользуйтесь выданным преподавателем), рассмотрите отдельные дорожки светофильтров с помощью растрового электронного микроскопа. Сделайте черно-белое СЭМ-изображение рядов тонкопленочных транзисторов. С помощью электронного микроскопа определите суммарный поперечный размер красной, зеленой и голубой полосок светофильтров (размер пикселя). Можно ли это было сделать с помощью оптического микроскопа?
4. По полученным данным произведите поиск информационных источников, в которых указаны современные достижения в области изготовления дисплеев, выделите самые перспективные технологии.

## **КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ**

1. Каков план проведения измерений по определению устройства ЖК дисплея? Что такое TFT LCD?
2. Исходя из составленного плана проведения измерений, проанализируйте перечень необходимого оборудования для определения структуры ЖК дисплея?
3. Для чего при планировании измерений необходимо учитывать данные изображений оптического микроскопа? В чем отличие активной и пассивной матриц ЖК – дисплеев?
4. Каким информационным ресурсом нужно воспользоваться, чтобы найти инструкцию менеджмента безопасности лабораторий кафедры нанотехнологий, общей и прикладной физики? (<https://swsu.ru/structura/up/ftd/kafedra-nt/instruktsii.php>)

5. Проанализировав полученные изображения и воспользовавшись информационными ресурсами, сделайте предположение о том, по какой технологии изготовлен ЖК-дисплей?
6. В чем отличие LCD и OLED- дисплеев? Какие тоньше? Какие можно использовать для создания а) двусторонних дисплеев, б) гибких дисплеев?

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ИСТОЧНИКИ

1. Hyeong-Ho Park, Xin Zhang, Yunaе Cho, Dong-Wook Kim, Joondong Kim Keun, Woo Lee,<sup>1</sup> Jehyuk Choi, Hee Kwan Lee,<sup>1</sup> Sang Hyun Jung,<sup>1</sup> Eun Jin Her,<sup>1</sup> Chang Hwan, Kim,<sup>1</sup> A-Young Moon, Chan-Soo Shin, Hyun-Beom Shin, Ho Kun Sung, Kyung Ho Park, Hyung-Ho Park, Hi-Jung Kim, and Ho Kwan Kang Wafer-scale surface roughening for enhanced light extraction of high power AlGaInP-based light-emitting diodes/ Optics Express . - Vol. 22, No. S3 , 2014. – PP. 723-734.
2. <http://www.russianelectronics.ru/leader-r/review/2327/doc/53564/>
3. <http://master-tv.com/article/lcd/>
4. Игнатов А.Н. Оптоэлектроника и нанофотоника: Учебное пособие.— СПб.: Лань, 2011. — 544 с.