

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 07.02.2025 14:00:03
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5d426d39e5f1c11eabbf73e043d54a4851fba56d088

МИНОБРАЗОВАНИЯ 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.

МАГНИТОЭЛЕКТРИЧЕСКИЕ МАТЕРИАЛЫ

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

Курск 2025

УДК 534.2

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

Рецензент

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

Магнитоэлектрические материалы: методические указания к выполнению лабораторных работ для студентов направления подготовки 28.04.01 «Нанотехнологии и микросистемная техника»/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.В. Кузько, А.Е. Кузько, Е.В. Шельдешова, И.В. Локтионова. Курск, 2024. 71 с.: ил. 38. Библиогр.: с. 71.

Излагаются методические рекомендации по выполнению лабораторных работ, в которых изучены процессы получения микроскопических изображений магнитных наночастиц с помощью АСМ, определения молекулярного состава магнитных наносистем с помощью ИК-спектроскопии, снятия кривой намагничивания в ферромагнетике (основа работы магнитной памяти), измерения эффекта Холла (как основа работы большинства современных магнетометров).

Методические указания соответствуют требованиям федерального государственного образовательного стандарта высшего образования и учебного плана 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. 4,1. Уч.-изд. л. 3,73. Тираж 30 экз. Заказ 30. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040 Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

ПОЛУЧЕНИЕ МИКРОСКОПИЧЕСКИХ ИЗОБРАЖЕНИЙ МАГНИТНЫХ НАНОЧАСТИЦ

Цель работы: получение микроскопических изображений коллоидных магнитных систем на сканирующем зондовом микроскопе полуконтактным методом.

Принадлежности: образцы магнитной жидкости, подложки, СЗМ SmartSPM-1000, бесконтактный кантилевер.

Теоретические сведения

"Полуконтактный" режим колебаний кантилевера АСМ

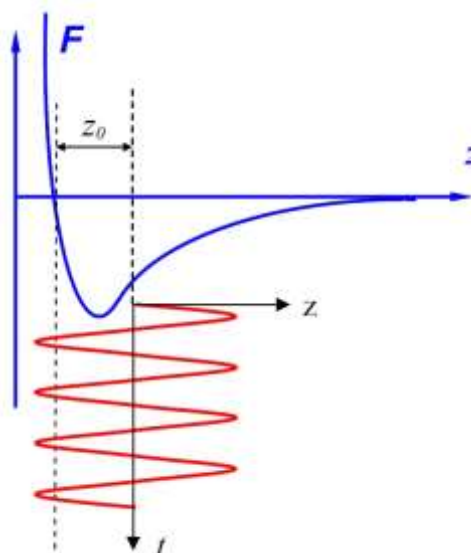


Рисунок 1 Выбор рабочей точки при "полуконтактном" режиме колебаний кантилевера

Регистрация изменения амплитуды и фазы колебаний кантилевера в бесконтактном режиме требует высокой чувствительности и устойчивости работы обратной связи. На практике чаще используется так называемый "полуконтактный" режим колебаний кантилевера (иногда его называют прерывисто-контактный, а в иностранной литературе - "intermittent contact" или "tapping mode" режимы). При работе в этом режиме возбуждаются вынужденные колебания кантилевера вблизи резонанса с амплитудой порядка 10 – 100 нм. Кантилевер подводится к поверхности так, чтобы в нижнем полупериоде колебаний происходило касание поверхности образца (это соответствует

области отталкивания на графике зависимости силы от расстояния (рис. 1)).

При сканировании образца регистрируется изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера. Взаимодействие кантилевера с поверхностью в "полуконтактном" режиме состоит из ван-дер-ваальсового взаимодействия, к которому в момент касания добавляется упругая сила, действующая на кантилевер со стороны поверхности. Если обозначить через z_0 расстояние между положением равновесия колеблющегося кантилевера и поверхностью, а через $F(z(t))_{PS}$ – комбинированную силу, то уравнение движения кантилевера можно записать в следующем виде:

$$\ddot{z} + \frac{\omega_0}{Q} \dot{z} + \omega_0^2 (z(t) - z_0 - u_0 \cos(\omega t)) = \frac{\omega_0^2}{k} F_{PS}(z(t)),$$

где координата z отсчитывается от поверхности. Заметим, что "полуконтактный" режим реализуется только тогда, когда расстояние z_0 меньше амплитуды колебаний кантилевера:

$$z_0 < Qu_0$$

Теория "полуконтактного" режима значительно сложнее теории бесконтактного режима, поскольку в этом случае уравнение, описывающее движение кантилевера, существенно нелинейно. Сила $F(z(t))_{PS}$ теперь не может быть разложена в ряд по малым z . Однако характерные особенности данного режима сходны с особенностями бесконтактного режима - амплитуда и фаза колебаний кантилевера зависят от степени взаимодействия поверхности и зонда в нижней точке колебаний кантилевера. Поскольку в нижней точке колебаний зонд механически взаимодействует с поверхностью, то на изменение амплитуды и фазы колебаний кантилевера в этом режиме существенное влияние оказывает локальная жесткость поверхности образцов.

Сдвиг по фазе между колебаниями возбуждающего пьезоэлектрического вибратора и установившимися колебаниями кантилевера можно оценить, если рассмотреть процесс диссипации энергии при взаимодействии зонда с образцом. При установившихся колебаниях энергия, приходящая в систему, в точности равна энергии, рассеиваемой системой. Энергия, поступающая в систему от пьезовибратора за период колебаний:

$$E_{EX} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} k u_0 \cos(\omega t) \cdot \frac{dz}{dt} dt.$$

Она расходуется на восполнение потерь при взаимодействии кантилевера с атмосферой и образцом. Энергию E_{PA} , рассеиваемую в атмосферу за период, можно вычислить следующим образом:

$$E_{PA} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} \frac{m\omega_0}{Q} \left(\frac{dz}{dt} \right)^2 dt.$$

Энергия E_{PS} , идущая на восполнение потерь при диссипативном взаимодействии зонда с образцом, равна:

$$E_{PS} = \int_t^{t+\frac{2\pi}{\omega}} F_{PS}(z) \frac{dz}{dt} dt.$$

Из условия баланса следует:

$$E_{EX} = E_{PA} + E_{PS}.$$

Предполагая, что установившиеся колебания кантилевера имеют вид $z = A \cdot \cos(\omega t + \varphi)$, получаем:

$$E_{PS} = \frac{\pi k u_0 A}{Q} \sin(\varphi) - \frac{\pi k \omega A^2}{\omega_0 Q}.$$

Отсюда для фазового сдвига получается следующее выражение:

$$\sin \varphi = \frac{\omega A}{\omega_0 u_0} + \frac{QE_{PS}}{\pi k u_0 A}.$$

Таким образом, фазовый сдвиг колебаний кантилевера в "полуконтактном" режиме определяется энергией диссипативного взаимодействия зонда с поверхностью образца.

Формирование АСМ изображения поверхности в режиме колебаний кантилевера происходит следующим образом. С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте ω (близкой к резонансной частоте кантилевера) с амплитудой $A\omega$. При сканировании система обратной связи АСМ поддерживает постоянной амплитуду колебаний кантилевера на уровне $A0$, задаваемом оператором ($A0 < A\omega$). Напряжение в петле обратной связи (на z -электроре сканера) записывается в память

компьютера в качестве АСМ изображения рельефа поверхности. Одновременно при сканировании образца в каждой точке регистрируется изменение фазы колебаний кантилевера, которое записывается в виде распределения фазового контраста. На рис. 2, в качестве примера, приведены АСМ изображения участка пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" режиме (амплитудный и фазовый контраст)

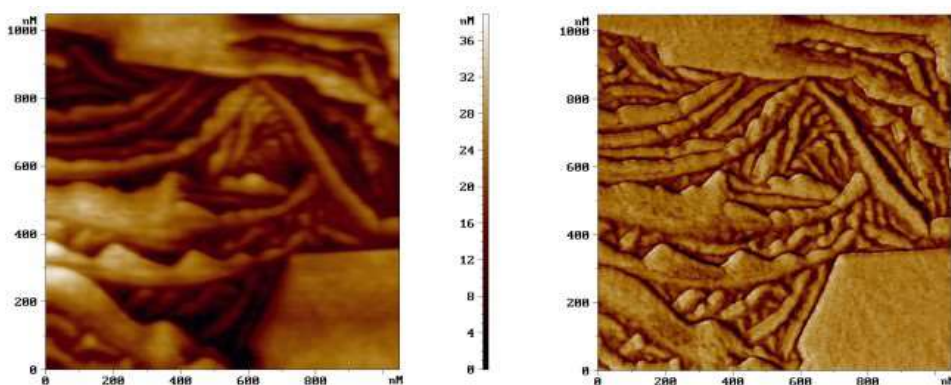


Рисунок 2 АСМ изображения участка поверхности пленки полиэтилена, полученные в "полуконтактном" ("tapping mode") режиме.

- (а) - рельеф поверхности, полученный в режиме постоянной амплитуды
- (б) - соответствующее распределение фазового контраста

Краткое описание системы

Сканирующий зондовый микроскоп (СЗМ) SmartSPM-1000 представляет собой современный многофункциональный измерительный комплекс, предназначенный для проведения исследований поверхности различных объектов с нанометровым пространственным разрешением. Конструкция СЗМ SmartSPM-1000 обеспечивает возможность проведения измерений в воздушной среде, в контролируемой атмосфере и в жидкости. Программное обеспечение СЗМ SmartSPM-1000 реализует все основные методики атомно-силовой микроскопии (АСМ), сканирующей туннельной микроскопии (СТМ), а также широкий спектр дополнительных и специальных методик. Высокий уровень автоматизации измерений и простота управления микроскопом повышают производительность системы и позволяют быстро и просто получать качественные результаты.

Конструкция и основные части SmartSPM

Прибор состоит из основания и зафиксированной на нем измерительной головки (Рис.3, а). На измерительной головке расположены держатель зонда с зондом, лазер и фотодиод. В основании прибора расположены сканер с держателем образца, система подвода образца к зонду и система позиционирования образца. Управление прибором осуществляется с помощью цифрового контроллера (Рис. 3, б).



Рисунок 3, а Основные части прибора



Рисунок 3, б Контроллер зондового микроскопа

В микроскопе SmartSPM сканирование осуществляется образцом, в то время как зонд остается неподвижным. Зонд представляет собой острую иглу, расположенную на конце гибкой консоли (кантилевера), закрепленной на основании (Рис. 4, а). Типичный радиус кривизны кремниевых игл составляет порядка нескольких нанометров (Рис. 4, б).

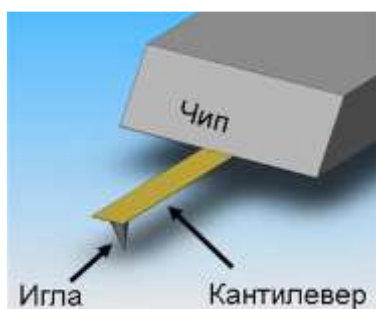


Рисунок 4, а Зонд атомно-силового микроскопа

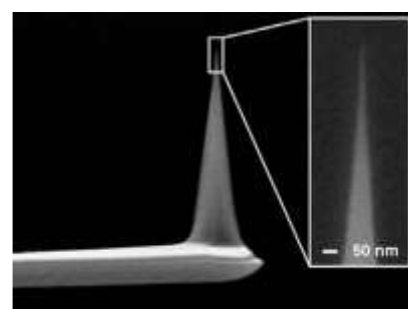


Рисунок 4, б Изображение зонда, полученное на сканирующем электронном микроскопе

Зонд является сменным элементом, и фиксируется в держателе зонда пружинным зажимом (Рис. 5). Для удобства замены зонда держатель зонда выполнен легкоъемным.



Рисунок 5 Держатель зонда с зондом

Лазер и фотодиод представляют собой оптическую систему регистрации отклонения кантилевера, которое возникает при сканировании поверхности. В настроенной системе луч лазера, отражаясь от кантилевера, попадает на фотодиод. Настройка системы регистрации производится автоматически, с помощью перемещения держателя зонда и фотодиода шаговыми электродвигателями.

Сканер предназначен для перемещения образца относительно зонда. Перемещение образца осуществляется за счет изменения линейных размеров пьезопакетов при подаче на них напряжения. Для точного контроля перемещения используются емкостные датчики, которые связаны со сканером цепью обратной связи.

Образец фиксируется на держателе образца клеем или двусторонним скотчем. В свою очередь держатель с образцом механически фиксируется на сканере. Микроскоп рассчитан на работу с образцами, размер которых не превышает 40x50x15 мм.

Для подвода образца к зонду предусмотрена моторизованная система подвода. Моторизованная система подвода обеспечивает вертикальное перемещение образца на расстояние 20 мм.

Система позиционирования предназначена для позиционирования образца относительно зонда, для приблизительного выбора места сканирования. Она обеспечивает перемещение образца на 5x5 мм в плоскости XY. Перемещение осуществляется шаговыми электродвигателями. Управление перемещением осуществляется из программы управления микроскопом.

Программа управления зондовым микроскопом

Общий вид программы управления сканирующим зондовым микроскопом представлен на рисунке 6.

