



С. В. Смирнов
И. А. Чистоедова

МЕТОДЫ АНАЛИЗА И КОНТРОЛЯ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ
МАТЕРИАЛОВ И СТРУКТУР

ISBN 978-5-6050216-3-6



9 785605 021636 >

Министерство науки и высшего образования
Российской Федерации
Томский государственный университет систем управления
и радиоэлектроники

С. В. Смирнов, И. А. Чистоедова

**МЕТОДЫ АНАЛИЗА И КОНТРОЛЯ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ
И СТРУКТУР**

Лабораторный практикум

Томск
Издательство ТУСУРа
2024

УДК 620.22-022.532(076)
ББК 35.719я72
С506

Рецензенты:
Айзенштат Г.И., д-р техн. наук;
Мостовщиков А.В., д-р техн. наук

Печатается по решению научно-методического совета ТУСУРа
(протокол № 5 от 01.06.2023 г.)

Смирнов, Серафим Всеволодович

С506 Методы анализа и контроля наноструктурированных материалов и структур : лаб. практикум / С. В. Смирнов, И. А. Чистоедова. – Томск : Изд-во Томск. гос. ун-та систем упр. и радиоэлектроники, 2024. – 62 с.

ISBN 978-5-6050216-3-6

Приведены пять лабораторных работ, в основу которых положены четыре наиболее распространенных и перспективных физических метода контроля параметров наноструктурированных материалов и структур – спектрометрическое оценивание толщины тонких пленок, рамановская и инфракрасная Фурье-спектроскопия, растровая электронная микроскопия.

Предназначено для студентов технических вузов.

УДК 620.22-022.532(076)

ББК 35.719я72

ISBN 978-5-6050216-3-6

© Смирнов С. В., Чистоедова И. А.,
2024

© Томск. гос. ун-т систем упр.
и радиоэлектроники, 2024

Оглавление

| | |
|---|----|
| Введение | 4 |
| Лабораторная работа № 1 ИЗМЕРЕНИЕ ПРОФИЛЯ КОНЦЕНТРАЦИИ В ЭПИТАКСИАЛЬНОЙ СТРУКТУРЕ КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ВОЛЬТ-ФАРАДНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК | 5 |
| Лабораторная работа № 2 ИЗУЧЕНИЕ МЕТОДОВ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА..... | 16 |
| Лабораторная работа № 3 ПОГЛОЩЕНИЕ СВЕТА РАСТВОРАМИ | 28 |
| Лабораторная работа № 4 ИНФРАКРАСНАЯ ФУРЬЕ-СПЕКТРОСКОПИЯ | 34 |
| Лабораторная работа № 5 СПЕКТРОСКОПИЯ КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ | 46 |
| Рекомендуемая литература | 61 |

Введение

Всё многообразие методов исследования можно разделить на следующие группы:

- 1) методы исследования оптических, электрофизических и физико-химических свойств материалов;
- 2) методы исследования состава и кристаллической структуры материалов;
- 3) методы исследования поверхности;
- 4) методы исследования концентрации и структуры дефектов.

Целью лабораторного практикума является освоение методов анализа и контроля наноструктурированных материалов и структур, приобретение студентами практических навыков работы с современным контрольно-измерительным оборудованием.

В практикуме содержится необходимый теоретический материал, методические рекомендации для выполнения лабораторных работ, а также вопросы для контроля. Приведены пять лабораторных работ, в основу которых положены четыре наиболее распространенных и перспективных физических метода контроля параметров наноструктурированных материалов и структур – спектрометрическое оценивание толщины тонких пленок, рамановская и инфракрасная (ИК) Фурье-спектроскопия, растровая электронная микроскопия.

Практикум предназначен для студентов технических вузов, ориентированных на формирование компетенций в области микро- и нанoeлектроники, нанотехнологий.

Лабораторная работа № 1

ИЗМЕРЕНИЕ ПРОФИЛЯ КОНЦЕНТРАЦИИ В ЭПИТАКСИАЛЬНОЙ СТРУКТУРЕ КРЕМНИЯ МЕТОДОМ ВОЛЬТ-ФАРАДНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

Цель работы

Исследование профиля распределения концентрации примеси в эпитаксиальных структурах кремния методом вольт-фарадных характеристик.

Теоретическая часть

Метод является основным при контроле концентрации носителей заряда в эпитаксиальных слоях, выращенных на сильнолегированной или полуизолирующей подложке. Принцип метода следует из основных положений теории барьера Шоттки и p - n -перехода и основан на определении зависимости емкости барьера Шоттки и p - n -перехода от напряжения смещения. Емкость барьера Шоттки обусловлена наличием области объемного заряда, возникающей в результате обеднения ее свободными носителями под действием внутреннего и внешнего электрических полей.

На рисунке 1.1 показаны энергетические диаграммы для идеального контакта металла с полупроводником n -типа. На рисунке 1.1,а металл и полупроводник не приведены в соприкосновение друг с другом, и система не находится в термодинамическом равновесии. Если затем их электрически соединить, то из полупроводника в металл перетечет некоторый заряд и установится термодинамическое равновесие. При этом уровни Ферми в обоих материалах сравниваются, то есть уровень Ферми в полупроводнике понизится относительно уровня Ферми металла на величину, равную разности соответствующих работ выхода (рисунок 1.1,б).

Работа выхода – это разность энергий между уровнем вакуума и уровнем Ферми. Для металла эта величина составляет ϕ_m , а в полупроводнике она равна $q(\chi + \phi_b)$, где χ – электронное сродство, т. е.

разность между энергией дна зоны проводимости E_c и уровнем вакуума, а ϕ_b – положение уровня Ферми в запрещенной зоне полупроводника.

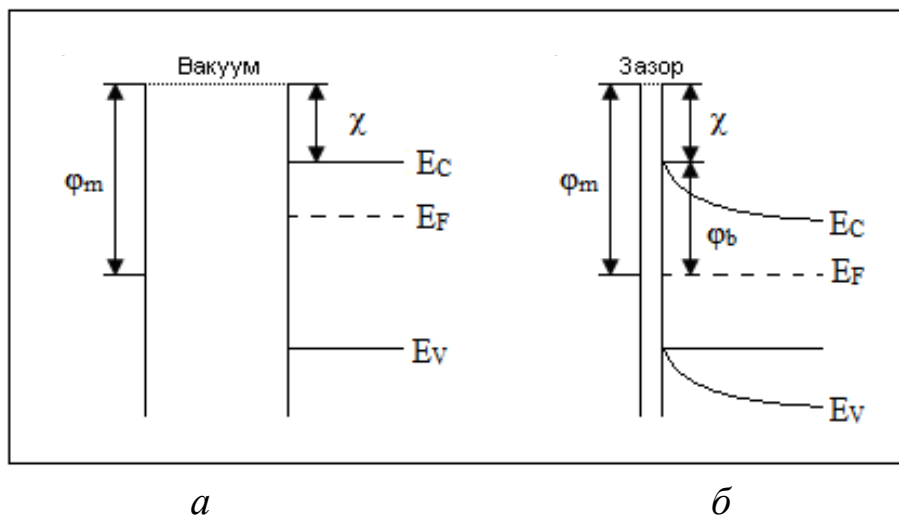


Рисунок 1.1 – Энергетические диаграммы идеального контакта металл-полупроводник n -типа:

a – до приведения в контакт; b – после приведения в контакт

Разность $\phi_m - (\chi + U_b)$ называется контактной разностью потенциалов. По мере уменьшения расстояния отрицательный заряд на поверхности металла увеличивается. При этом в полупроводнике образуется равный ему по величине положительный заряд. Вследствие относительно низкой концентрации носителей этот положительный заряд распределен в некоторой области вблизи поверхности полупроводника. Когда расстояние становится сравнимым с межатомными расстояниями и зазор становится проницаемым для электронов, имеет место первый предельный случай (см. рисунок 1.1). Очевидно, что высота барьера в этом предельном случае равна разности между работой выхода металла и электронным сродством полупроводника:

$$\phi_b = \phi_m - \chi. \quad (1.1)$$

Для данного полупроводника и любого металла сумма высот барьеров на образцах n - и p -типа должна быть равна ширине запрещенной зоны:

$$\Phi_{bn} + \Phi_{bp} = E_g. \quad (1.2)$$

Из сказанного выше ясно, что при контакте металла с полупроводником валентная зона занимает определенное энергетическое положение по отношению к уровню Ферми металла. Если это положение известно, то оно служит граничным условием при решении уравнения Пуассона в полупроводнике, которое записывается в том виде, что и для случая *p-n*-переходов. Зонная энергетическая диаграмма для контакта металла с полупроводником *n*-типа показана на рисунке 1.2.

В приближении резкой границы обедненного слоя для барьера металл-полупроводник получаем:

$$x = \sqrt{\frac{2\epsilon\epsilon_0}{qN(x)} \left(U_b - U - \frac{kT}{q} \right)}, \quad (1.3)$$

где U_b – высота барьера; U – приложенное к барьеру напряжение.

Ширина области объемного заряда x связана с емкостью барьера Шоттки соотношением:

$$x = \frac{\epsilon\epsilon_0 S}{C}, \quad (1.4)$$

где S – площадь барьера; ϵ_0 – диэлектрическая проницаемость вакуума; ϵ – относительная диэлектрическая проницаемость материала.