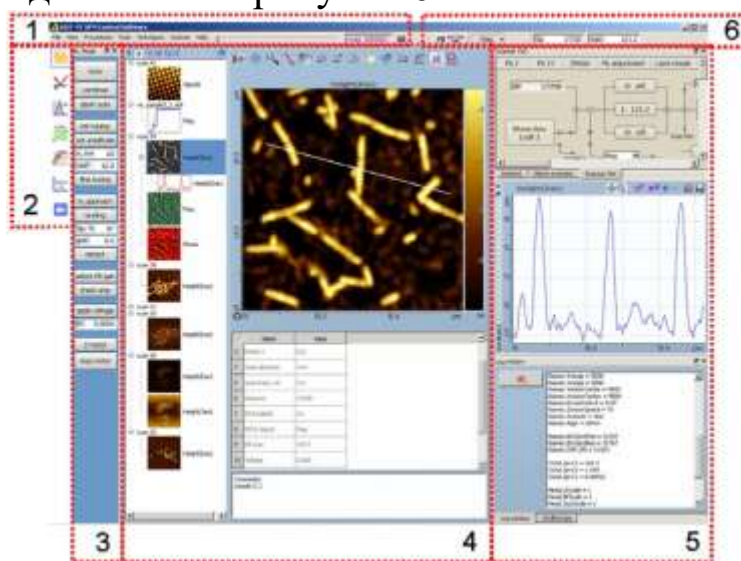


Рисунок 6 Внешний вид программы управления СЗМ

Цифрами на рисунке обозначены следующие элементы программы:

1. Главное меню программы;
2. Список иконок для переключения между основными окнами;
3. Контрольная панель настройки прибора;
4. Основное окно. Основные окна соответствуют этапам работы с прибором. В программе имеются следующие основные окна:

- **Dataview**– работа с данными;
- **LaserAdjustment**– настройка регистрирующей системы;
- **Resonance**– настройка резонанса;
- **Scan**– сканирование;
- **Curvesview**– получение кривых;
- **XYZ motors**– позиционирование образца;
- **Videowindow**– окно видеомикроскопа.

5. Дополнительные окна.

6. Панели инструментов.

Подробное описание функциональности элементов программы Вы можете найти в соответствующих разделах “Руководства по программному обеспечению”.

Методика подготовки образцов магнитных коллоидных систем для микроскопических измерений

Для исследования полученных магнитных коллоидных систем необходимо подготовить образцы для АСМ-микроскопии по следующей технологии.

Процедура приготовления образцов магнитных коллоидных систем начинается с подготовки покровных стекол. Необходимо использовать только новые стекла без царапин и сколов. Перед началом эксперимента покровные стекла необходимо очистить от жира изопропиловым спиртом, а затем насухо протереть безворсовой бумагой. Далее, используя пинцет, стекла поместить в раствор дихромата калия («хромпик») при температуре 50–60 °С на 2–3 минуты для удаления органических соединений с их поверхности. Потом промыть погружением в дистиллированную воду 3–4 раза в разных ёмкостях. Высушить стекло, используя направленный воздушный поток (например, посредством фена).

Образец магнитной жидкости необходимо разбавить до минимальной концентрации, используя исходную жидкость-носитель. Получившийся раствор сепарировать в центрифуге на оборотах 3000 об/мин и оставить на сутки отстояться. Затем подготовленное покровное стекло разместить в центре центрифуги в специальном приспособлении (держатель, изготовленный на 3D принтере). При помощи шприца нанести каплю разбавленной магнитной жидкости в центр стекла, закрыть крышку центрифуги и включить на 3000 об/мин на 30 с. Выключить центрифугу, достать стекло и поместить в обеспыленную тару и дать высохнуть.

Установка образца

В сканирующей зондовой микроскопии образец чаще всего представляет собой кусочек материала, поверхность которого необходимо исследовать. Зондовый микроскоп SmartSPM может работать с образцами, горизонтальные размеры которых не превышают 40x50 мм и высота не превышает 15 мм.

Чтобы установить образец в микроскоп, его необходимо предварительно закрепить на держателе образца. В комплекте прибора имеется несколько типов держателей (Рис. 7): держатели с поликоровой подложкой (1), металлические держатели диаметром 4 мм (2), держатель с контактом (3), магнитный держатель с набором

металлических дисков (4 и 5). Прорезь в дне чашки держателя предназначена для крепления держателя на сканере.



Рисунок 7 Держатели образца: 1 – базовый держатель, 2– магнитный держатель

Для обычных исследований используйте держатель с поликоровой подложкой (1), либо магнитный держатель (4,5). Держатель с контактом предназначен для заземления образца или для подачи напряжения на образец при работе электрическими методами (Кельвин мода, микроскопия токов растекания, СТМ).

Для крепления образцов используйте двустороннюю липкую ленту, либо цианакрилатовый «Суперклей». Следует учитывать, что при креплении на двустороннюю липкую ленту может наблюдаться дрейф образца. Поэтому для минимизации дрейфов предпочтительнее использовать клей. Для того чтобы снять образец с держателя, используйте лезвие.

Наилучшие скоростные характеристики достигаются при минимальной массе образца, поэтому для быстрого сканирования следует использовать маленькие образцы и маленький держатель (2). Образцы к такому держателю приклеивайте цианакрилатовым «Суперклеем». Предварительно выдавите каплю «Суперклея» на какую-нибудь поверхность. Затем, взяв клей из этой капли тонкой иглой или проволокой, нанесите клей в 2 – 3 точках на верхнюю поверхность стенки держателя. Положите образец на 15 держатель и прижмите его. Прежде чем устанавливать образец на микроскоп дождитесь высыхания клея.

Держатели с образцами крепятся на микроскопе следующим способом:

В центре верхней площадки сканера расположен зажим образца - стержень со шляпкой (Рис. 8). Стержень подпружинен таким образом, что шляпка прижата к поверхности сканера. Для установки образца стержень приподнимается, и держатель через

прорезь заводится под шляпку. В установленном положении держатель прижимается к сканеру шляпкой стержня (Рис. 9).



Рисунок 8 Зажим образца



Рисунок 9 Установка образца

Для установки образца сделайте следующее:

- Из крайнего нижнего положения переместите вверх сканер вверх на несколько (5- 10) мм. Для этого используйте кнопку **move**, и поле **dist**, расположенные на панели **ZmotorCtrl**. Панель **ZmotorCtrl** открывается кнопкой **Z motor**, расположенной в нижней части контрольной панели **AC mode** или **Contactmode**. Величина перемещения сканера задается в поле **dist** и измеряется в миллиметрах. Положительным значениям соответствует перемещение вверх, отрицательным – вниз.

Установка зонда

Для установки или замены зонда сделайте следующие операции:

- Отведите образец от зонда на 2 мм кнопкой **Newtip**, расположенной на контрольной панели.
- Отсоедините электрический разъем держателя зонда от измерительной головки.
- Потяните фиксирующий зажим держателя, поверните его по часовой стрелке до упора и извлеките держатель из каретки (Рис. 10, 11).



Рисунок 10 Держатель зонда, зафиксированный зажимом

- Положите держатель в перевернутом положении на стол.
- Пинцетом возьмите зонд из коробки с зондами. Зонды в коробке закреплены на липкий гель. Зонды лежат иглой наверх и отражающей поверхностью вниз. Однобалочные чипы ориентированы в коробке так, что кантилевер направлен в сторону петель коробки.

- Откройте зажим держателя зонда, нажав на белую клавишу (Рис. 12).

- Пинцетом поместите зонд под зажим так, как показано на рисунке 13.



Рисунок 12 Установка зонда в держатель

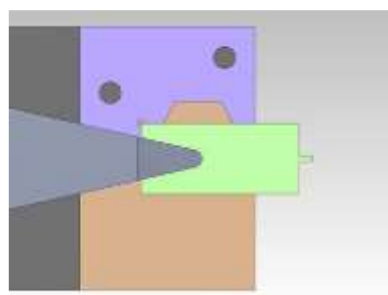


Рисунок 13 Расположение зонда в держателе

- Установите держатель зонда в измерительную головку, зафиксируйте его зажимом и подсоедините электрический разъем, так, чтобы красная полоска на разъеме оказалась напротив красной полоски на гнезде разъема.

Базовая процедура настройки положения кантилевера

Базовая процедура предназначена для настройки на однобалочный зонд с прямоугольным кантилевером.

Для настройки положения кантилевера сделайте следующее:

- Установите каретку держателя зонда в начальное положение, нажав кнопку **Init position**. (Начальным положением является центральное положение каретки.)

- Запустите поиск кантилевера кнопкой **find tip**.

По умолчанию поиск осуществляется по следующему алгоритму:

Каретка начинает движение из текущего положения и движется по расширяющейся траектории до тех пор, пока лазерный луч не попадет на кантилевер (рис. 14). После этого лазерный луч проходит поперек и вдоль кантилевера для определения его длины и ширины. В итоге каретка с зондом устанавливается так, чтобы лазерный луч попадал в заданное положение на кантилевере.

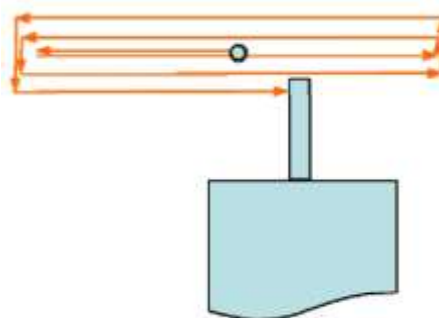


Рисунок 14 Траектория движения каретки держателя зонда при поиске кантилевера

Процесс поиска кантилевера отображается в окне **Laser Adjustment**. В левом поле **full area** строится полная траектория поиска, в правом поле **zoomed area** отображается выделенная на левом поле область. После выполнения настройки на прямоугольный кантилевер изображение выглядит примерно так, как показано на рисунке 15. Линии отображают траекторию движения каретки во время поиска. Яркость линии зависит от интенсивности отраженного лазерного луча: неяркие голубые линии соответствуют фоновому уровню (лазерный луч не попадает на кантилевер), яркие белые линии соответствуют кантилеверу (лазерный луч попадает на кантилевер). При настройке на прямоугольный кантилевер получается крест из белых линий: вертикальная линия соответствует длине, горизонтальная линия - ширине кантилевера. Свободный конец кантилевера с иглой расположен сверху. Красный крестик показывает положение лазерного луча на кантилевере.

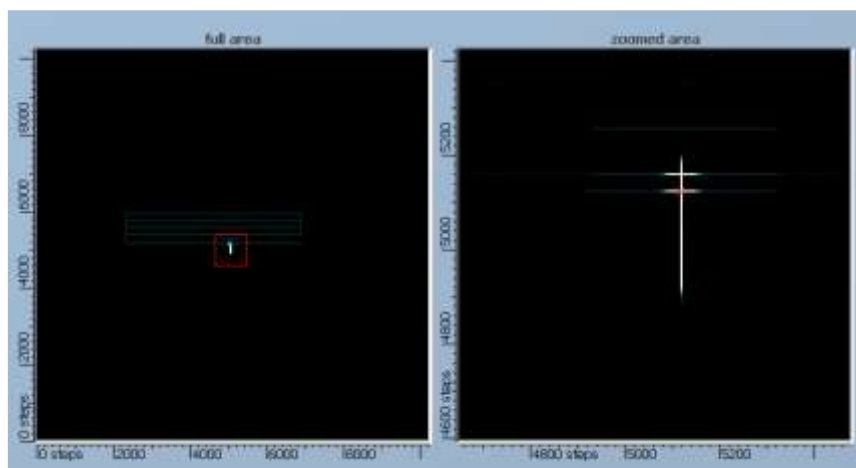


Рисунок 15 Изображение прямоугольного кантилевера в окне **Laser Adjustment**, полученное после выполнения процедуры поиска зонда командой **find tip**

Настройка на резонансную частоту и установка амплитуды

После настройки системы регистрации необходимо найти резонансную частоту кантилевера и установить определенную амплитуду колебаний на этой частоте. Раскачка кантилевера осуществляется механически, с помощью пьезоэлемента, расположенного в держателе зонда. Напряжение на пьезоэлемент подается от встроенного в контроллер генератора.

Для настройки на резонансную частоту перейдете в окно **Resonance**.

Установите значения границ диапазона сканирования по частоте **low** и **high** таким образом, чтобы предполагаемая резонансная частота кантилевера попадала в этот диапазон (область 1 на рисунке 16). Примерная резонансная частота кантилевера указана на этикетке коробочки с зондами.

Автоматическая настройка на резонансную частоту

Для поиска резонанса и установки рабочей частоты нажмите кнопку **Init tuning** на контрольной панели **AC mode** (2 на рисунке 16). Появится сообщение “**Setup resonance**”.

Будут произведены следующие действия:

1. Программа просканирует по частоте в диапазоне **low** и **high** и выведет АЧХ в верхнее поле окна **Resonance**. В качестве резонансного пика автоматически выбирается максимальный из пиков, присутствующих в данном диапазоне частот.

2. После этого будет произведено более детальное сканирование вблизи резонансного пика в интервале заданном в поле **dF**. Результат выводится в нижнее поле.

3. Изменяя мощность возбуждающего колебания кантилевера генератора, программа установит сигнал амплитуды **Mag** равным 25000 единиц АЦП.

4. По окончании настройки появится сообщение “**Resonance setup completed**”.

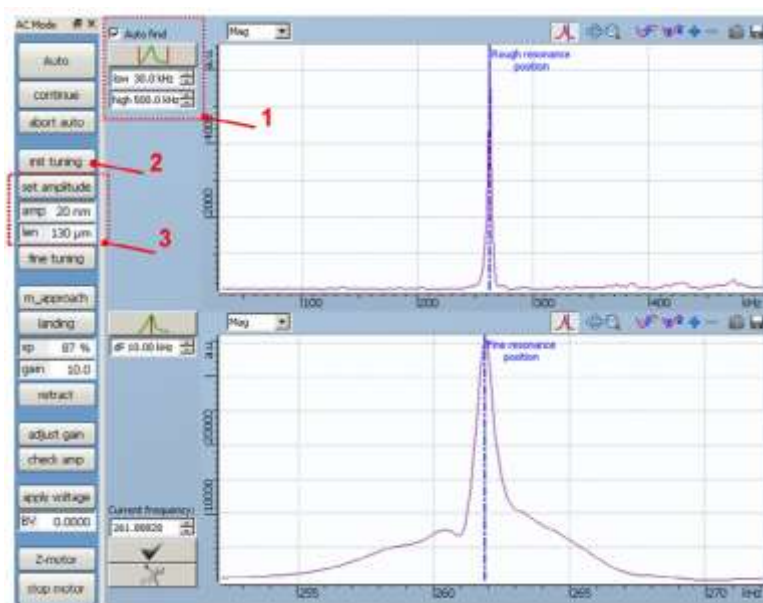


Рисунок 16 Окно **Resonance** с резонансной кривой зонда.