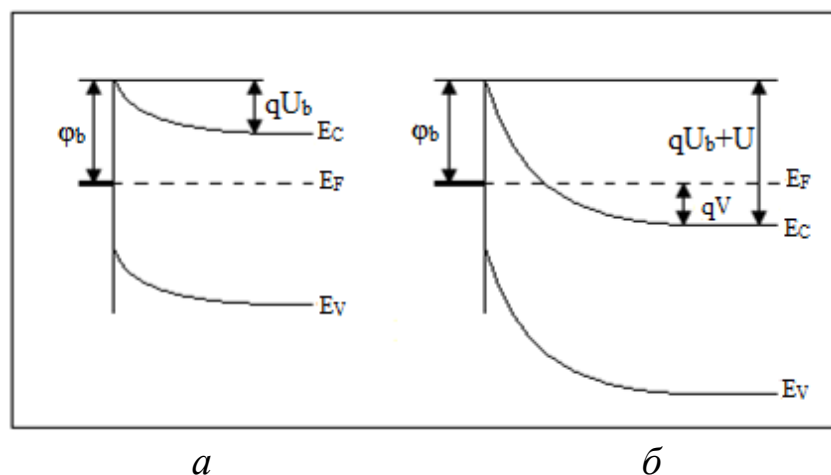


Рисунок 1.2 – Зонная энергетическая диаграмма для контакта металла с полупроводником *n*-типа: *а* – термодинамическое равновесии; *б* – при приложении обратного напряжения

С другой стороны, емкость барьера по определению для полупроводника n -типа имеет вид:

$$C = \frac{dQ}{dU} = \frac{1}{dU} \int_0^{\infty} I(t) \cdot dt = q \cdot N(x) \cdot S \frac{dx}{dU}, \quad (1.5)$$

где $I(t)$ – ток, обуславливающий изменение заряда Q на емкости C .

Комбинируя формулы (1.4) и (1.5), получаем выражение для концентрации свободных носителей:

$$N(x) = \frac{2}{q\epsilon\epsilon_0 S^2} \left(\frac{d(1/C^2)}{dU} \right)^{-1}. \quad (1.6)$$

Таким образом, измеряя зависимость емкости барьера от напряжения смещения U , можно с помощью формулы (1.6) вычислить концентрацию свободных носителей $N(x)$, которая для неоднородного полупроводника зависит от глубины x , на которую проникает объемный заряд. Производную в формуле (1.6) обычно определяют графическим дифференцированием экспериментальной зависимости величины $1/C^2$ от U по методу конечных приращений. Поэтому на практике пользуются расчетной формулой:

$$N(x) = \frac{2}{q\epsilon\epsilon_0 S^2} \cdot \frac{\Delta U}{\Delta(1/C^2)}. \quad (1.7)$$

Формула (1.6) получена для наиболее общего случая произвольного распределения примесей по объему исследуемого образца. В частном случае при небольших градиентах концентрации примесей, когда по всему исследуемому объему полупроводника сохраняются условия электронейтральности, концентрация носителей равна концентрации легирующей примеси $N(x) = N_d(x)$. По формуле (1.7) определяют значение концентрации носителей на определенной глубине x от поверхности полупроводника. Расстояние x соответствует значению ёмкости, лежащей посередине интервала $\Delta C = C_1 - C_2$, выбираемого при графическом дифференцировании экспериментальной кривой:

$$x = 5,4 \cdot \varepsilon \cdot \varepsilon_0 \cdot \frac{S}{(C_1 + C_2)}. \quad (1.8)$$

Случайная погрешность метода складывается главным образом из погрешностей измерения величин, входящих в расчетную формулу (1.7). Случайная погрешность в определении концентрации рассчитывается по следующей формуле:

$$\left(\frac{\delta N}{N}\right)^2 = 16 \left(\frac{\delta D}{D}\right)^2 + \left(2 \frac{1-\gamma}{\gamma}\right)^2 \cdot \left(\frac{\delta C}{C}\right)^2, \quad (1.9)$$

где D – диаметр диодной структуры; $\gamma = \Delta C/C$.

Первый член этого соотношения определяет погрешность измерения диаметра диодной структуры, второй – погрешность, связанную с измерением наклона, $\Delta(1/C^2)$, ΔU . При этом ошибки в измерении напряжения не принимаются во внимание, так как предполагается, что точность отсчета напряжения может быть очень высокой. Погрешность измерения площади барьера зависит от способа его изготовления и размеров. На практике барьеры Шоттки изготавливают напылением или электролитическим осаждением металлов на поверхность исследуемого полупроводника. В некоторых случаях проводят поверхностную диффузию для создания p - n -перехода, а затем с помощью химического травления создают диодную структуру.

Из особенностей функции $C = f(U)$ барьера Шоттки следует, что источником систематической погрешности является допускаемая на практике замена $d(1/C^2)/dU$ величиной $\Delta(1/C^2)/\Delta U$. Учет этой погрешности вызывает затруднения, так как для численных оценок необходимо знать вид функции $C = f(U)$. Расчеты показывают, что эта погрешность всегда имеет положительный знак, т.е. замена производной отношением конечных отрезков приводит к систематическому завышению измеренной концентрации свободных носителей. Для однородного распределения примесей по толщине эпитаксиального слоя эта погрешность очень мала и составляет доли процента. При возрастании концентрации свободных носителей в направлении от барьера

рассматриваемая систематическая погрешность уменьшается. Если профиль концентрации имеет вид спадающей функции, то тогда эта погрешность больше, чем при однородном распределении. Кроме ошибок, существует еще ряд источников погрешности измерений концентрации носителей заряда:

1) краевой эффект, который наиболее сильно проявляется при измерении высокоомных образцов с малым диаметром диодной структуры. Влияние этого эффекта можно ограничить, увеличив площадь измеряемого объекта;

2) токи утечки барьера, возникающие обычно при больших смещениях и при измерениях на сильнолегированных образцах;

3) фотоэлектрические явления на барьере Шоттки. Для устранения этой погрешности измерения рекомендуется проводить в затемненной камере;

4) отклонение свойств реального барьера от модели резкого перехода.

Экспериментальная установка

Для измерения вольт-фарадных характеристик (ВФХ) светодиодов и других полупроводниковых приборов необходим измеритель иммитанса Е7-20 (рисунок 1.3). Этот прибор обладает довольно широким диапазоном измерения емкостей – от 0,001 пФ до 1 Ф.



Рисунок 1.3 – Измеритель иммитанса Е7-20

Для автоматизации измерения ВФХ на графическом языке программирования LabVIEW была написана программа «Измеритель ВФХ». Внешний вид пользовательской панели представлен на рисунке 1.4.

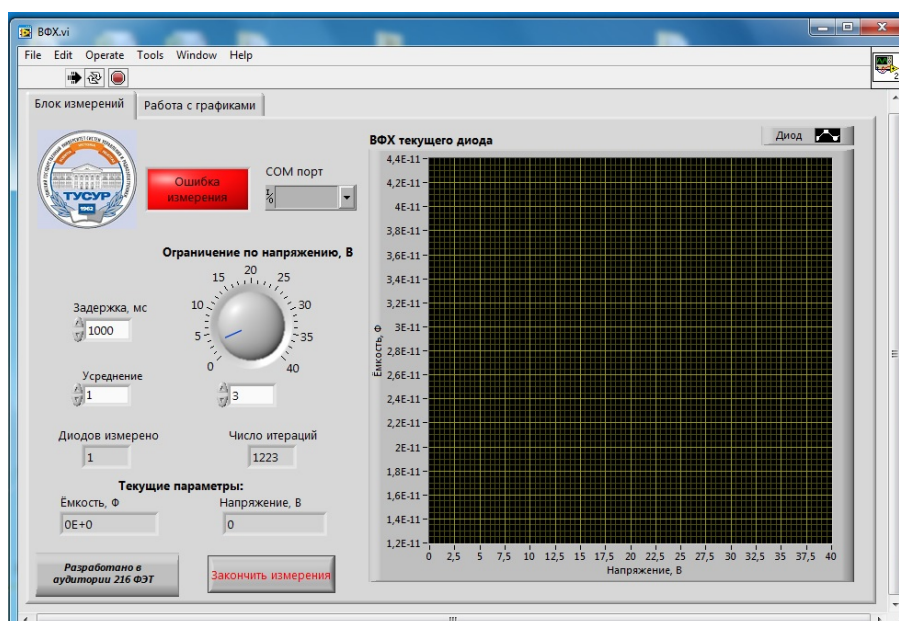


Рисунок 1.4 – Внешний вид панели управления

Регуляторы и индикаторы:

- 1) выбор COM порта для Protek 9216;
- 2) выбор COM порта для Protek 506;
- 3) задержка между измерениями;
- 4) счетчик проведенных измерений;
- 5) счетчик точек на графике;
- 6) максимальное напряжение на образце (рекомендуемое напряжение 40В).

Задание на работу

1. Ознакомиться с инструкцией по эксплуатации измерителя иммитанса Е7-20.
2. Снять зависимости емкости исследуемого образца от напряжения $C = f(U)$.

3. Рассчитать (согласно формуле (1.6)) и построить зависимость концентрации примеси от толщины области пространственного заряда (ОПЗ) $N = f(x)$ на частотах 50 и 250 КГц.

4. Снять вольт-амперную характеристику образца в прямом направлении $I = f(U)$.

5. Определить высоту потенциального барьера и ток насыщения из полученной характеристики.

Порядок выполнения работы

Задание 1. Измерение вольт-фарадной характеристики варикапа

1. Ознакомиться с инструкцией по эксплуатации прибора Е7-20.
2. Подключить к Е7-20 варикап в соответствии с расположением его выводов (рисунок 1.5).

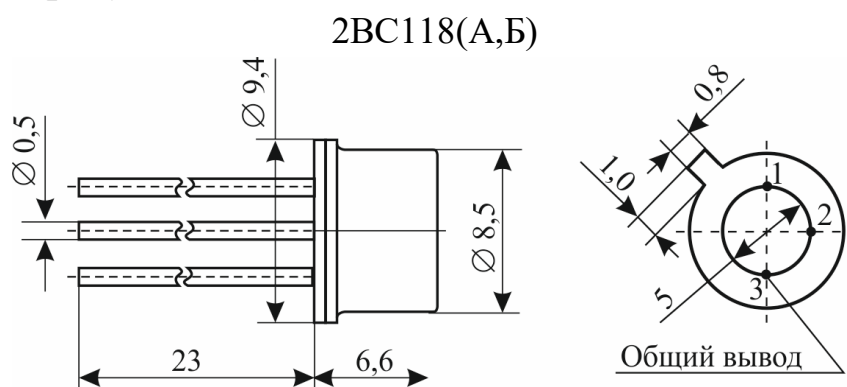


Рисунок 1.5 – Расположение выводов корпуса варикапа 2BC118

3. Установить на приборе Е7-20 режим измерения емкости.
4. Установить напряжение измерительного сигнала 40 мкВ.
5. Установить частоту измерительного сигнала 50 или 250 кГц.
6. Запустить программу «Измеритель ВФХ» и в графе СОМ выбрать СОМ1 (рисунок 1.6).
7. В верхнем левом углу нажать кнопку со стрелочкой, которая запускает программу. Если программа выдаст ошибку, проверить подключения соединений и правильность включения оснастки с исследуемым прибором.

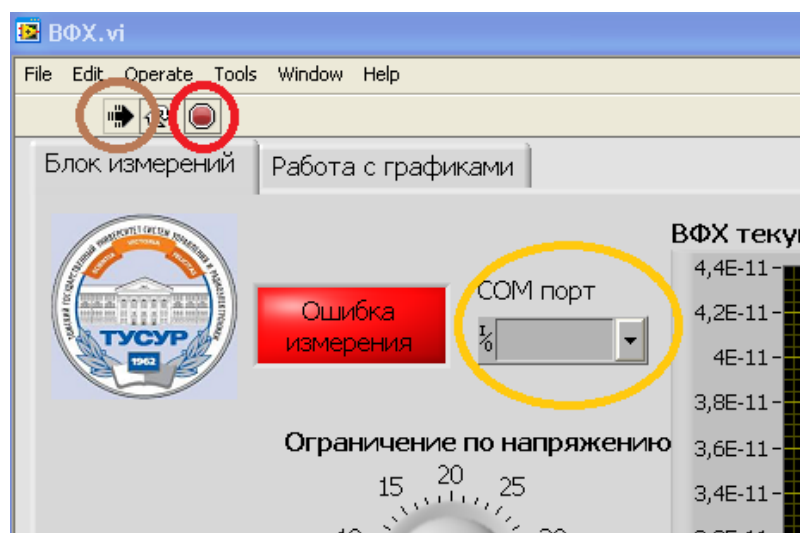


Рисунок 1.6 – Элементы управления программой

8. Установить максимальное напряжение на образце (рекомендуемое напряжение 40 В).

9. Провести измерение ВФХ при частоте сигнала 50 и 250 кГц.

10. После измерения необходимо нажать кнопку СОХРАНИТЬ ПОЛУЧЕННЫЕ ДАННЫЕ В EXCEL и указать адрес, куда нужно сохранить измерения.

11. Измерения сохраняются во временном файле формата *.tra, поэтому сразу после сохранения требуется создать новый Excel файл и скопировать туда полученные данные. Работу с графиками проводить непосредственно в документе с разрешением.xlsx.

12. На основе ВФХ провести расчет профиля распределения примеси по формуле (1.6). Построить зависимости концентрации от ширины ОПЗ на частотах 50 и 250 КГц.

Задание 2. Измерение прямой вольт-амперной характеристики варикапа

1. Подключить варикап к прибору E7-20 в соответствии с рисунком 1.5.

2. Установить на приборе E7-20 режим измерения тока.

3. Установить предел измеряемого тока 10 мА.

4. На компьютере перейти к программе «ВАХ» (рисунок 1.7).

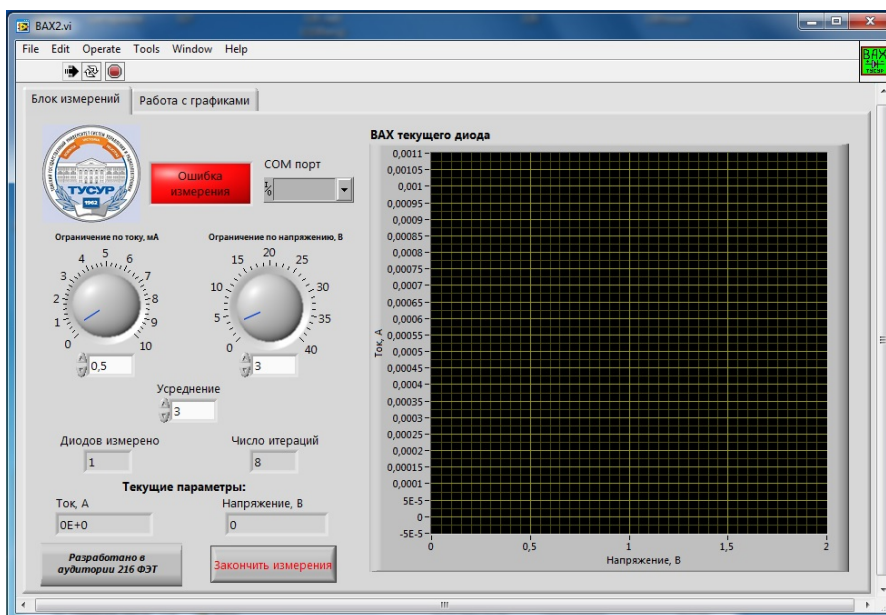


Рисунок 1.7 Вид панели управления при измерении ВАХ

5. После измерения нажать кнопку СОХРАНИТЬ ПОЛУЧЕННЫЕ ДАННЫЕ В EXCEL и указать адрес, куда нужно сохранить измерения.

6. Для определения высоты потенциального барьера необходимо аппроксимировать экспоненциально возрастающий участок ВАХ. Численной величиной барьера является значение напряжения в точке пересечения аппроксимирующей прямой с осью абсцисс (рисунок 1.8).

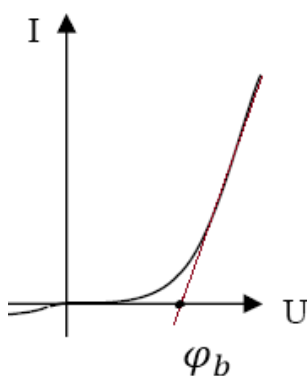


Рисунок 1.8 – Графический метод определения высоты потенциального барьера из ВАХ

7. Для определения тока насыщения I_s из ВАХ необходимо представить ВАХ в полулогарифмическом масштабе, где по оси абсцисс – U , а по оси ординат – $\ln(I)$. Аппроксимировав линейный участок данной

функции и определив численное значение тока в точке пересечения аппроксимирующей прямой и оси ординат, определить ток насыщения, как показано на рисунке 1.9.

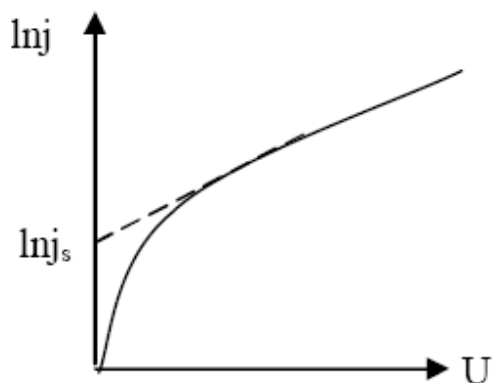


Рисунок 1.9 – Графический метод определения тока насыщения из ВАХ в полулогарифмическом масштабе

Контрольные вопросы

1. Что такое барьер Шоттки?
2. Что такое работа выхода и контактная разность потенциалов?
3. Энергетическая диаграмма барьера Шоттки при обратном смещении.
4. Что такое барьерная емкость?
5. Какие характеристики возможно определить из ВАХ и ВФХ?

Лабораторная работа № 2

ИЗУЧЕНИЕ МЕТОДОВ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО АНАЛИЗА

Цель работы

Освоение основных принципов рентгеновских экспериментальных методов исследований; экспериментальная проверка закона Мозли и определение константы экранирования для различных элементов и различных линий характеристического излучения.