Слева от окна открыта контрольная панель **AC mode**. Цифрами выделены: 1 - поля **low** и **high**, 2 – кнопка **init tuning**, 3 – кнопка **set amplitude** и поля **amp** и **len**

Если резонанс не найден или уровень сигнала **Mag** не может быть установлен равным 25000, то появится сообщение “**Failed to set resonance or amplitude**”.

Примечание. После выполнения процедуры **Init tuning** амплитуда колебаний кантилевера остается незаданной, так как эта процедура использует фиксированное усиление синхронного детектора (**Lock-in input** = Nfx10, **Lock-in gain** = 10) и устанавливает уровень сигнала **Mag** независимо от параметров кантилевера.

Установка амплитуды колебаний кантилевера

После того, как была установлена рабочая частота, необходимо установить начальную амплитуду колебаний кантилевера (амплитуду колебаний вдали от поверхности образца).

Выбор значения амплитуды определяется типом кантилевера и методом работы: для полуконтактного метода следует устанавливать 50-200 нм, для бесконтактного метода – 5-20 нм.

Для установки амплитуды сделайте следующее:

1. Введите длину кантилевера в поле ввода **len** на контрольной панели **AC mode**. Длина кантилевера указана на этикетке коробочки с зондами.

2. Введите амплитуду в поле ввода **amp** и нажмите кнопку **set amplitude**.

Выбор рабочей частоты вручную

При необходимости установить рабочую частоту вручную (например, в случае если резонансных пиков несколько) используйте элементы управления, расположенные в окне **Resonance**.

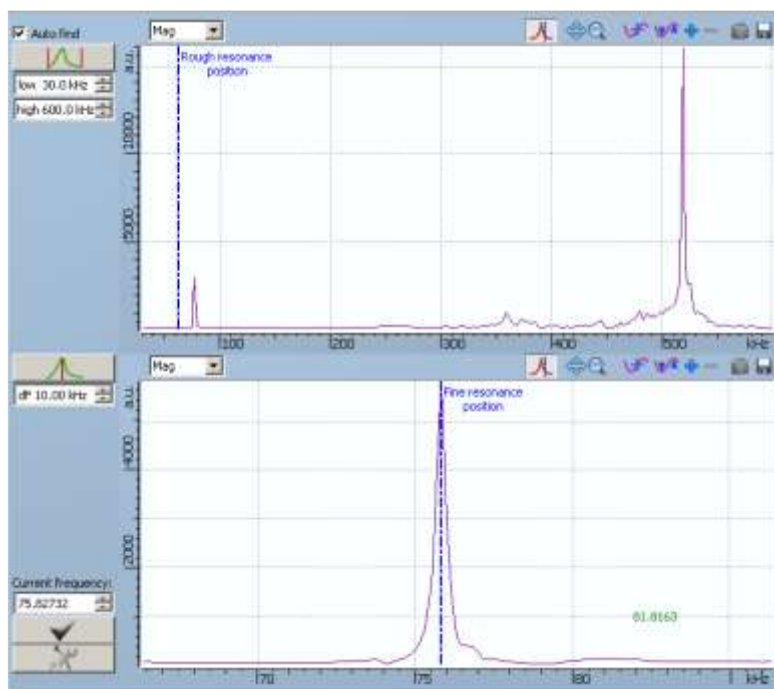
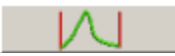




Рисунок 17 Резонансная кривая с двумя пиками

Сделайте следующее:

просканируйте по частоте, нажав кнопку . В верхнем поле появится АЧХ кантилевера (Рис. 17). Вертикальный синий маркер означает приблизительное положение резонанса. При наличии нескольких пиков программа автоматически выбирает максимальный по амплитуде пик.

Примерно установите маркер на желаемый пик, затем нажмите кнопку , которая запускает сканирование в

окрестностях частоты, заданной маркером. После сканирования в нижнем поле появится изображение выбранного резонансного пика, и программа установит маркер на точное положение вершины пика.

Для корректировки частоты изменяйте положение маркера. Установите выбранную частоту кнопкой . Выбранная частота отображается в поле **Current Frequency**, расположенном над этой кнопкой.

Подвод образца к зонду

После настройки на резонансную частоту и установки амплитуды колебаний кантилевера необходимо сблизить зонд и образец так, чтобы кончик иглы находился в непосредственной близости от поверхности образца. В СЗМ SmartSPM измерительная головка зафиксирована неподвижно, и изменение зазора между зондом и образцом осуществляется перемещением образца.

Подвод образца к зонду разделен на три этапа:

1. Предварительный подвод с визуальным контролем расстояния до зазора 1- 2 мм.
2. Подвод с автоматическим контролем расстояния до зазора 1 микрометр.
3. Посадка на поверхность.

Предварительный подвод образца

Подведите образец к зонду на расстояние 1 – 2 мм. Для этого используйте поле ввода **dist** и кнопку **move**, расположенные на панели **Z motorCtrl**. Расстояние между зондом и образцом контролируйте визуально, глядя на микроскоп сбоку.

После этого, при необходимости проводить измерения в определенном месте образца приблизительно спозиционируйте образец относительно зонда.

Подвод с автоматическим контролем расстояния

Процедура автоматического подвода устроена следующим образом:

после старта подвода сканер максимально выдвигается вверх, в сторону зонда. Если в верхнем положении сканера образец не достает до зонда, то сканер устанавливается в среднее положение и начинается движение вверх мотором. Во время движения измеряются сигналы амплитуды, фазы, нормального отклонения зонда и интенсивности отраженного лазерного луча. В момент

касания поверхности происходит резкое изменение одного из этих сигналов, мотор останавливается и сканер отодвигает образец от зонда на 1 микрон.

Для запуска автоматического подвода нажмите кнопку **m_approach** на контрольной панели **AC mode**. Программа перейдет в окно **CurvesView**, в котором во время подвода отображается зависимость амплитуды колебаний кантилевера (сигнал **Mag**) от вертикального положения сканера. Положение сканера измеряется в миллиметрах, начало отсчета – нижнее положение. После того как подвод завершен, появится сообщение «**motorapproachcompleted, surfacewasfound**».

После окончания посадки в окне **CurvesView** отображается т.н. «кривая подвода» - зависимость $Mag(Z)$ (Рис. 18) и в информационном окне появляется сообщение «**landingcompleted**».



Рисунок 18 Зависимость амплитуды от расстояния во время посадки

Настройка прибора для работы контактным методом

Для работы контактным методом в меню **Tools** выберите **Contactmode**. После выбора моды откроется контрольная панель контактного метода. Процедура ручной настройки прибора для работы контактным методом аналогична процедуре настройки для работы полуконтактным методом за исключением операций по настройке на резонансную частоту и установки начальной амплитуды.

Автоматическая настройка прибора

В программе предусмотрена возможность автоматической настройки прибора. Автоматическая настройка прибора позволяет сэкономить время при проведении рутинных операций.

При автоматической настройке последовательно выполняются операции, которые используются при ручной настройке прибора. В процессе настройки программа сама переключается между окнами и выводит различные сообщения во всплывающее информационное окно.

Автоматическая настройка начинается с анализа текущего состояния прибора. Программа проверяет, какие из параметров системы уже настроены и начинает выполнение настройки прибора с необходимого шага. При первом запуске прибора, а также после замены зонда выполнение настройки производится с первого шага. Процедура автоматической настройки прибора запускается кнопкой **Auto** на контрольной панели **AC mode** или **Contactmode**, соответственно.

Автоматическая настройка для работы полуконтактным или бесконтактным методом

При автоматической настройке для работы полуконтактным или бесконтактным методом последовательно выполняются следующие операции:

1. Настройка положения кантилевера **Find tip** или **look around**
2. Настройка положения фотодиода **Adjust diode**
3. Настройка на резонансную частоту **Init tuning**
4. Установка амплитуды **Set amplitude**
5. Пауза
6. Автоматический подвод **m_approach**
7. Подстройка рабочей частоты и фазы **Fine tuning**
8. Установка амплитуды **Set amplitude**
9. Посадка на поверхность **Landing**
10. Подбор коэффициента усиления обратной связи **Adjust gain**

Прежде чем запускать режим автоматической настройки следует установить начальную амплитуду колебаний кантилевера. Введите значение амплитуды в нанометрах в поле ввода, расположенное под кнопкой **Set amplitude** на контрольной панели. Для работы бесконтактным методом установите амплитуду в

диапазоне 5-20 нм, для работы полуконтактным методом – установите амплитуду 50-200 нм (по умолчанию значение амплитуды установлено равным 20 нм).

После ввода значения амплитуды запустите режим автоматической настройки кнопкой **Auto**, расположенной сверху на контрольной панели.

Сканирование

Для проведения сканирования перейдите в окно **Scan**.

По умолчанию в окне сканирования установлены следующие настройки:


Режим сканирования: **QScan** (сканирование с обратной связью по осям XY).

Поле сканирования: 10 микрон. Поле расположено в центре полного поля сканирования.

Скорость: 1 Гц (одна строка в секунду).

Количество точек: 256x256.

Измеряемые сигналы: Height(Sen), Mag, Phase.

Проверив, и при необходимости изменив настройки сканирования, запустите сканирование кнопкой .

Описание элементов управления, расположенных в окне **Scan**.

Во время сканирования профили текущей строки для двух выбранных сигналов выводятся в дополнительные окна **Section 1** и **Section 2**. Эти окна открываются автоматически при старте сканирования и могут быть расположены на усмотрение пользователя.

Сохранение и обработка результатов

Для работы с данными перейдите в окно “**Data view**”. Все полученные за одну сессию работы с прибором изображения помещаются в один файл. Внутри этого файла сканы различных сигналов, полученные за одно сканирование, объединены в папки. В каждой папке, наряду со сканами, хранится таблица параметров, при которых эти сканы были получены. Также к файлу могут быть прикреплены сечения, данные осциллографа, кривые спектроскопии, резонансные кривые (Рис. 19).

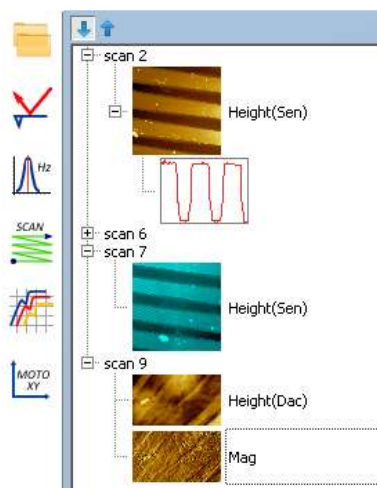


Рисунок 19 Структура файла данных

Все данные в окне **Data view** (полученные во время сканирования или открытые с диска), автоматически сохраняются во временный файл **aist3.db**. Если закрыть программу, оставив данные в окне **Data view**, то при следующем открытии программы, программа откроется с этими данными. Это обеспечивает защиту от потери данных при случайном закрытии программы без сохранения данных или при зависании компьютера.

Для того чтобы сохранить все данные в один файл нажмите **File** → **Save all...** в главном меню программы. Чтобы сохранить в файл только необходимые данные, выделите их мышью и используйте команду **Save selection**

Для того чтобы открыть файл нажмите **File** → **Open** в главном меню программы.

Используйте двойной щелчок мышью для переименования данных.

Для выделения группы данных используйте стандартные комбинации клавиш: **Ctrl+A**, левая кнопка мыши + **Shift**, левая кнопка мыши + **Ctrl**.

Для удаления данных используйте кнопку **Delete** на клавиатуре.

Описание элементов управления, расположенных в окне **Data view**.

Ход работы

1. Подготовьте образец для измерений, высушите его.
2. Проведите измерения на АСМ
3. Определите средний размер 10 частиц на АСМ-изображении.

Контрольные вопросы

1. Каковы этапы пробоподготовки образцов магнитных коллоидных систем для получения микроскопических изображений?
2. В чем заключается метод полуконтактного СЗМ?
3. Опишите методику установки образца?
4. Преимущества и недостатки полуконтактного метода перед другими?

Список используемых источников

1. Руководство пользователя: 2007 – 2013 AIST-NT – 135 с.
2. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии// Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений: г. Нижний Новгород.: РАНИФМ, 2004. – 114с.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ МОЛЕКУЛЯРНОГО СОСТАВА МАГНИТНЫХ НАНОСИСТЕМ С ПОМОЩЬЮ ИК-СПЕКТРОСКОПИИ

Цель работы: определение молекулярного состава ПАВ магнитных наносистем с помощью ИК-спектроскопии.

Принадлежности: ИК-спектрометр Nicolet 6700, образец магнитной жидкости.

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.