В ноябре 1895 года Вильгельм Конрад Рентген открыл излучение, исходящее из катодной трубки, и назвал его X-лучами, подчеркивая тем самым, что природа и происхождение излучения ему неизвестны. Открытое им излучение было рентгеновским тормозным. Когда энергия бомбардирующих анод электронов становится достаточной для вырывания электронов из внутренних оболочек атома, на фоне тормозного излучения появляются резкие линии *характеристического* излучения.

Слово *характеристическое* в названии объясняется тем, что для каждого химического элемента присущи свои частоты излучения. Эти частоты не зависят или очень слабо зависят от того, в состав какого химического соединения входит элемент, и, таким образом, могут служить основой для идентификации химических элементов, определения химического состава сплавов, минералов, пород и т.п.

При взаимодействии электронов зонда с веществом возникают ответные сигналы различной физической природы (отраженные и вторичные электроны, оже-электроны, рентгеновское излучение, свет, поглощенный ток и пр.), которые используются для синхронного построения изображения на экране монитора. На рисунке 2.1 представлена схема образования вторичных сигналов под влиянием электронного зонда.

Вторичными электронами обычно называют электроны, эмитированные мишенью при бомбардировке её первичным электронным пучком. Они имеют непрерывный энергетический спектр от 0 до энергии электронов зонда – E_Z , и состоят из упруго- и неупругоотраженных

электронов и истинно вторичных электронов, образовавшихся в процессе взаимодействия электронов зонда с электронами зоны проводимости. Ниже пойдет речь только об истинно вторичных электронах, которые в растровой электронной микроскопии получили название просто вторичных электронов. Такие электроны имеют энергию существенно меньше 50 эВ.

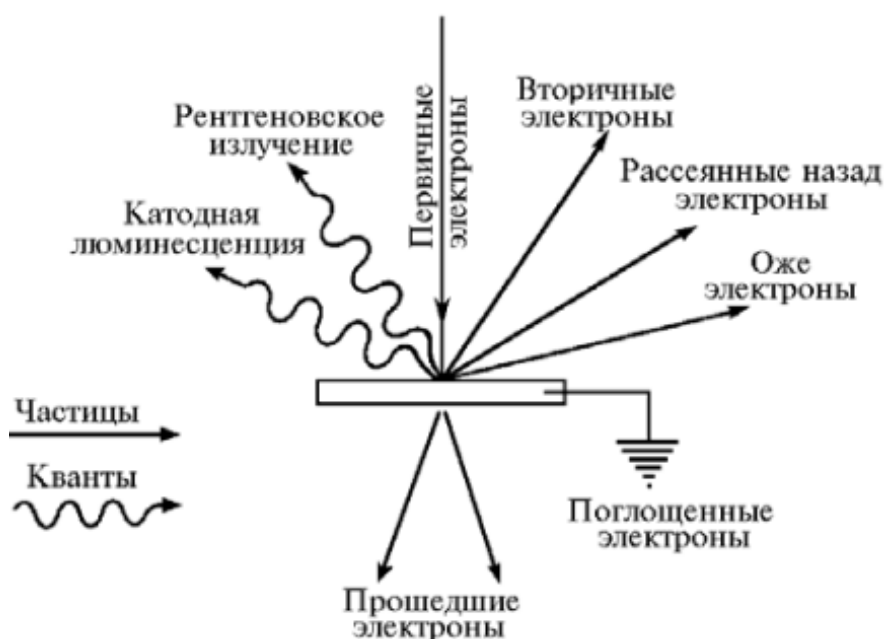


Рисунок 2.1 – Схема образования вторичных сигналов при взаимодействии электронов зонда с веществом мишени

Следствием низкой энергии вторичных электронов является их малая глубина выхода. Для того чтобы покинуть поверхность мишени, электрон должен преодолеть энергетический барьер, равный работе выхода, которая составляет обычно несколько электронвольт. Поэтому вероятность выхода вторичных электронов резко убывает с увеличением глубины. Это не означает, конечно, что вторичные электроны генерируются только в тонкой приповерхностной области. Образование вторичных электронов происходит во всей области взаимодействия электронов зонда с мишенью, однако покинуть поверхность мишени могут лишь электроны, возникшие в тонком приповерхностном слое. Следует подчеркнуть, что вторичные электроны образуются не только непосредственно под действием первичных электронов зонда, но и за

счет взаимодействия отраженных из более глубоких слоев электронов с электронами зоны проводимости в области их выхода из образца, т.е. вблизи поверхности выхода.

Вторичные электроны, в отличие от рассеянных назад электронов, не обнаруживают заметной зависимости от атомного номера. С увеличением угла наклона образца коэффициент эмиссии вторичных электронов возрастает, что связано с увеличением длины эффективного пути первичных электронов вблизи поверхности мишени, в то же время направления выхода вторичных электронов не меняются при наклоне мишени, т.е. направления выхода вторичных электронов изотропны относительно падающего пучка.

Рентгеновское излучение. Наряду с отраженными и вторичными электронами в материале мишени за счет неупругих потерь энергии электронов зонда возникает рентгеновское излучение. Рентгеновским излучением называют электромагнитные волны с длиной приблизительно от 80 до 10^{-5} нм. Известно, что возможны два принципиально различных пути возникновения рентгеновских квантов. Исследования показали, что характер сплошного спектра совершенно не зависит от материала анода, а определяется только энергией бомбардирующих анод электронов. Детальное исследование свойств этого излучения показало, что оно испускается бомбардирующими анод электронами в результате их торможения при взаимодействии с атомами мишени. Сплошной рентгеновский спектр поэтому называют тормозным спектром. Интенсивность тормозного спектра растёт с увеличением энергии бомбардирующих мишень электронов и с увеличением атомного номера элемента мишени.

Когда энергия бомбардирующих электронов становится достаточной для вырывания электронов из внутренних оболочек атома, на фоне тормозного излучения появляются резкие линии характеристического излучения. Наряду с актами торможения электроны зонда могут выбивать связанные электроны с глубоких внутренних К-, L-, M-оболочек, переводя атом в возбужденное состояние. Характеристическое излучение возникает всегда при наличии свободного места во внутренних слоях атома независимо от причины, которая его вызвала.

Возбужденные атомы возвращаются в основное стационарное состояние в результате электронных переходов с более высокой оболочки с излучением избыточной энергии в виде кванта рентгеновского излучения. Величина энергии кванта определяется разностью энергий уровней

$$E_1 - E_2 = h\nu = hc / \lambda. \quad (2.1)$$

При переходе от легких элементов к тяжелым структура характеристического спектра не изменяется, лишь весь спектр смещается в сторону коротких волн. Особенность этих спектров заключается в том, что атомы каждого химического элемента обладают определенным, присущим только данному элементу линейчатым спектром характеристического излучения, независимо от того, находятся ли они в свободном состоянии или входят в химическое соединение. Так если анод состоит из нескольких элементов, то и характеристическое рентгеновское излучение представляет собой наложение спектров этих элементов.

Все возможные излучательные переходы атома из начального К-состояния образуют наиболее коротковолновую К-серию (рисунок 2.2). Аналогично образуются другие L-, M-, N-серии. В результате на непрерывный спектр (см. рисунок 2.2,а) накладываются острые пики характеристического излучения (см. рисунок 2.2,б), соответствующие этим переходам.

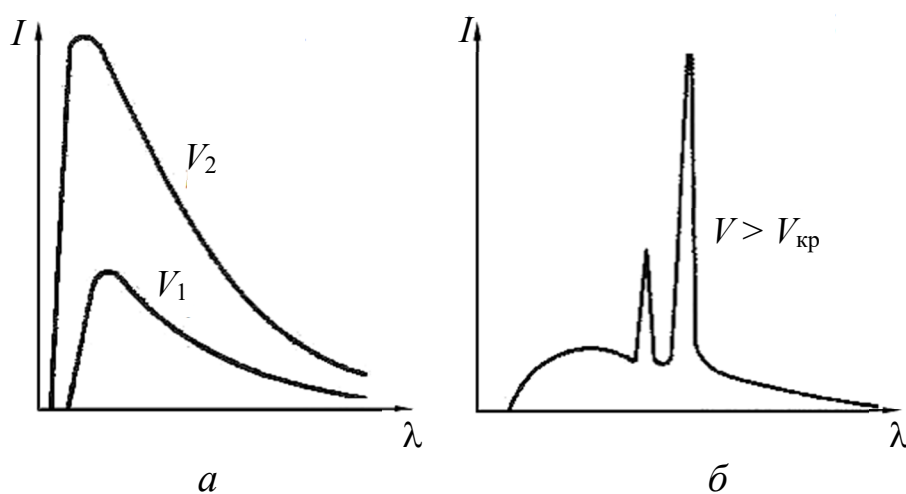


Рисунок 2.2 – Спектры рентгеновских излучений:

а – сплошной спектр; напряжение на источнике электронов $V_2 > V_1$;

б – характеристический спектр излучения на фоне сплошного

При рентгенографических методах исследования строения твердых тел применяются рентгеновские лучи с длинами волн от $0,2 \text{ \AA}$ до $\sim 2,5 \text{ \AA}$, т.е. примерно в 10^4 раз более короткими, чем длины волн видимого света.

При исследовании рентгеновских спектров Г. Мозли установил (1913 г.) простой закон, который связывает частоту спектральных линий с атомным номером элемента, излучающего эти линии (рисунок 2.3).