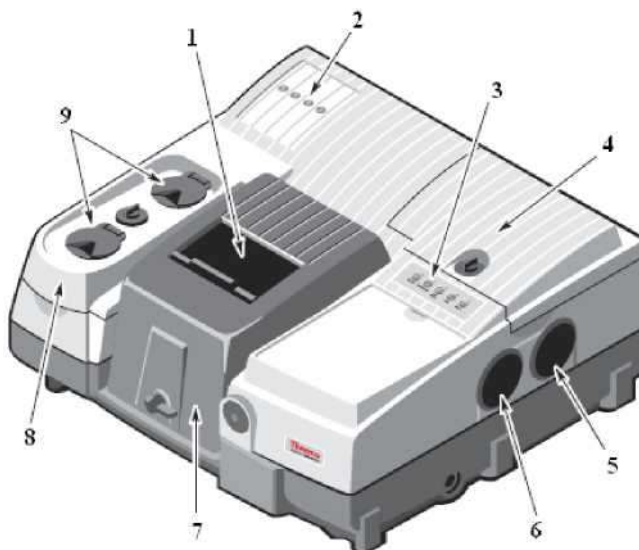


Рисунок 1. – Внешний вид ИК-Фурье спектрометра Nicolet 6700:

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

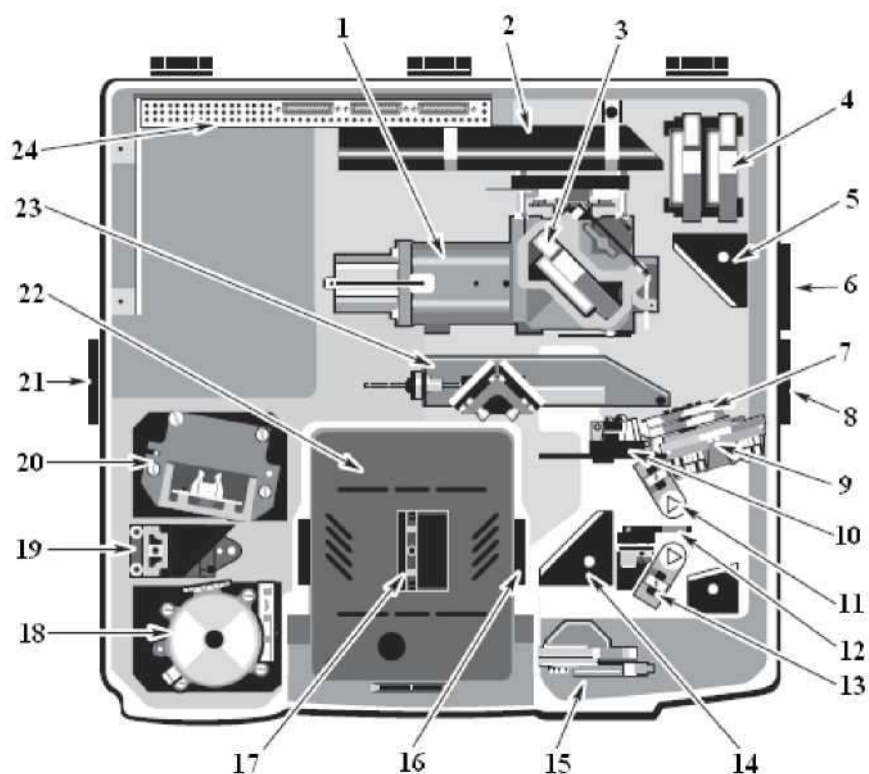


Рисунок 3. – Внутренняя схема спектрометра Nicolet 6700:

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)

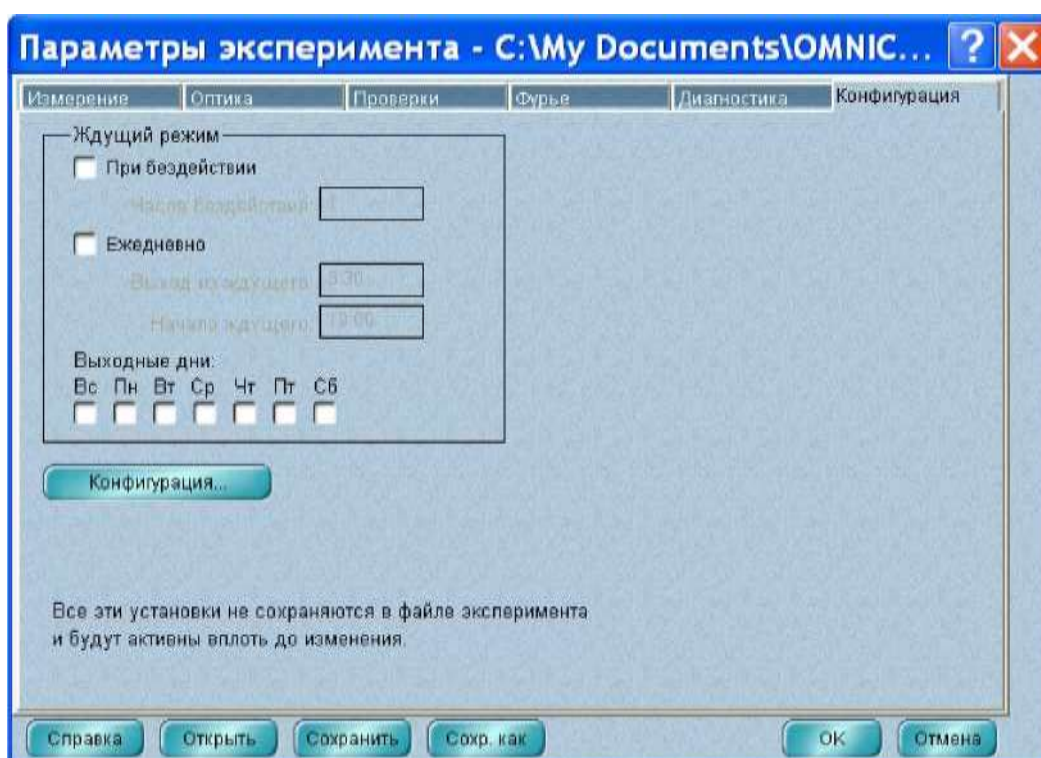


Рисунок 5. – Конфигурация ждущего режима

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	XТ-KBr	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 ⁻¹	Источник
1	2	3	4	5
Видимая	Кварц	PbSe	13000-2800*	ЕТС, бел.света
		Si ¹	25000-8600	Бел. света
	CaF2	PbSe	13000-2000*	ЕТС, бел.света
		Si ¹	14500-8600	Бел. света
Ближняя ИК	Кварц	MCT-A ²	11700-2800*	ЕТС, бел.света
		MCT-B ²	11700-2800*	ЕТС, бел.света
		InSb ^{2,3}	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 ²	11700-1200*	ЕТС, бел.света
		MCT-B ²	11700-1200*	ЕТС, бел.света
		InSb ^{2,3}	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 ²	11000-600*	ЕТС, бел.света
		MCT-B ²	11000-400*	ЕТС, бел.света
		InSb ^{2,3}	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 ²	7400-600	ЕТС
		MCT-B ²	7400-400	ЕТС
		DTGS TEC	7100-350	ЕТС
		DTGS-CsI	6400-350	ЕТС
Средняя ИК	CaF ₂	DTGS-CsI	6400-225	ЕТС
		MCT-A ²	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.

¹Детекторы Si можно использовать только с источниками белого света (галогеновыми).

²Перед 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.

⁴Светодетекторы 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 светодетектора и прочих оптических компонентов, снижая количество накапливающихся внутри спектрометра паров воды. Пакет с десикантом должен находиться под крышкой отсека светодетектора. 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 OMNISC.

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.

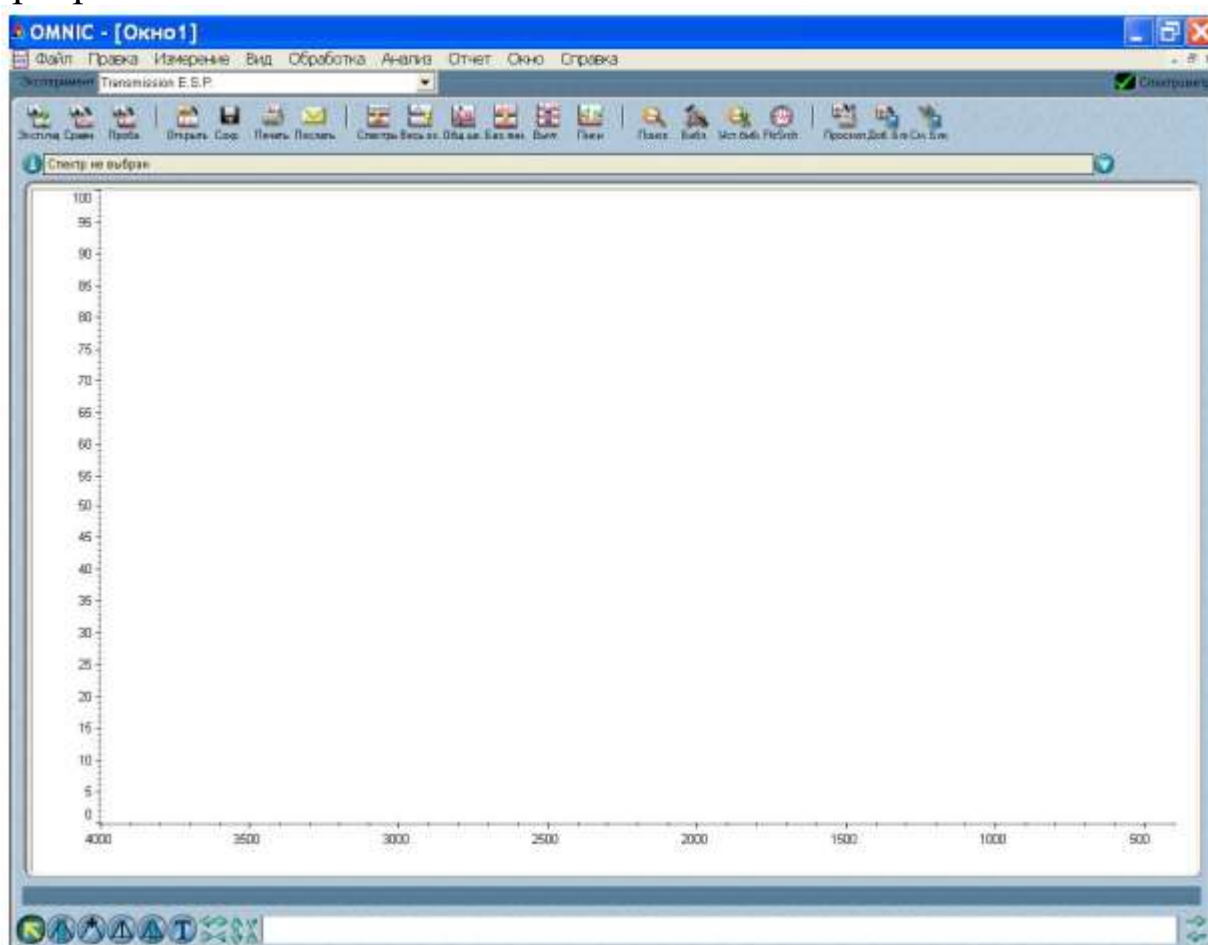


Рисунок 6. – Окно OMNISC

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.

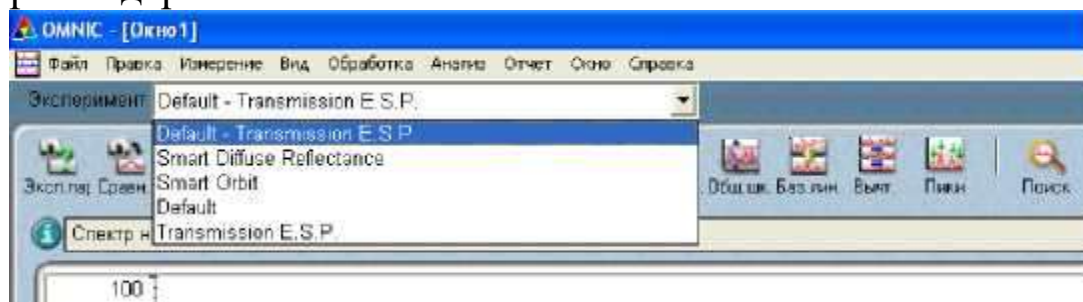


Рисунок 7. – Строка меню и поле эксперимент

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.

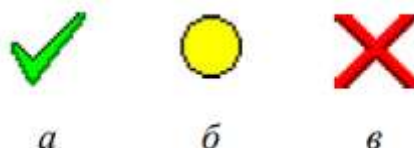


Рисунок 8. – Возможные показания индикатора

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).

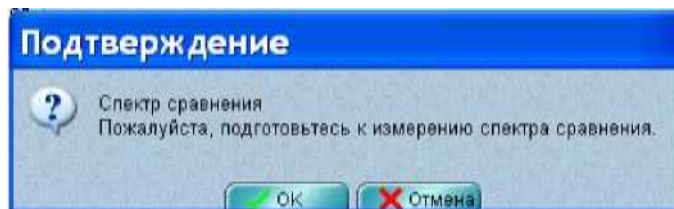


Рисунок 11. – Окно подтверждения снятия спектра сравнения

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.

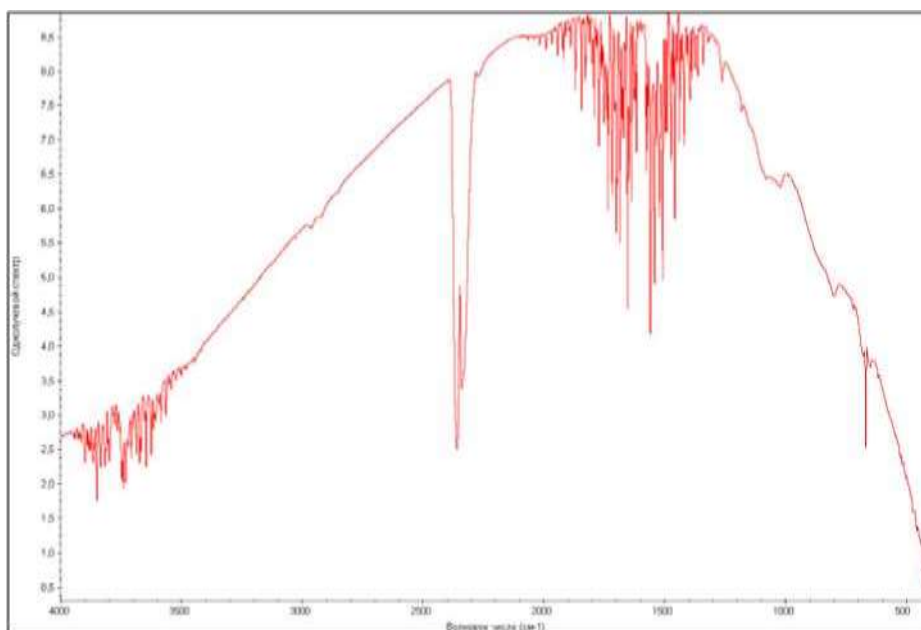


Рисунок 12. – Спектр фона для средней ИК области

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).

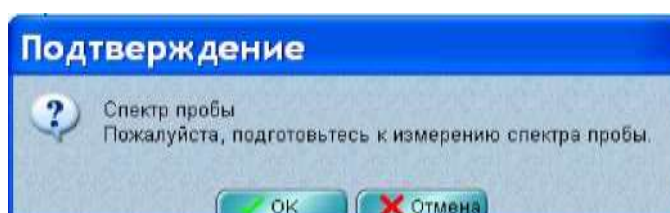


Рисунок 13. – Окно подтверждения снятия спектра пробы

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).

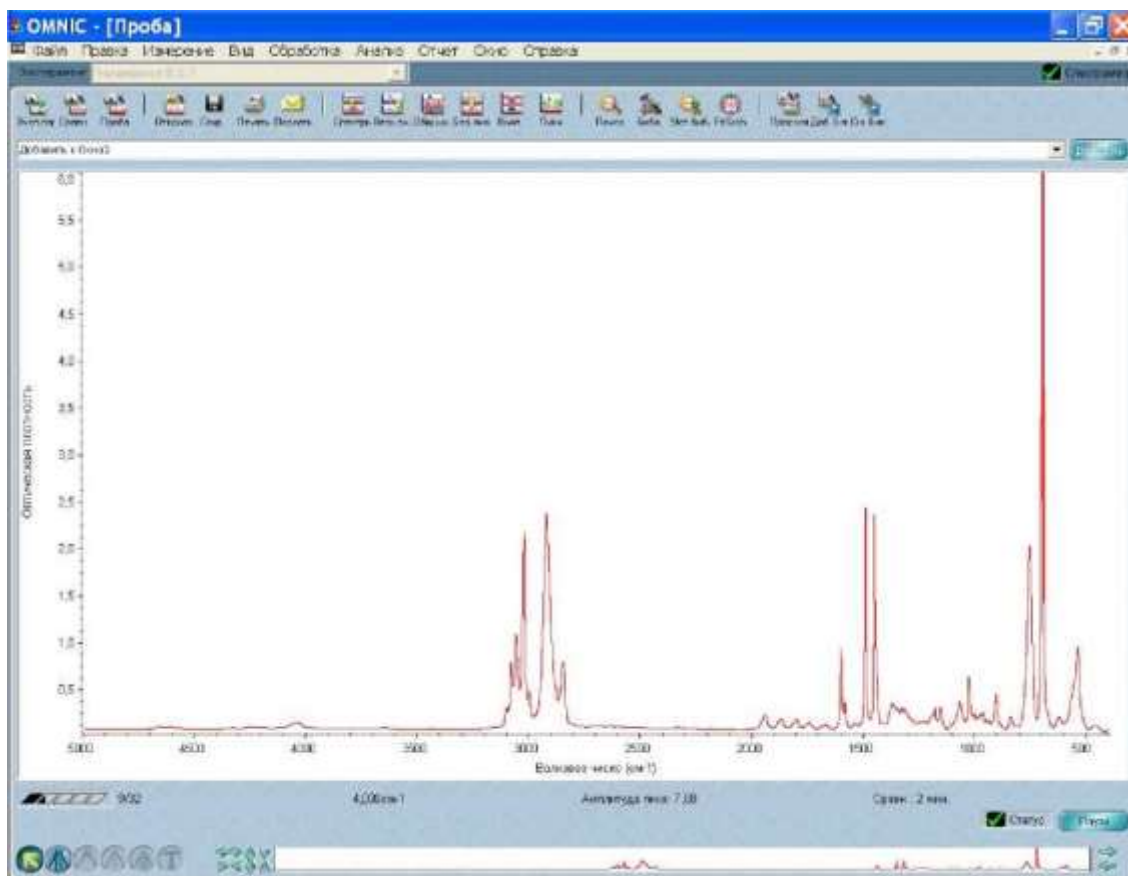


Рисунок 14. – Окно сбора данных спектра образца

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

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



Рисунок 15. – Шкала сбора данных

Статус процедуры сбора данных демонстрирует индикатор «СТАТУС», расположенный в нижней части окна OMNIC - [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.

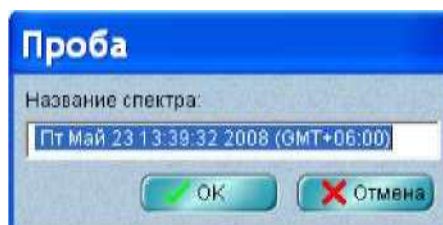


Рисунок 17. – Окно названия спектра образца

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].

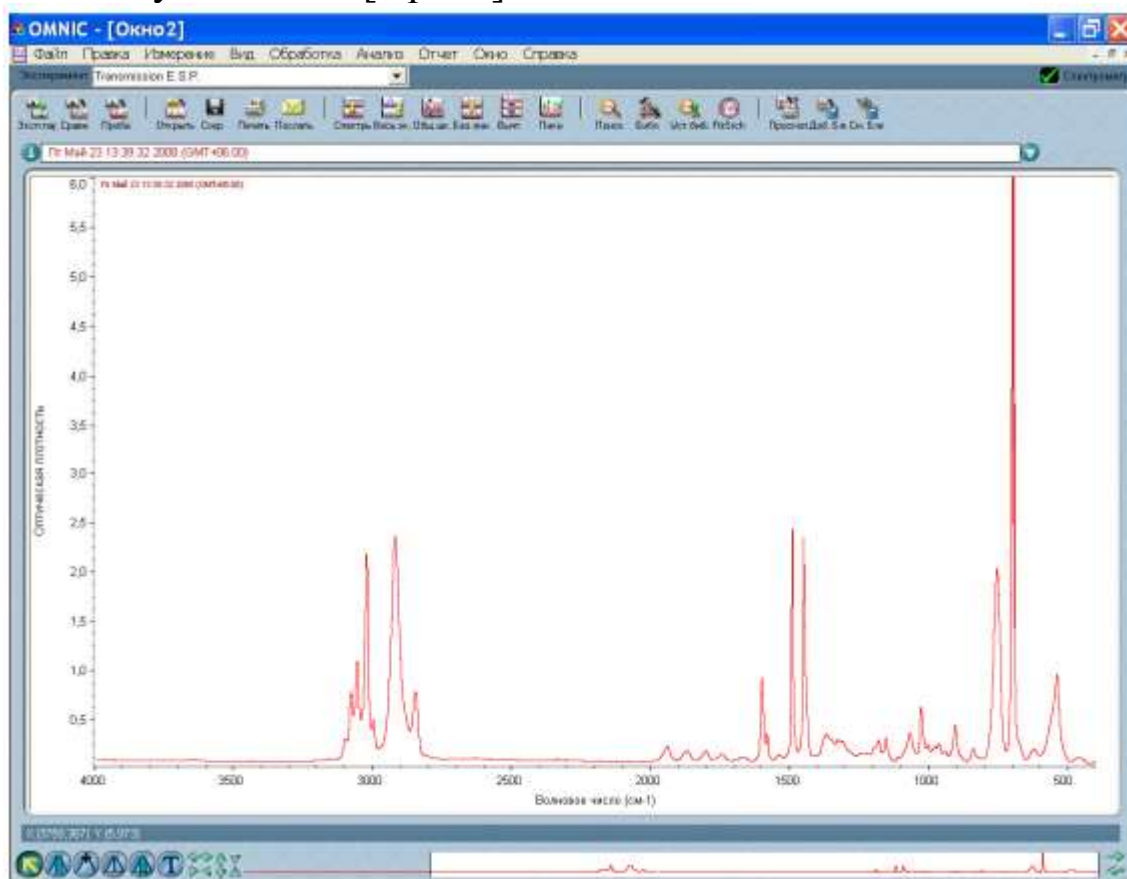


Рисунок 18. – Спектральное окно

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 ¹	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

¹ 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.

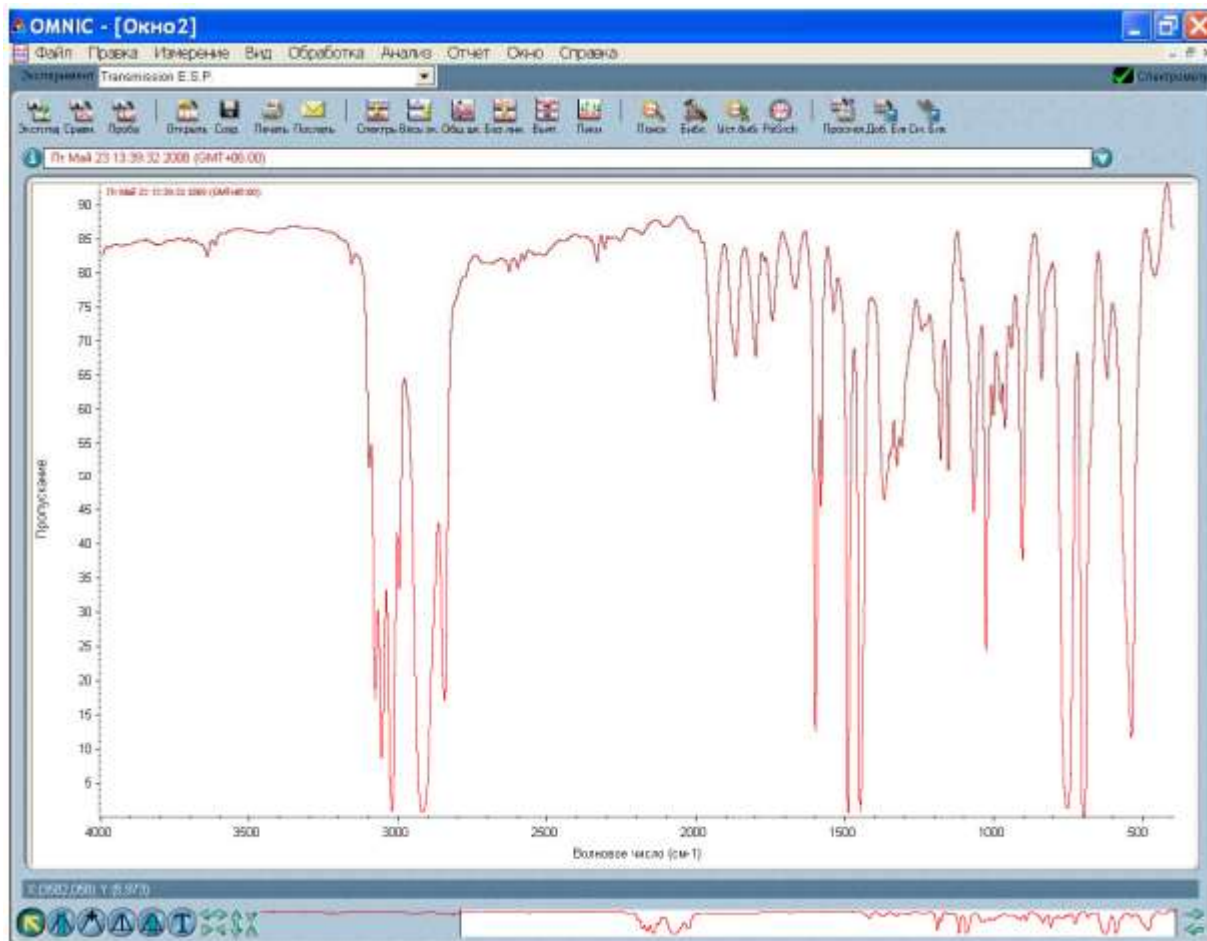


Рисунок 19. – Спектр пропускания

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

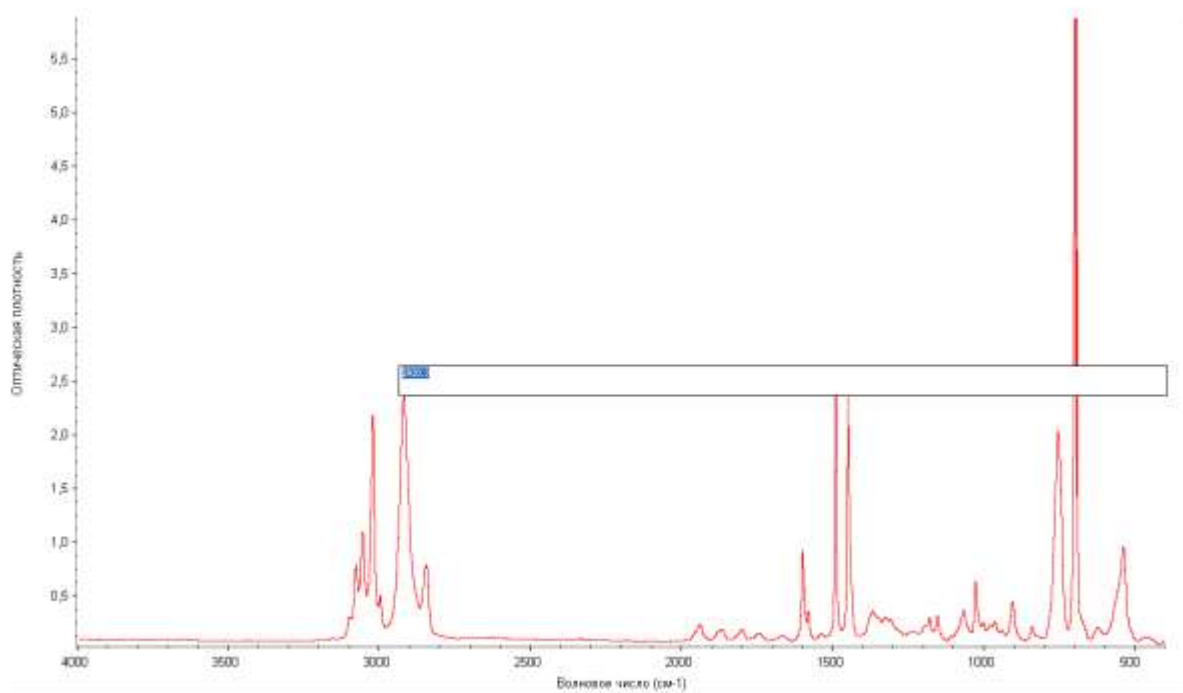


Рисунок 20. – Мечение пика с помощью инструмента для создания комментариев

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 OMNIC (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).