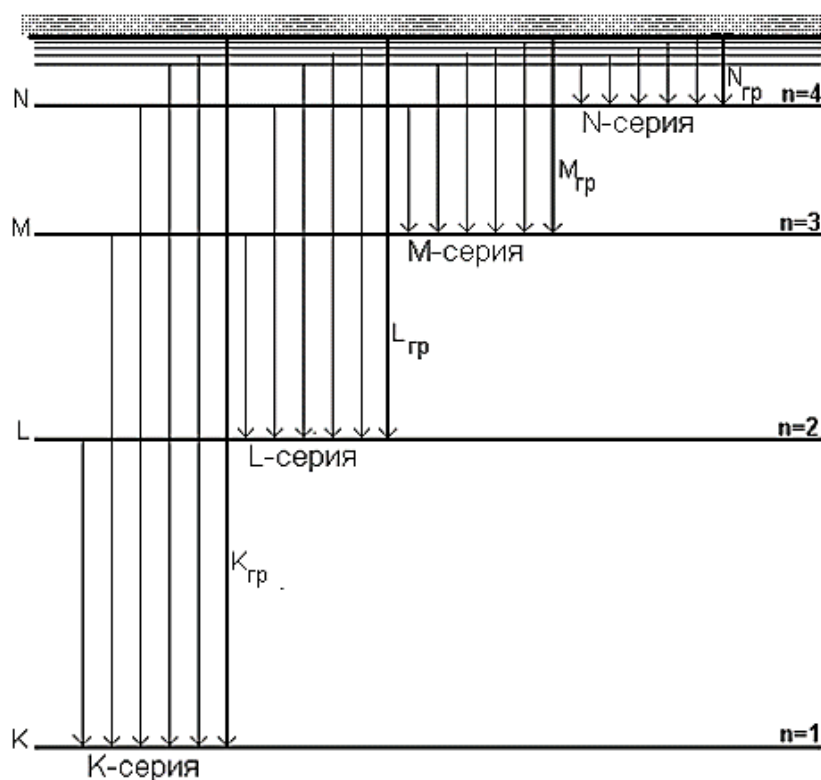


Рисунок 2.3 – Схема рентгеновских уровней и переходов, образующих К-, L-, М-, N-серии. $K_{гр}$, $L_{гр}$, $M_{гр}$, $N_{гр}$ – границы серий, соответствующие переходам в непрерывный спектр;
 n – главное квантовое число

К-серия является самой высокочастотной серией рентгеновского спектра. Следует иметь в виду, что она же является и наиболее интенсивной. При переходе к соответствующей линии L-, M-, N-серий интенсивность уменьшается приблизительно на 1 порядок величины.

Закон Мозли – корень квадратный из частоты характеристического излучения есть линейная функция порядкового номера элемента (рисунок 2.4):

$$\nu = R \cdot (Z - \sigma)^2 \cdot \left(1 - \frac{1}{n^2}\right), \quad (2.2)$$

где R – постоянная Ридберга, $R = 3,29 \cdot 10^{15} \text{ с}^{-1}$; Z – порядковый номер химического элемента; n – уровень перехода электрона, $n = 2, 3, \dots, m$; ν – частота излучения; σ – постоянная, учитывающая экранирующую роль окружающих ядро электронов (постоянная экранирования).

Чем дальше электрон от ядра, тем больше постоянная экранирования, то есть для каждой серии своя постоянная экранирования. Для К-серии постоянная экранирования $\sigma \approx 1$, для L-серии $\sigma \approx 5 - 7$.

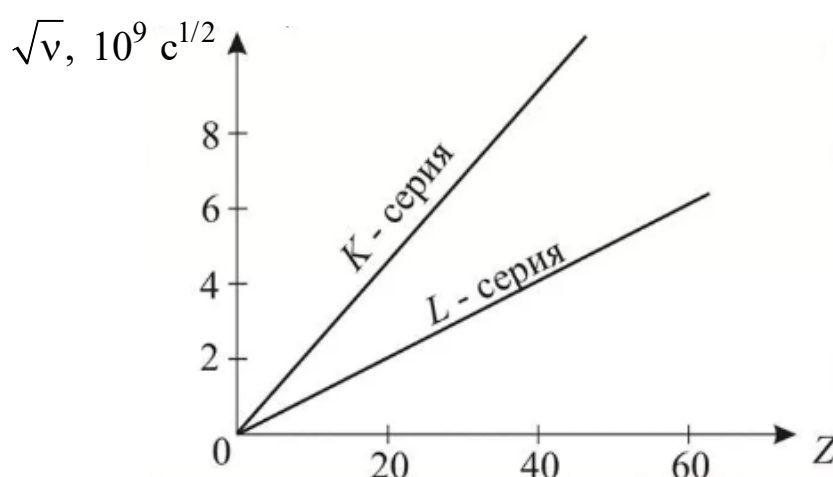


Рисунок 2.4 – Диаграмма Мозли для К-, L-серий

Таким образом, закон Мозли для всех серий рентгеновского спектра устанавливает линейную связь между корнем квадратным из частоты (энергии) излучения и атомным номером или зарядом ядра.

Экспериментальная установка

В лабораторной работе используется растровый электронный микроскоп (РЭМ) Hitachi TM1000 (рисунок 2.5). В данном микроскопе основным источником сигнала при формировании изображения служат вторичные электроны.



Рисунок 2.5 – Общий вид микроскопа Hitachi TM1000

Растровый электронный микроскоп является вакуумным прибором, так как при нормальном атмосферном давлении электронный пучок сильно рассеивается и поглощается, что делает невозможным его фокусировку. Поэтому рабочий вакуум в камере микроскопа должен быть не более 10^{-5} торр.

Схема основных узлов растрового микроскопа Hitachi TM1000 приведена на рисунке 2.6. Электронный пучок, формируемый электронной пушкой, состоящей из источника электронов (вольфрамовый катод; катод из гексаборида лантана LaB_6 ; автоэмиссионный катод), специальной конденсорной системой формируется в виде хорошо сфокусированного зонда и проходит через систему управляющих электродов или электромагнитов, которые перемещают пучок по поверхности образца по траектории, образующей растр.

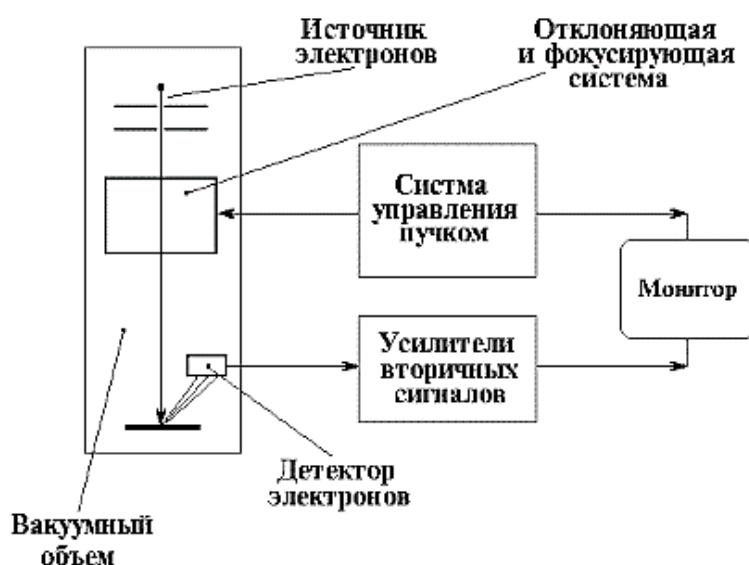


Рисунок 2.6 – Упрощенная схема, иллюстрирующая работу РЭМ

Перемещение зонда по поверхности образца должно происходить с очень высокой точностью и будет в конечном счете, наряду с размером зонда, определять величину разрешения прибора. В результате взаимодействия пучка электронов с поверхностью образца возникает ответная реакция, которая регистрируется соответствующими датчиками. Регистрируемый датчиками сигнал используется в дальнейшем для модуляции яркости электронного пучка в электронно-лучевой трубке монитора. Величина этого вторичного сигнала будет зависеть от физических свойств поверхности образца и может меняться от точки к точке. В результате на экране монитора образуется изображение поверхности образца, отображающее топографию соответствующего физического свойства исследуемого образца. Таким образом можно исследовать топографию неоднородностей дефектов и состояние поверхности, например:

- топологию поверхности (границы зерен, поры, трещины, неоднородности состава и др.) – в отраженных или вторичных электронах;
- распределение элементного состава по поверхности образца в характеристическом рентгеновском излучении;
- распределение донорных или акцепторных центров – по величине поглощенного тока;
- топографию магнитной доменной структуры – во вторичных электронах и пр.

В работе используется микроанализатор Bruker, который детектирует характеристическое рентгеновское излучение. При исследовании характеристического рентгеновского излучения для легких химических элементов (до 30-го порядкового номера) при высоких энергиях наблюдается излучение К-серии, для тяжелых химических элементов (после 30-го номера) для высоких энергий характерно появление L-серии.

Задание на работу

1. Получить навык работы на растровом электронном микроскопе Hitachi TM 1000 с микроанализатором Brucer.
2. Решить прямую задачу расчета константы экранирования для разных спектральных линий при известных химических элементах.
3. Решить обратную задачу расчета константы экранирования для разных спектральных линий при неизвестных химических элементах.
4. Согласно проведенным расчетам найти неизвестные химические элементы, используя таблицу Менделеева.