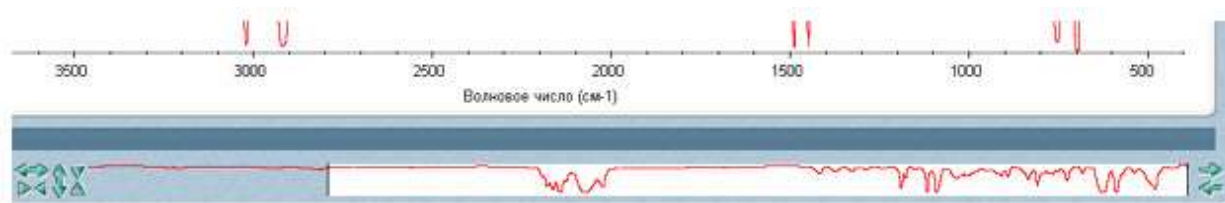


Рисунок 21. – Видоискатель

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.

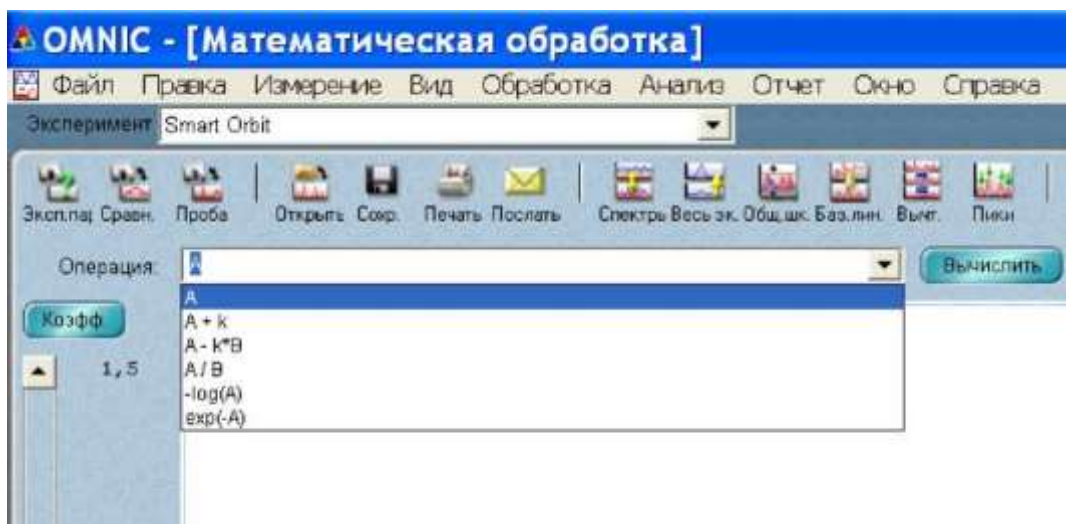


Рисунок 22. – Окно OMNIS - «Математическая обработка»

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)

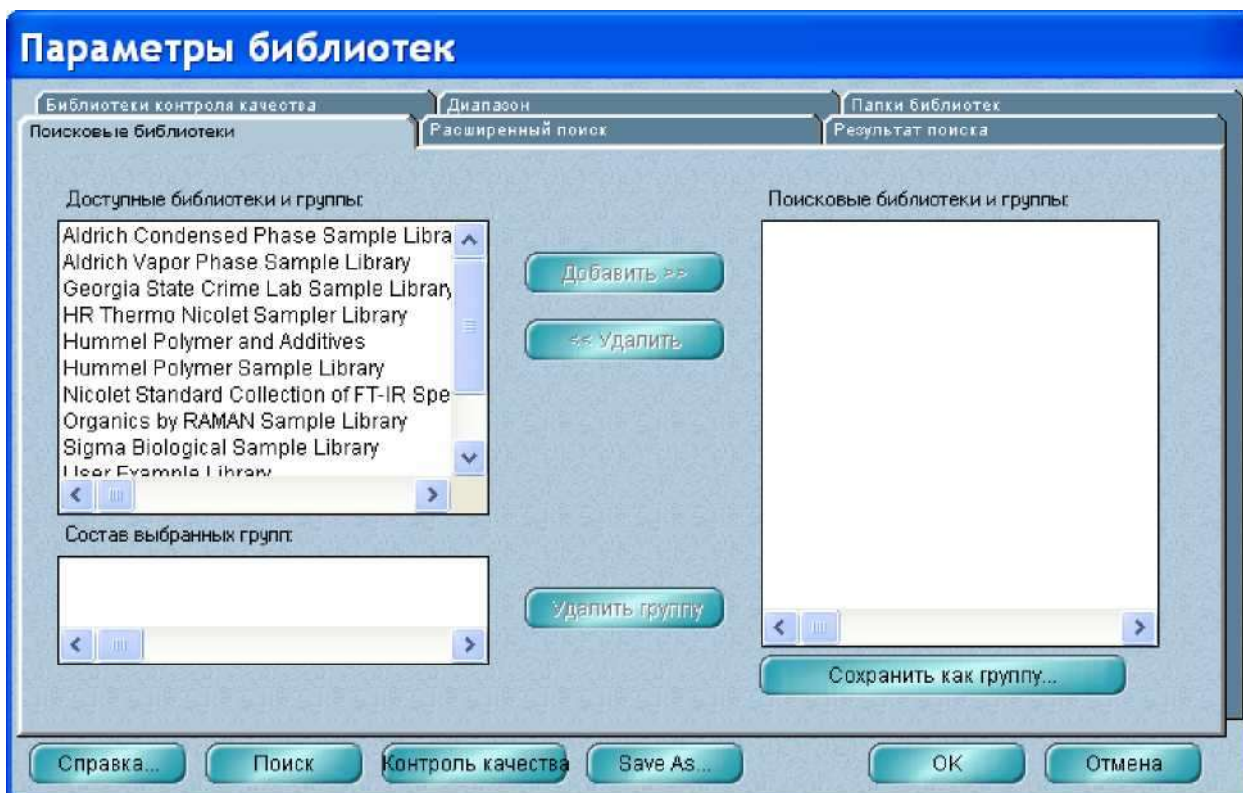


Рисунок 23. – Диалоговое окно «Параметры библиотек»

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.

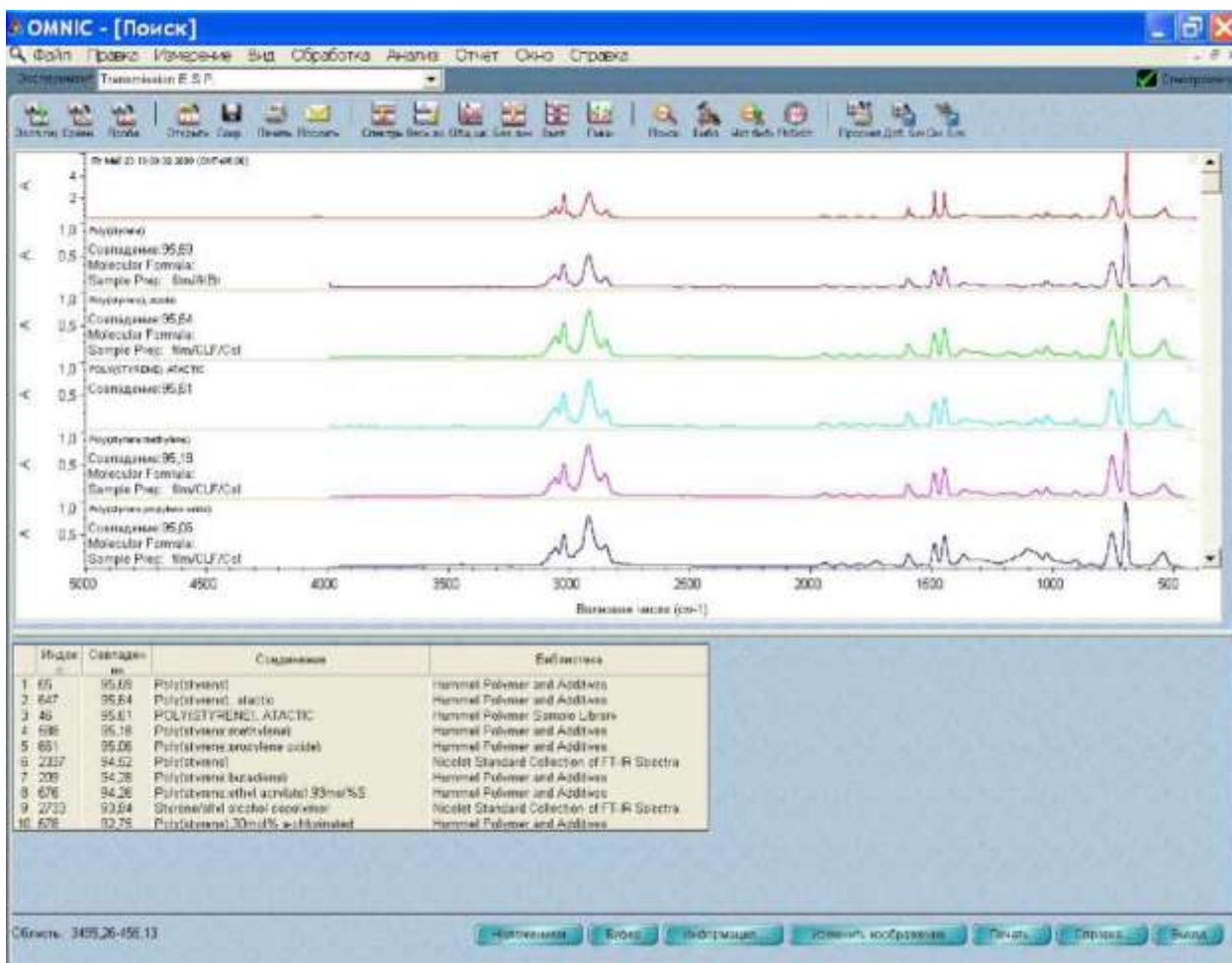


Рисунок 24. – Окно OMNIC - [Поиск], отражающее результаты поиска.

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 № 4

ИЗМЕРЕНИЕ МАГНИТНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК МАТЕРИАЛА В ПЕРЕМЕННЫХ МАГНИТНЫХ ПОЛЯХ

Цель работы: исследования процессов перемагничивания ферромагнетиков в переменных магнитных полях.

Принадлежности: автотрансформатор ЛАТР-2,5(10А), мультиметр FLUKE-15b (2 шт.), комплект измерительных катушек, вольтметр переменного тока GVT-417 В (2 шт.), два добавочных и одно эталонное сопротивление, ключ, осциллограф С1-112 (9800), образцовое сопротивление 1 Ом, регулировочный реостат.

Теоретическое введение

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 размещении на сайте кафедры <https://swsu.ru/structura/up/ftd/kafedra-nt/instruktsii.php>

В проводниках, находящихся в переменных магнитных полях, вихревые токи создают магнитный поток, направленный противоположно внешнему магнитному полю. Индукция, создаваемая вихревыми токами, равна нулю на поверхности образца и увеличивается по мере приближения к его внутренним областям.

Потери на вихревые токи приводят к разогреву магнитопровода. Для уменьшения вихревых токов сердечники трансформаторов, дросселей и т. д. изготавливают из тонких листов магнитомягкой стали.

Отношение максимальной индукции образца B_m к максимальному значению напряженности внешнего поля H_m дает амплитудное значение динамической магнитной проницаемости ферромагнетика в переменном магнитном поле:

$$\mu = \frac{B_m}{\mu_0 H_m}. \quad (1)$$

Почти у всех материалов статическая и динамическая магнитные проницаемости имеют значительное различие даже на частоте 50 Гц, и только в случае тонких ферромагнитных пленок динамическая петля совпадает со статической петлей магнитного гистерезиса.

Из формулы (1) следует, что для определения кривой намагничивания в переменном магнитном поле необходимо измерять максимальные значения напряженности и индукции поля. Измерения могут быть проведены с помощью осциллографа по схеме, показанной на рис. 1.

Здесь в качестве исследуемого образца O используется тороид

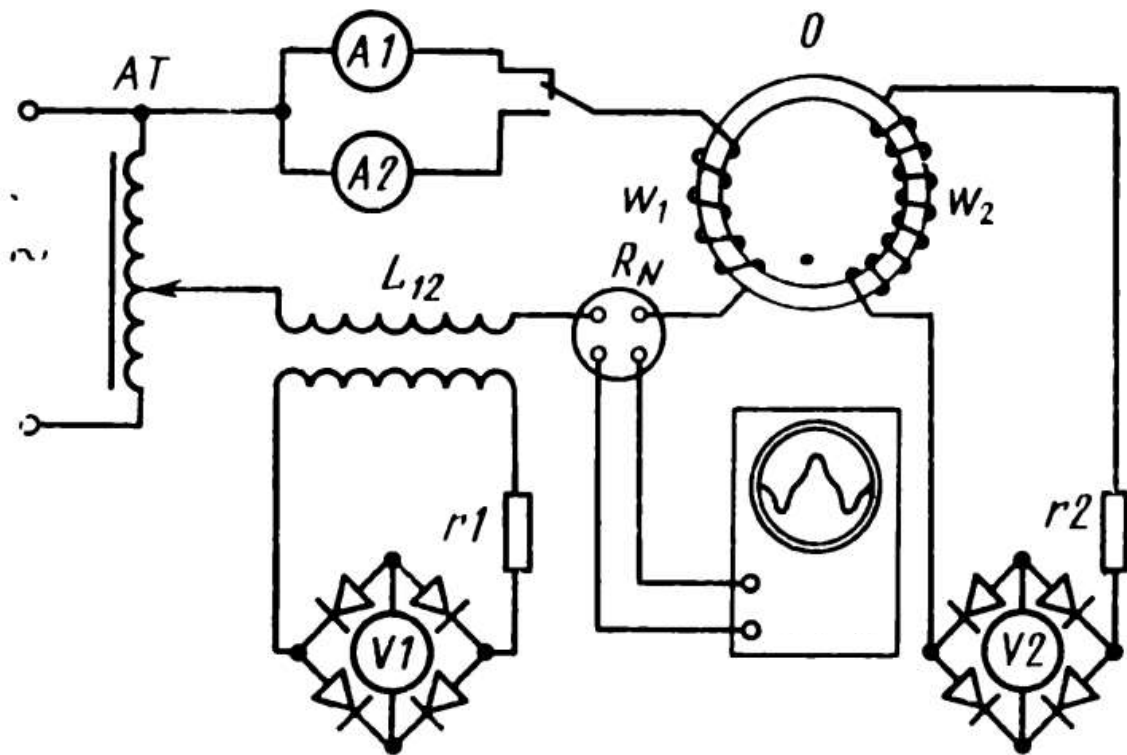


Рис. 1.

с намагничивающей ω_1 и измерительной ω_2 обмотками. Автотрансформатор AT позволяет регулировать ток в намагничивающей обмотке.

Для измерения действующих значений намагничивающего тока применяются амперметры $A1$ и $A2$ электромагнитной системы. Для определения амплитудного значения тока в намагничивающей обмотке служат катушка взаимной индуктивности L_{12} и вольтметр

$V1$, включенный в схему двухполупериодного выпрямителя, на основе германиевых диодов с добавочным резистором $r1$; $V1$ – вольтметр, включенный в аналогичную схему двухполупериодного выпрямителя с добавочным сопротивлением $r2$.

Следует помнить, что вольтметром измеряется не электродвижущая сила, а напряжение, отличающееся от э. д. с. на величину падения напряжения в самой измерительной обмотке.

В данном случае сопротивление измерительных цепей велико; следовательно, можно считать, что вольтметр $V1$ измеряет среднее значение э. д. с. во вторичной обмотке катушки взаимной индукции, а вольтметр $V2$ – среднее значение э. д. с. в обмотке ω_2 .

Сигнал, пропорциональный намагничивающему току, снимается с активного сопротивления R_N (1 Ом). Осциллограф служит для развертки формы кривой магнитной индукции и кривой напряженности магнитного поля.

Измерение максимального значения индукции магнитного поля можно произвести с помощью катушки взаимной индуктивности L_{12} и вольтметра $V1$.

Среднее значение э. д. с. во вторичной обмотке катушки взаимной индуктивности L_{12} за один полупериод будет

$$E_{cp.} = \frac{2}{T} \int_0^{T/2} \varepsilon dt, \quad (2)$$

где ε – мгновенное значение э. д. с. Поскольку

$$\varepsilon dt = d\Phi = L_{12} di, \quad (3)$$

где L_{12} – коэффициент взаимной индукции катушки, то подставляя (3) в (2), получим

$$E_{cp.} = \frac{2}{T} \int_{-i_m}^{+i_m} L_{12} di = 4L_{12}i_m / T = 4L_{12}f i_m [B]. \quad (4)$$

где $f = 1/T = 50 \text{ Гц}$ – частота намагничивающего тока, i_m – амплитудное значение тока (в амперах). Учитывая, что

$$H_m = \frac{\omega_1 i_m}{2\pi r} \cdot 10^2, \quad (5)$$

где r – средний радиус тороида, и подставляя в (5) значение i_m из выражения (4), находим

$$H_m = \frac{\omega_1 E_{cp1}}{8\pi r f L_{12}} \cdot 10^2 [A / м]. \quad (6)$$

Среднее значение переменной э. д. с. E_{cp2} во вторичной обмотке образца за один полупериод может быть представлено в виде

$$E_{cp2} = \frac{2}{T} \int_0^{T/2} \varepsilon dt = \frac{2}{T} \int_{-\Phi_m}^{+\Phi_m} d\Phi = \frac{2}{T} \int_{-B_m}^{+B_m} \omega_2 s dB = 4B_m \omega_2 s f, \quad (7)$$

откуда

$$B_m = \frac{E_{cp2}}{4\omega_2 s f}, \quad (8)$$

где ω_2 – число витков вторичной обмотки образца, s – площадь сечения образца.

При снятии кривой намагничивания на переменном токе большое значение имеют формы кривых напряженности магнитного поля и кривой магнитной индукции в зависимости от времени. Если бы катушка L_{12} в цепи (рис. 1) отсутствовала, то зависимости H и B от времени имели бы вид, указанный на рис. 2, а. Подключение катушки L_{12} приводит к искажению намагничивающего тока, а следовательно, и к несинусоидальному характеру зависимости H от времени (рис. 2, б). Влияние взаимной индуктивности катушек в намагничивающей цепи также приводит к искажению формы кривой магнитной индукции в средних и сильных магнитных полях.

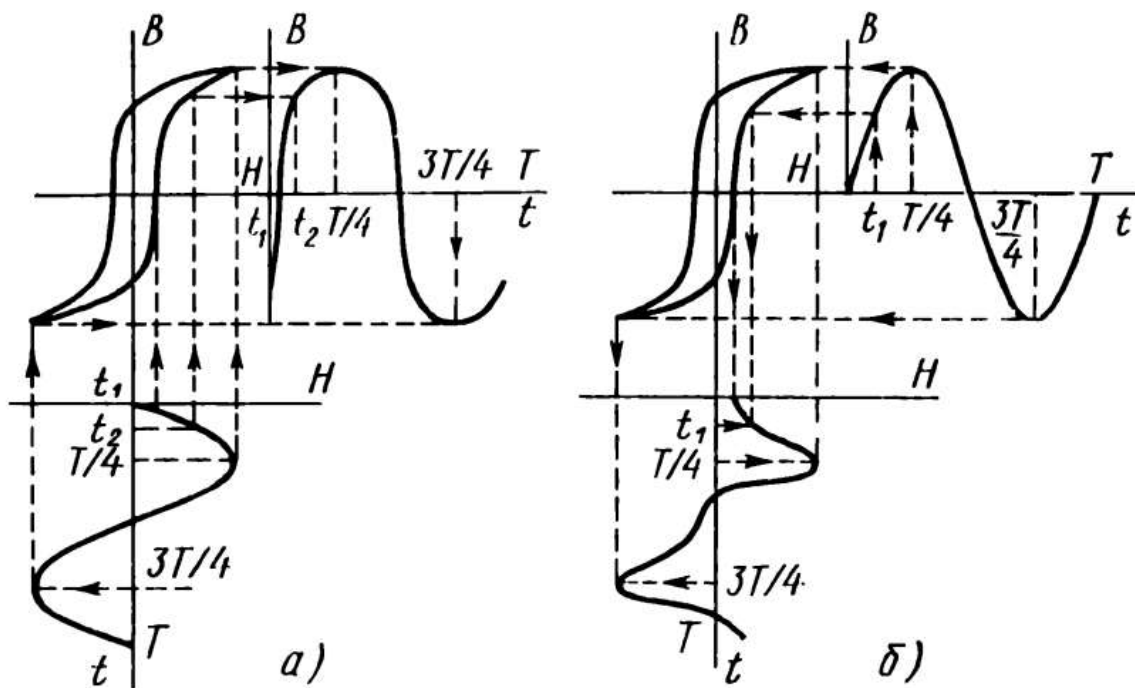


Рис. 2.

Показание амперметра, регистрирующего эффективное значение тока в намагничивающей цепи, умноженное на $\sqrt{2}$, будет выражать амплитуду тока эквивалентной синусоиды.

Максимальное значение напряженности намагничивающего поля по эквивалентной синусоиде определяют для тороида по формуле

$$H_{эфт} = \frac{\omega_1 i_{эф} \sqrt{2}}{2\pi r} \cdot 10^2, \quad (9)$$

где $\sqrt{2} i_{эф}$ – действующее значение намагничивающего тока, А.

Часто кривую намагничения выражают в координатах B_m , $H_{эфт}$. Необходимо помнить, что ампер-витки измерительной обмотки ($\omega_2 i_2$) вносят искажения в магнитное состояние образца. Чтобы пренебречь искажением, необходимо выполнение условия

$$\omega_1 i_1 \gg \omega_2 i_2,$$

где $\omega_1 i_1$ – ампер-витки намагничивающей катушки.

Так, при $(\omega_2 i_2 / \omega_1 i_1) \leq 0,005$ влиянием ампер-витков вторичной обмотки можно пренебречь.

Порядок выполнения работы

1. Пользуясь формулами (4), (6), (7), (8), рассчитать необходимые средние значения E_{cp1} и E_{cp2} для определения кривой намагничивания образцов.

2. Произвести градуировку шкал вольтметров на постоянном токе по пределам, рассчитанным в п. 1, в единицах индукции по схеме рис. 3.

3. Определить кривые намагничивания в координатах B_m, H_m и $B_m, H_{эфт}$, произвести их графическое построение. Для этого подавать в намагничивающую цепь

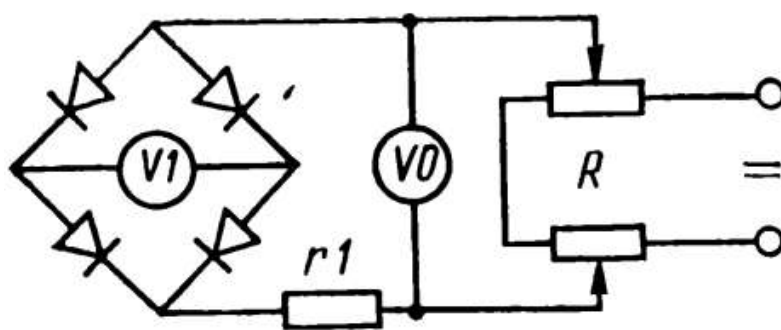


Рис. 3.

последовательные значения тока, задаваемые по показаниям вольтметра $V1$ (рис. 1). Определить по показаниям амперметров $A1$ и $A2$ (рис. 1) эффективные значения тока и по показаниям вольтметра $V2$ – соответствующие им значения E_{cp2} во вторичной цепи.

По формулам (6), (7) и (8) вычислить значения $B_m, H_m, H_{эфт}$ и построить кривые намагничивания.

4. При определении кривой намагничивания (или при повторных измерениях) скопировать с экрана осциллографа несколько разверток кривых напряженности магнитного поля (форма кривой намагничивающего тока) при средних и максимальных величинах индукции.

5. Снять петлю гистерезиса с помощью осциллографа.

Петлю гистерезиса на экране осциллографа можно получить следующим образом.

Ферромагнетик помещается в магнитное

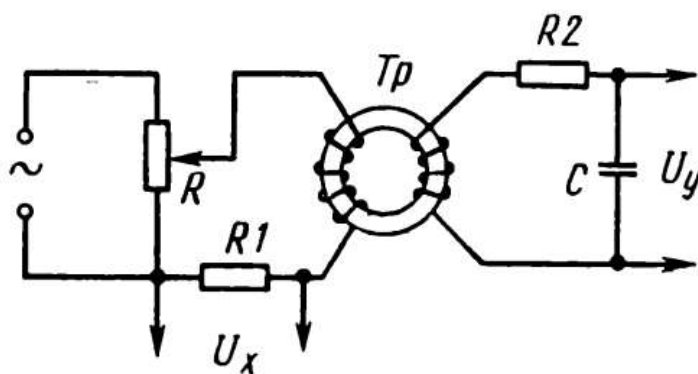


Рис. 4.

поле, создаваемое переменным током. На горизонтально отклоняющие пластины подается напряжение U_x , пропорциональное H , а на вертикально отклоняющие – U_y , пропорциональное B . Принципиальная схема установки для наблюдения петли гистерезиса приведена на рис. 4.

В качестве исследуемого вещества удобно использовать ферритовый тороид Tr . Если первичная обмотка тороида питается через сопротивление R_1 переменным током i_{\sim} , то величина напряженности магнитного поля внутри полого тороида определяется по формуле

$$H = \mu_0 \omega_1 i_{\sim},$$

где ω_1 – число витков на 1 см. Тогда напряжение на горизонтально отклоняющих пластинах осциллографа пропорционально напряженности магнитного поля H :

$$U_x = i_{\sim} R_1 = \frac{R_1}{\mu_0 \omega_1} H.$$

Во вторичной обмотке тороида источником тока i является э.д.с. индукции E , равная

$$E = -\frac{d\Phi}{dt},$$

где Φ – поток вектора магнитной индукции через поверхность, охватываемую всеми витками вторичной катушки. Если s – площадь, охватываемая одним витком, а ω_2 – число витков, тогда

$$\Phi = Bs\omega_2, \quad E = -s\omega_2 \frac{dB}{dt}.$$

Пренебрегая самоиндукцией, запишем закон Ома для вторичной цепи:

$$E = U_C + i R_2, \tag{10}$$

где

$$U_C = U_y = \frac{q}{C} = \frac{1}{C_0} \int i dt. \tag{11}$$

Здесь U_C – напряжение на обкладках конденсатора, C – емкость, q – заряд конденсатора. Если R_2 велико ($R_2 = 10^5$ Ом), то первым членом в формуле (10) можно пренебречь:

$$E = i R_2 = -s\omega_2 \frac{dB}{dt}, \tag{12}$$

откуда

$$i = -\frac{s\omega_2}{R_2} \frac{dB}{dt}.$$

Подставляя значение i в выражение (11), получим, что напряжение, подаваемое на вертикально отклоняющие пластины осциллографа, равно

$$U_y = -\frac{\omega_2 s}{R_2 C} \int_0^B \frac{dB}{dt} dt = -\frac{\omega_2 s}{R_2 C} \int_0^B dB = -\frac{\omega_2 s}{R_2 C} B, \quad (13)$$

т. е. пропорционально B .