Порядок выполнения работы

Работа выполняется на растровом электронном микроскопе Hitachi TM1000 с микроанализатором Brucer.

1. Ознакомиться с теорией рентгеновского излучения.
2. Ознакомиться с инструкцией по эксплуатации микроскопа Hitachi TM1000.
3. Получить допуск к лабораторной работе.
4. Подключить необходимое оборудование к сети, включить микроскоп, включить компьютер и блок микроанализатора.
5. Запустить управляющую программу TM-1000 (на компьютере) и включить откачку камеры кнопкой EXCHANGE на микроскопе. Контроль откачки производить по компьютеру или по световому индикатору на микроскопе (зеленый цвет – требуемый вакуум, красный цвет – воздух).
6. Получить у преподавателя исследуемые образцы № 1 и № 2.
7. Подготовить образцы перед загрузкой в микроскоп Hitachi TM1000.
8. После завершения откачки камеры микроскопа нажать на микроскопе кнопку EXCHANGE для напуска воздуха. (Контроль развакуумирования производить по компьютеру или по световому индикатору на микроскопе (зеленый цвет – требуемый вакуум, красный цвет – воздух)).

9. После развакуумирования загрузить образец № 1 в камеру микроскопа в соответствии с инструкцией. Образец расположить под углом по левую сторону руки.

10. Запустить управляющую программу ТМ-1000 и включить откачку камеры. (Контроль откачки производить по компьютеру или по световому индикатору на микроскопе (зеленый цвет – требуемый вакуум, красный цвет – воздух)).

11. При достижении требуемого вакуума включить высокое напряжение START (в управляющей программе ТМ-1000).

12. Установить увеличение микроскопа 500 и фокус на образец № 1.

13. Включить управляющую программу микроанализатора Quantax 50.

14. Установить время анализа 60 с и нажать на кнопку PLAY.

15. Сохранить полученное характеристическое излучение для образца № 1.

16. Определить энергии линий появившихся химических элементов (углерод, железо, никель, кобальт, барий, титан и т.д.), относящиеся к К-, L-сериям (рисунок 2.7).

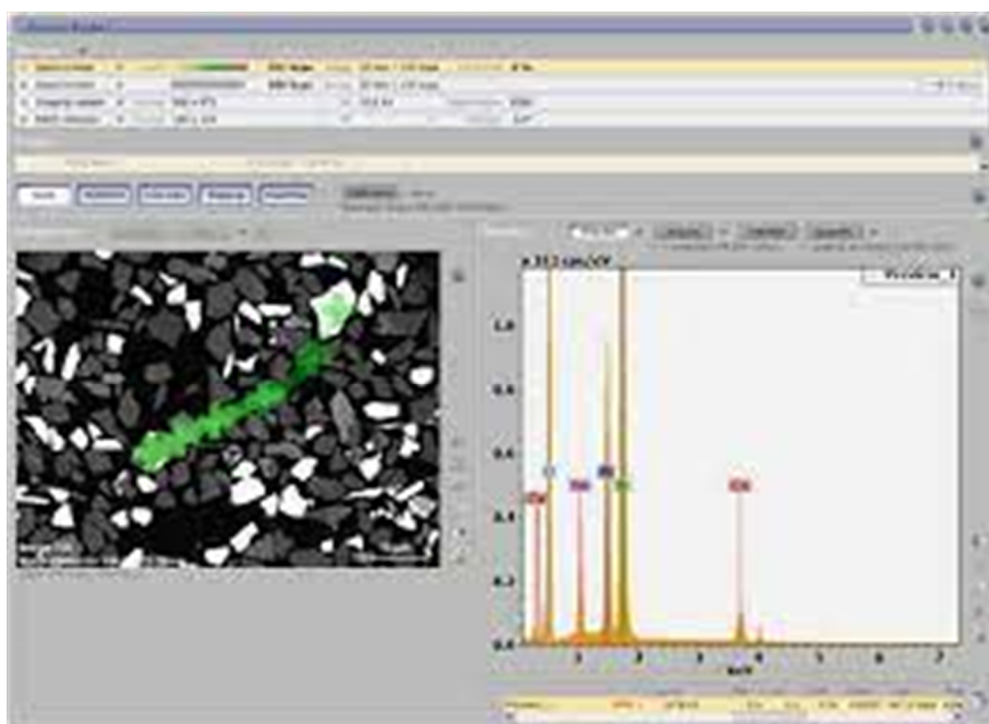


Рисунок 2.7 – Вид панели управления системой Quantax 50

Экспериментальные и расчетные данные занести в таблицу.

| Серия | К-серия | | | | | L-серия | | |
|----------------------------------|---------|--|--|--|--|---------|--|--|
| Элемент | | | | | | | | |
| E, кэВ | | | | | | | | |
| ν , 10^{18} Гц | | | | | | | | |
| $\nu^{1/2}$, 10^9 с $^{-1/2}$ | | | | | | | | |
| Z | | | | | | | | |

17. После развакуумирования загрузить образец № 2 в камеру микроскопа в соответствии с инструкцией и повторить измерения по пунктам 11–16.

18. Определить энергии неизвестных характеристических пиков химических элементов, относящиеся к L-сериям.

19. На основании полученных результатов построить диаграмму Мозли для К- и L-серий двух образцов (зависимость квадратного корня из частоты излучения от атомного номера химического элемента $\sqrt{\nu} = f(Z)$).

20. Опираясь на диаграмму Мозли из уравнения прямой, найти постоянную экранирования для К- и L-серий.

21. Зная энергию характеристического излучения неизвестных химических элементов, по диаграмме на отрезке прямой для L-серии найти порядковые номера неизвестных химических элементов.

22. Провести расчет константы экранирования для К- и L-серий по формуле (2.2) для любого химического элемента.

23. Используя рассчитанное значение константы экранирования для L-серии, определить принадлежность неизвестных характеристических пиков к конкретным химическим элементам по формуле (2.2).

24. По окончании лабораторной работы представить отчет о проделанной работе.

Содержание отчета

1. Цель и задачи лабораторной работы.
2. Основные расчетные формулы.
3. Полученные характеристические спектры излучения для всех образцов.
4. Экспериментальные и расчетные значения, сведенные в таблицу.
5. Диаграммы для K, L-серий на основании экспериментальных и расчетных данных для всех образцов.
6. Заключение о проделанной работе.

Контрольные вопросы

1. Принцип работы растрового электронного микроскопа.
2. Что такое рентгеновское излучение?
3. Что является источником рентгеновского излучения?
4. Какие виды рентгеновского излучения вам известны?
5. Объясните непрерывность спектра *тормозного* излучения.
6. Объясните дискретность спектра *характеристического* излучения.
7. Закон Мозли и его практическое применение.

Лабораторная работа № 3

ПОГЛОЩЕНИЕ СВЕТА РАСТВОРАМИ

Цель работы

Изучение спектрометрических методов исследования наноматериалов электронной техники.

Теоретическая часть

При прохождении света через слой окрашенного вещества часть его отражается, часть поглощается и часть света проходит через слой вещества (рисунок 3.1).

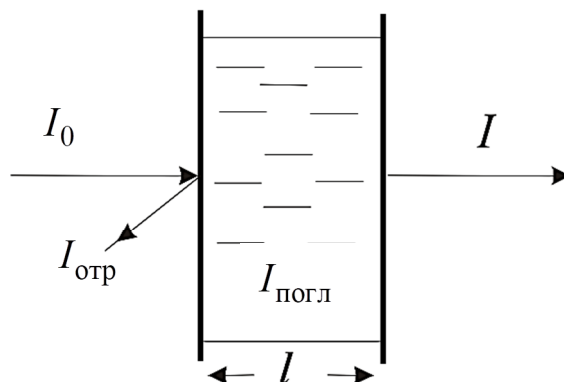


Рисунок 3.1 – Схема распределения потоков при прохождении света: I_0 – интенсивность падающего светового потока; $I_{\text{отр}}$ – интенсивность светового потока, отражённого от границы раздела; I – интенсивность светового потока, прошедшего через раствор

В соответствии со схемой (см. рисунке 3.1) падающий поток можно разложить на составляющие:

$$I_0 = I + I_{\text{отр}} + I_{\text{погл}}, \quad (3.1)$$

где $I_{\text{погл}}$ – интенсивность светового потока, поглощённого раствором.

Связь между интенсивностями падающего светового потока и светового потока, прошедшего через слой раствора, устанавливается законом Бугера – Ламберта:

$$I = I_0 \cdot e^{-\alpha \cdot l}, \quad (3.2)$$

где α – коэффициент поглощения; l – толщина поглощающего слоя.

Это соотношение справедливо для постоянной концентрации поглощающего вещества при различной толщине слоя.

Бер установил, что при постоянной толщине слоя поглощающего вещества коэффициент поглощения α пропорционален концентрации этого вещества, т.е.:

$$\alpha = \varepsilon \cdot c, \quad (3.3)$$

где ε – концентрационный коэффициент поглощения; c – концентрация поглощающего вещества.