В результате на одни пластины подается напряжение, пропорциональное H , а на другие – пропорциональное B , и на экране получается петля гистерезиса $B = f(H)$.

За один период синусоидального изменения тока след электронного луча на экране опишет полную петлю гистерезиса, а за каждый последующий период в точности повторит ее; поэтому на экране будет видна неподвижная петля гистерезиса. Увеличивая с помощью потенциометра R напряжение U_x , мы будем увеличивать амплитуду колебаний H и получать на экране последовательно ряд различных по своей площади петель гистерезиса.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Каков план проведения измерений по кривой намагничения и петли гистерезиса ферромагнетика?
2. Исходя из составленного плана проведения измерений, проанализируйте перечень необходимого оборудования для определения вида кривой намагничения ферромагнетика?
3. Для чего при планировании измерений гистерезиса необходимо использовать ферромагнитный образец в форме тороида?
4. Каким информационным ресурсом нужно воспользоваться, чтобы найти инструкцию менеджмента безопасности лабораторий кафедры нанотехнологий, общей и прикладной физики?
5. В чем отличие петель гистерезиса магнитомягкой и магнито жесткой стали?
6. Как определить коэрцитивную силу стали по кривой гистерезиса?
7. Почему сердечники трансформаторов, дросселей и т. д. набираются из отдельных пластин?

8. Почему ток в намагничивающей катушке носит нелинейный характер?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭФФЕКТА ХОЛЛА КАК ПРИНЦИПА РАБОТЫ МАГНИТОМЕТРА

Цель работы: Исследование механизмов электрической проводимости в легированном германии с эффектом Холла.

Приборы и принадлежности: базовый аппарат для изучения эффекта Холла, легированный донорной примесью германий на печатной плате, легированный акцепторной примесью германий на печатной плате, датчик магнитного поля ± 2000 мТл, катушка модели D на 600 витков, U-образный сердечник, пара полюсных наконечников и зажимных скоб для изучения эффекта Холла, трансформатор с выпрямителем, источник питания постоянного тока, универсальный цифровой измерительный прибор, прибор ЗВ NETlog™, набор из 15 безопасных соединительных проводов для опытов длиной 75 см. программное обеспечение ЗВ NETlab™

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 размещении на сайте кафедры <https://swsu.ru/structura/up/ftd/kafedra-nt/instruktsii.php>



Эффект Холла наблюдается в электропроводящих материалах, помещенных в магнитное поле B . Этот эффект обусловлен силой Лоренца, которая изменяет направление движения носителей заряда, создавая электрический ток I , протекающий в образце материала перпендикулярно по отношению к магнитному полю, и направлением тока. Разделение зарядов приводит к появлению электрического поля E_H , которое перпендикулярно направлению тока и компенсирует силу Лоренца, создавая напряжение Холла U_H между краями образца. Знак напряжения Холла меняется в зависимости от того, обусловлен ли один и тот же ток I положительными или отрицательными носителями заряда. Его значение зависит от плотности носителей заряда. Следовательно, эффект Холла представляет собой важное средство определения механизмов переноса зарядов в проводящих материалах и часто используется для изучения легированных полупроводников.

В этом опыте кристаллы легированного германия исследуются в диапазоне температур от 300 К до 450 К, чтобы убедиться в разнице проводимости, достигаемой за счет легирования, и собственной проводимости, получаемой за счет тепловой активации электронов, вызывающей их переход из валентной зоны в зону проводимости.

Кристаллы представляют собой плоские образцы, которые имеют длину a , ширину b и толщину d , и проводят ток I в продольном направлении. Магнитное поле B пронизывает каждый образец перпендикулярно направлению тока. Возникающее в результате напряжение Холла равно:

$$U_H = R_H \cdot \frac{B \cdot I}{d}. \quad (1)$$

Коэффициент Холла составляет:

$$R_H = \frac{1}{e} \cdot \frac{n_p \cdot \mu_p^2 - n_n \cdot \mu_n^2}{(n_p \cdot \mu_p + n_n \cdot \mu_n)^2}, \quad (2)$$

$e = 1.602 \cdot 10^{-19}$ Кл (элементарный заряд).

Плотности n_n и n_p , соответственно, электронов в зоне проводимости и дырок в валентном слое, а также подвижности (mobility) μ_n и μ_p , соответственно, электронов и соответствующих им дырок являются величинами, характеризующими данный материал, которые зависят от температуры образца T .

Помимо напряжения Холла, в данном опыте измеряется падение напряжения в продольном направлении U в образце для определения электропроводности:

$$\sigma = e \cdot (n_n \cdot \mu_n + n_p \cdot \mu_p). \quad (3)$$

В процессе этого также определяется подвижность Холла:

$$\mu_H = R_H \cdot \sigma = \frac{n_p \cdot \mu_p^2 - n_n \cdot \mu_n^2}{n_p \cdot \mu_p + n_n \cdot \mu_n}. \quad (4)$$

На плотности носителей заряда n_n и n_p влияет легирование, т.е. включение инородных атомов в кристалл. В случае легирования акцепторной примесью атомы акцептора связывают электроны из валентной зоны и тем самым образуют дырки в этой зоне. В случае легирования донорной примесью каждый атом донора отдает один электрон в зону проводимости. Легированные кристаллы электрически нейтральны, т.е. их отрицательные и положительные заряды компенсируют друг друга. Соответственно:

$$n_n + n_A = n_p + n_D, \quad (5)$$

n_A : концентрация акцепторов,

n_D : концентрация доноров.

Кроме того, n_n и n_p связаны законом действующих масс, количество пар «электрон - дырка», которые образуются и рекомбинируют в единицу времени, одинаково в состоянии равновесия, которое зависит от температуры. К ним применимо следующее выражение:

$$n_n \cdot n_p = n^2, \quad (6)$$

n_i - плотность носителей заряда в случае только собственной проводимости.

Поэтому в общем случае имеем:

$$n_n = \sqrt{n_i^2 + \frac{(n_A - n_D)^2}{4}} + \frac{n_D - n_A}{2}, \quad (7)$$

$$n_p = \sqrt{n_i^2 + \frac{(n_A - n_D)^2}{4}} + \frac{n_A - n_D}{2}. \quad (8)$$

При комнатной температуре концентрации n_A и n_D существенно выше плотности носителей заряда в случае только собственной проводимости n_i . Следовательно:

$$R_H = -\frac{1}{n_D \cdot e}, \mu_H = \mu_n, \quad (9)$$

при добавлении донорной примеси при температуре 300 К

$$R_H = -\frac{1}{n_A \cdot e}, \mu_H = \mu_p$$

при добавлении акцепторной примеси при температуре 300 К.

Тогда плотность и знак носителей заряда можно получить непосредственно из коэффициента Холла. Подвижность носителей заряда эквивалентна подвижности Холла.

Задания и порядок выполнения работы

1. Демонстрация эффекта Холла в легированном германии.

По мере того, как с увеличением температуры появляется больше носителей, обеспечивающих электрический ток, напряжение Холла убывает, пока не достигнет нуля.

В случае германия, легированного акцепторной примесью, знак напряжения Холла меняется, потому что возрастающая собственная проводимость приводит к доминирующему влиянию электронов, подвижность μ_n которых выше. Проводимость, обусловленная легированием, преобладает при температурах ниже температуры инверсии, а собственная проводимость преобладает при температурах выше температуры инверсии.

При высоких температурах кристаллы, легированные донорными и акцепторными примесями, становятся неотличимы друг от друга, потому что:

$$n_n = n_p = n_i, R_H = -\frac{1}{n_i \cdot e} \cdot \frac{\mu_n - \mu_p}{\mu_n + \mu_p}$$

Зависимость подвижности μ_n от температуры не видна явным образом в коэффициенте Холла, потому что в обоих случаях:

$$\mu \sim T^{-\frac{3}{2}}$$

2. Измерить зависимость напряжения Холла от тока и магнитного поля при комнатной температуре.

3. Определить знак плотности и подвижности носителей заряда при комнатной температуре.

4. Измерить зависимость напряжения Холла от температуры образца.

5. Определить температуру инверсии; установить различия между примесной и собственной проводимостью в случае германия, легированного акцепторной примесью.

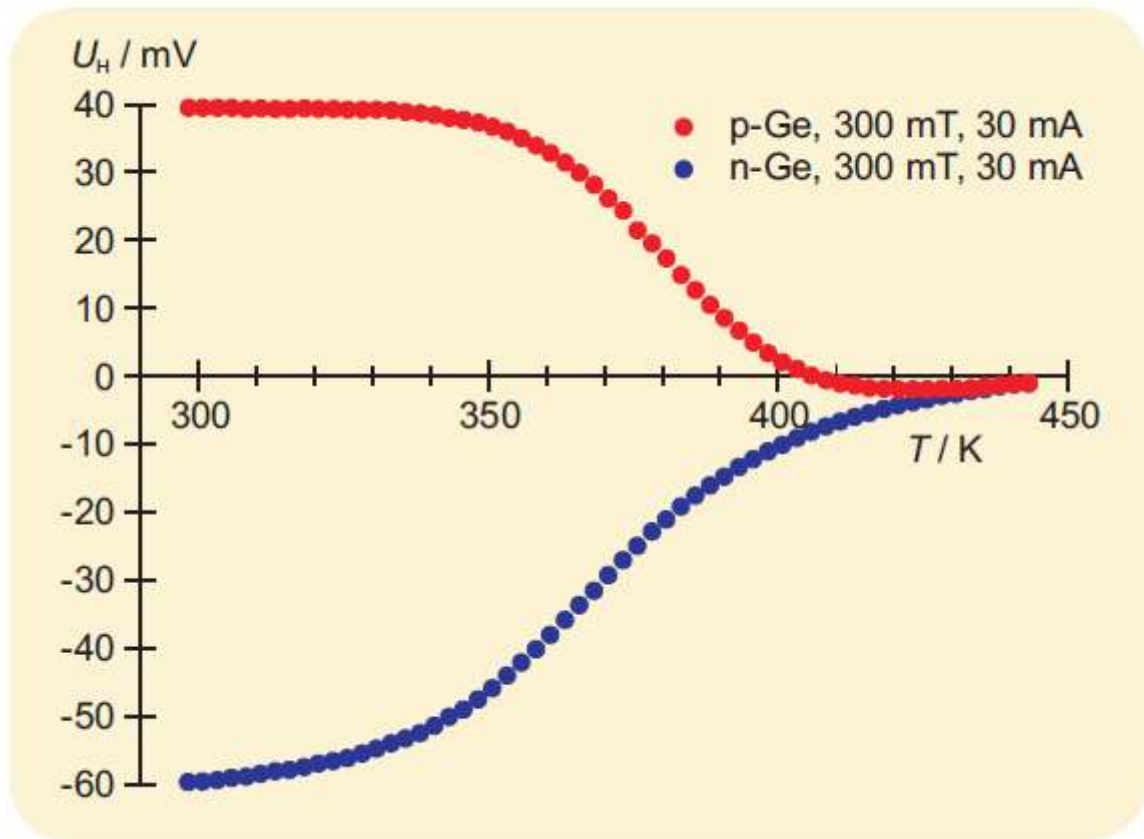


Рисунок 1 – Зависимость напряжения Холла в германии, легированном акцепторной и донорной примесью, от температуры T

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Каков план проведения измерений по исследованию эффекта Холла?
2. Исходя из составленного плана проведения измерений, проанализируйте перечень необходимого оборудования для определения ЭДС Холла?
3. Для чего при планировании данных измерений необходимо учитывать температуру образца?
4. Каким информационным ресурсом нужно воспользоваться, чтобы найти инструкцию менеджмента безопасности лабораторий кафедры нанотехнологий, общей и прикладной физики?
5. Чему равна постоянная Холла?
6. Каковы особенности эффекта Холла в полупроводниках?
7. Что такое подвижность электронов?

8. Как связаны подвижность электронов и проводимость вещества?
9. Где применяется эффект Холла?

ЛИТЕРАТУРА

1. Аплеснин С.С. Основы спинтроники [Текст]: учебное пособие. - СПб.: Лань, 2010. – 288 с.
2. Байков Ю. А., Кузнецов В. М. Физика конденсированного состояния [Текст]: учебное пособие. - М.: Бином. Лаборатория знаний, 2011. - 296 с.
3. Карпенков, С.Х. Технические средства информационных технологий [Электронный ре-сурс]: учебное пособие/ С.Х. Карпенков. - 3-е изд., испр. и доп. - М. : Берлин : Директ-Медиа, 2015. - 376 с. // <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=275367>
4. Магнитные материалы микро- и наноэлектроники :учеб. пособие / А. Л. Семенов, А. А. Гаврилюк, Н. К. Душутин, Ю. В. Ясюкевич. – Иркутск : Изд-во ИГУ, 2012. –147 с.
5. Суздаев И.П. Электрические и магнитные переходы в нанокластерах и наноструктурах. – М.: URSS, 2012. – 480 с.
6. Физика сегнетоэлектриков. Современный взгляд. Под ред. Карин М. Рабе, Чарльз Г. Ана, Жан-Марк Трискона. Издательство: Бином. Лаборатория знаний. 2011.
7. Вонсовский С.В. Магнетизм. М.: Наука, 1971.-1032 с.
- Матухин В.Л. Физика твердого тела / В.Л. Матухин, В. Л. Ермаков. - М. : Лань, 2010. - 384 с.
8. Сивухин Д.В. Общий курс физики. Т. 3. Электричество. – М.: Физматлит; Изд-во МФТИ, 2004. – 656 с.
9. Ашкрофт Н., Мермин Н. Физика твердого тела. т. 2, Москва, Мир, 1983, 422 с.
10. Киттель Ч. Введение в физику твердого тела. Москва, «Наука», 1978. 792 с.