Формулировкой закона Бера является выражение:

$$D = \lg \frac{I_0}{I} = k \cdot c, \quad (3.4)$$

где D – оптическая плотность раствора (которая равна нулю для абсолютно прозрачного раствора и бесконечности для абсолютно непрозрачного раствора, т.е. дословно этот термин означает «поглощение»); k – коэффициент пропорциональности.

Сопоставляя выражения (3.2) и (3.3), можно получить уравнение основного закона светопоглощения: закона Бугера – Ламберта – Бера:

$$I = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon c l}. \quad (3.5)$$

При соблюдении основного закона светопоглощения оптическая плотность раствора прямо пропорциональна концентрации поглощающего вещества, толщине слоя раствора и коэффициенту светопоглощения:

$$D = \varepsilon \cdot c \cdot l. \quad (3.6)$$

Эти уравнения выведены для монохроматического света.

Иногда в фотоколориметрии пользуются понятием «пропускание»:

$$T = \frac{I}{I_0} = 10^{-\varepsilon \cdot c l}. \quad (3.7)$$

Эта величина связана с оптической плотностью следующим соотношением:

$$D = \lg \frac{I_0}{I} = -\lg T = \varepsilon \cdot c \cdot l. \quad (3.8)$$

Закон Бера справедлив для весьма разбавленных растворов и поэтому область его применения ограничена.

Отклонения от закона Бера объясняются наличием посторонних веществ и немонохроматичностью света. Недостаточная монохроматичность поглощаемого светового потока обычно вызывает отрицательные отклонения от закона Бера. К тому же, чем шире интервал длин волн поглощаемого света, тем уже область определяемых концентраций, где соблюдается закон Бера (рисунок 3.2).

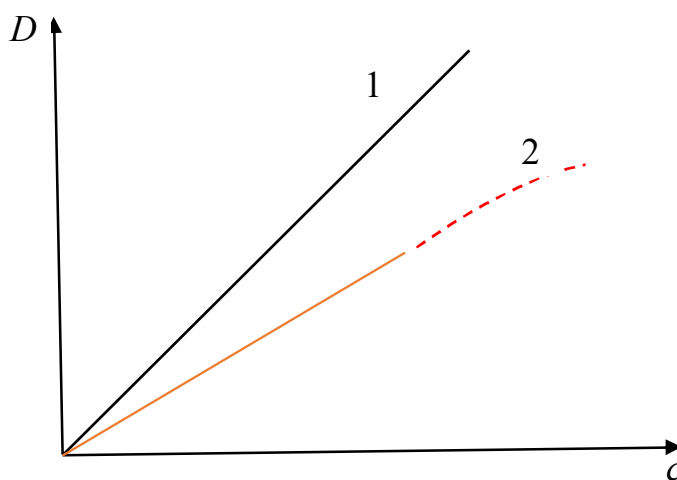


Рисунок 3.2 – Отклонение от закона Бера:

- 1 – монохроматическое излучение;
- 2 – полихроматическое излучение

Присутствие посторонних электролитов вызывает деформацию молекул или комплексных окрашенных соединений, вследствие чего изменяется интенсивность окраски.

Отклонение от закона Бера при разбавлении окрашенных растворов определяется следующим уравнением в условиях избытка реактива:

$$\Delta = \frac{K_H}{p \cdot c} (n - 1) \cdot 100 \%, \quad (3.9)$$

где Δ – относительное отклонение от закона Бера, %; p – кратность избытка реактива; n – кратность разбавления раствора; K_H – константа нестойкости окрашенного соединения.

Спектры поглощения

Для полной характеристики окрашенных растворов пользуются их спектрами поглощения. Спектр поглощения строится в координатах $D = f(\lambda)$ или $\varepsilon = f(\lambda)$ (рисунок 3.3).

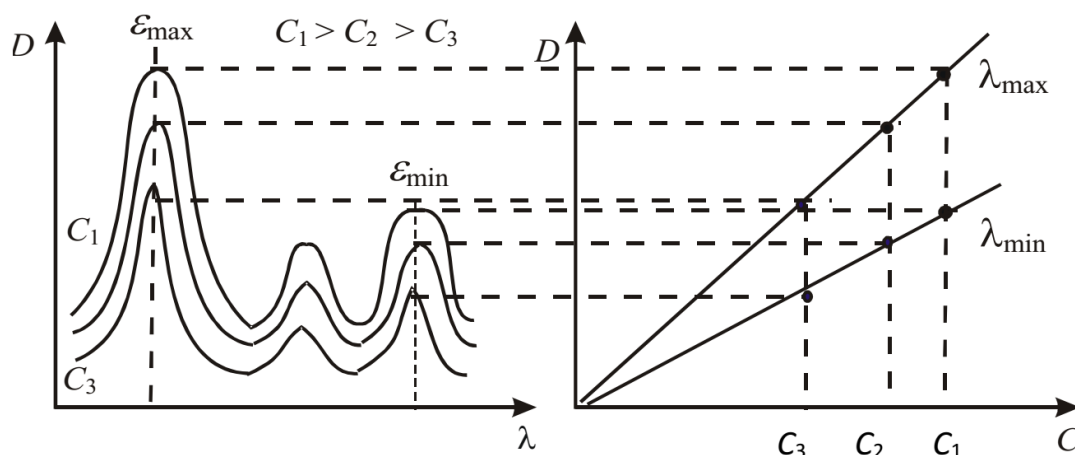


Рисунок 3.3 – Сравнение погрешности фотометрического определения при различных длинах волн поглощаемого света

В соответствии с природой поглощения и возможностями оптических приборов кривые поглощения обычно снимают с помощью спектрофотометров в видимой, ультрафиолетовой или инфракрасной областях.

У окрашенных веществ максимум поглощения в большинстве случаев находится в видимой области спектра, однако он может быть и в ультрафиолетовой части спектра и ближней инфракрасной области.

Максимум поглощения света в определённой спектральной области является важной оптической характеристикой вещества, а весь спектр поглощения характеризует его качественную индивидуальность (своего рода «отпечатки пальцев» вещества), т.е. в природе нет веществ с одинаковыми спектрами.

При работе с окрашенными растворами желательно проводить измерения в области спектра, где достигается максимальное поглощение. В области максимального поглощения всегда достигается максимальная точность и чувствительность фотоколориметрических методов анализа, это наглядно показано на рисунке 3.3.

Задание на работу


1. Ознакомиться с работой спектрометра типа USB2000.
2. Провести спектрометрические исследования окрашенных растворов.
3. Определить молярные коэффициенты поглощения и их зависимость от концентрации раствора.
4. Проверить выполняемость закона Бера для характерных полос поглощения.

Порядок выполнения работы


1. Подключить спектрометр USB2000 к сети и компьютеру в соответствии с описанием (рисунок 3.4).



Рисунок 3.4 – Схема подключения USB2000

2. Поставить в кюветодержатель пустую кювету.
3. Запустить программу  .
OOIBase32.lnk
4. Снять темновой спектр, не включая источник света.
5. Включить тумблер источника света и через 5 мин снять спектр лампы.
6. Вычесть темновой спектр из спектра лампы.

7. Выбрать из программы функцию T и убедиться, что линия пропускания соответствует 100 %. Ограничить диапазон измерений в пределах 200–800 нм.

8. Налить в кювету исследуемый раствор и снять спектр поглощения. Спектр сохранить и, используя конвертор  , преобразовать.

9. Разбавить раствор в кювете водой в соотношении 1:2 и снова снять спектр. Повторить эту операцию еще 2 раза.

10. Построить экспериментальные зависимости так, как показано на рисунке 3.3, и провести расчеты для всех исследуемых концентраций.

Контрольные вопросы

1. Основные законы поглощения света. Закон Бугера – Ламберта. Закон Бера.
2. Что такое оптическая спектроскопия?
3. Почему спектроскопию в видимой области света называют электронной?
4. Что можно измерить с помощью спектрометра типа USB2000?
5. Что такое концентрационный коэффициент поглощения?

Лабораторная работа № 4

ИНФРАКРАСНАЯ ФУРЬЕ-СПЕКТРОСКОПИЯ

Цель работы

Знакомство с принципом работы инфракрасного Фурье-спектрометра и освоение методики качественного и количественного анализа спектров поглощения и отражения полупроводниковых материалов.

Теоретическая часть

Одним из эффективных методов исследования материалов полупроводниковой наноэлектроники является инфракрасная спектроскопия, и особенно Фурье-спектроскопия. Принцип метода состоит в снятии спектра поглощения образцом инфракрасного излучения в диапазоне длин волн от 5 до 20 мкм и выделении характерных полос поглощения. В качестве базового прибора используется Фурье-спектрометр типа Инфралюм ФТ-801.

Прибор представляет собой интерферометр, на выходе которого при линейном изменении разности оптического хода происходит модуляция светового потока с частотой, пропорциональной волновым числам или частотам электромагнитного излучения, т.е. происходит селективная частотная модуляция. С помощью Фурье-спектрометров спектры получают в два этапа. Сначала регистрируется интерферограмма, т.е. выходной световой поток в зависимости от разности хода разделенной на когерентные пучки входной волны от источника. Затем путём обратного преобразования Фурье (по разности хода) вычисляется спектр (рисунок 4.1).

Фурье-спектрометр (рисунок 4.2) состоит из источника излучения 1, входной диафрагмы 2, объектива коллиматора 3, селективного модулятора 4, 5, 6, 13, выходного коллиматора 8, выходной диафрагмы 9, приемника 10, усилителя 11 и индикатора 12. Селективный модулятор представляет собой интерферометр, в котором световой поток разделяется светоделителем 4 и направляется на зеркала 5 и 13. Интерферирующие пучки собираются соединительным устройством 7 и направляются на объектив 8. Частотная модуляция осуществляется линейным

перемещением одного из зеркал 5 с помощью подвижного устройства 6. Это перемещение, пропорциональное изменению разности хода, передается на индикаторное устройство 12, где строится зависимость интенсивности излучения от разности хода, т.е. фиксируется интерферограмма. Далее находится спектр путем гармонического анализа интерферограммы, т.е. разложения ее на частотные составляющие путем обратного преобразования Фурье. Это осуществляется с помощью ЭВМ.

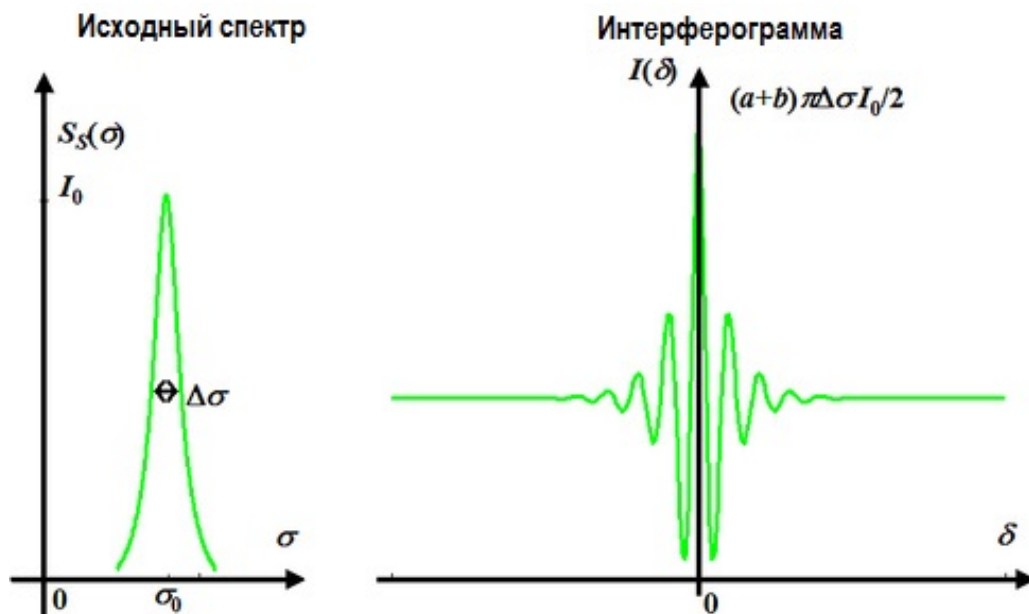


Рисунок 4.1 – Спектр излучения и его интерферограмма

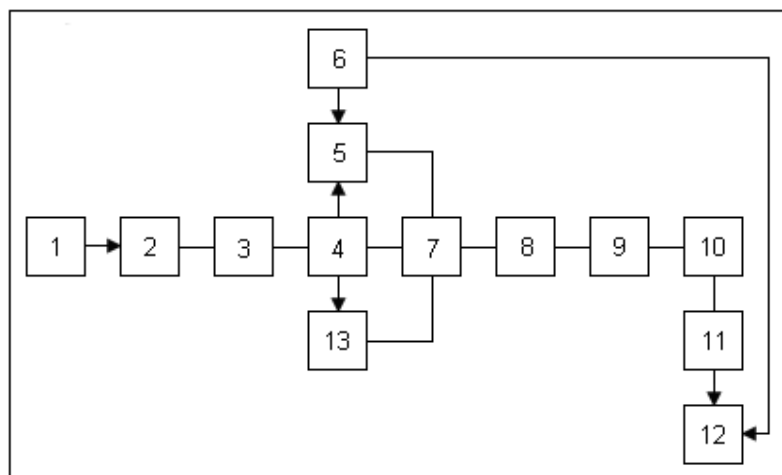


Рисунок 4.2 – Структурная схема Фурье-спектрометра на основе интерферометра Майкельсона

В спектрометре Инфралюм ФТ-801 в качестве модулятора используется двухлучевой сканирующий интерферометр «Двойной кошачий глаз» (ДКГ). Оптическая схема интерферометра ДКГ приведена на рисунке 4.3.

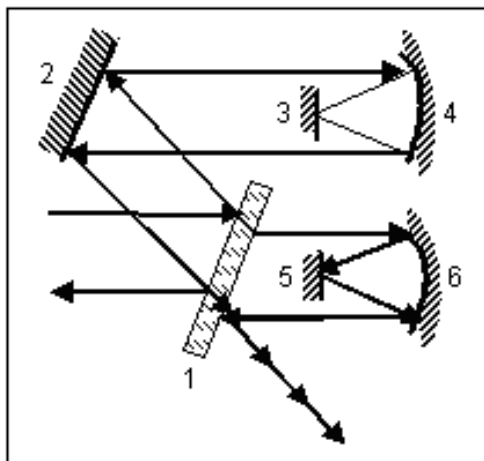


Рисунок 4.3 – Оптическая схема отражателя типа «кошачий глаз»

Параллельные пучки лучей от светоделиителя 1, отражаясь от вогнутых зеркал 4 и 6, фокусируются соответственно на малых зеркалах 3 и 5 и после второго отражения от вогнутых зеркал плоского зеркала 2 возвращаются по прежним направлениям на светоделиитель. При правильном выборе параметров отражателей разность хода интерферирующих пучков не зависит от их наклона к осям отражателей. В этом интерферометре удастся исключить постоянную составляющую потока излучения. Внешний вид Фурье-спектрометра Инфралюм ФТ-801 представлен на рисунке 4.4.



Рисунок 4.4 – Внутреннее устройство Фурье-спектрометра Инфралюм ФТ-801

Фурье-спектроскопия находит широкое применение для изучения примесей в полупроводниковых материалах, например количественного анализа углерода и кислорода в монокристаллах кремния. Величины пиков спектра пропорциональны концентрации соответствующих примесей. На практике на эти пики накладываются составляющие спектра поглощения решетки, вследствие чего необходимо выделять соответствующие сигналы. Поэтому в случаях, когда концентрации углерода и кислорода меньше предельно обнаружимых, применяется метод, основанный на использовании эталонных образцов той же толщины, что и у исследуемых. При использовании метода Фурье-спектроскопии применяется эталонный образец с заданными параметрами. Для повышения чувствительности обнаружения примесей желательно увеличивать толщину образцов. Однако при этом увеличивается составляющая спектра, обусловленная поглощением кристаллической решетки, и интенсивность примесного пика уменьшается.

Экспериментальная установка

Порядок работы со спектрометром Инфралюм ФТ-801

1. Выбор режима регистрации спектра

Перед регистрацией спектра следует убедиться, что установлены правильные режимы работы прибора и программы обработки.

Основной параметр, *разрешение в спектре*, задается с помощью одноименной кнопки на панели или команды контекстного меню. Разрешение может составлять 8, 4, 2, 1 см⁻¹. Эта цифра пишется на самой кнопке после двоеточия.

Степень усиления обычно подбирается с учетом интенсивности выходного сигнала спектрометра (возможные значения – 1, 2, 4, 8). Усиленный сигнал должен иметь как можно большую амплитуду, но не превышающую 30000 единиц по шкале Y.

Можно посмотреть амплитуду сигнала, включив режим визуализации сигнала (клавиша с соответствующим изображением интерферограммы).

Число сканов задается в текстовом поле справа от кнопки СТЕПЕНЬ УСИЛЕНИЯ. Если увеличить это число, время получения спектра возрастет, но зато уменьшится шум в спектре. Для обычных измерений оптимальное число накопления сканов составляет 6–20.

По умолчанию любой снятый на приборе спектр автоматически сохраняется на диске. Текущий спектр можно сохранить еще раз под любым именем по команде «Сохранить спектр». Если при этом в полях «Название», «Брутто-формула» и «Описание спектра» (три текстовых окна под панелью кнопок) присутствует какая-то информация, то она будет записана в соответствующие поля в спектральном файле.

2. Запись опорного спектра

Перед тем как снимать спектр образца, необходимо снять или прочесть ранее снятый референтный спектр, то есть спектр фона, позволяющий учесть влияние атмосферы, наполнителей и другие особенности съемки. Если для исследования образцов используются какие-то приспособления (приставки), то их следует поместить в кюветное отделение прибора (без образца).

Время регистрации спектра пропорционально числу сканов и может составить единицы – десятки секунд. Процесс съемки отображается в строке состояния (самая нижняя часть окна программы). Спектр может быть получен сразу после нажатия кнопки, если компьютер успел к этому моменту накопить требуемое число однородных сканов. Можно отбросить все ранее накопленные сканы, если нажать на кнопку С (ОЧИСТКА БУФЕРА).

Вид опорного спектра показан на рисунке 4.5.

В качестве опорного можно использовать спектр фона, снятый и записанный ранее. Для этого следует выбрать спектр из списка в правой верхней части окна, а затем вызвать из контекстного меню команду «Сделать опорным спектром».

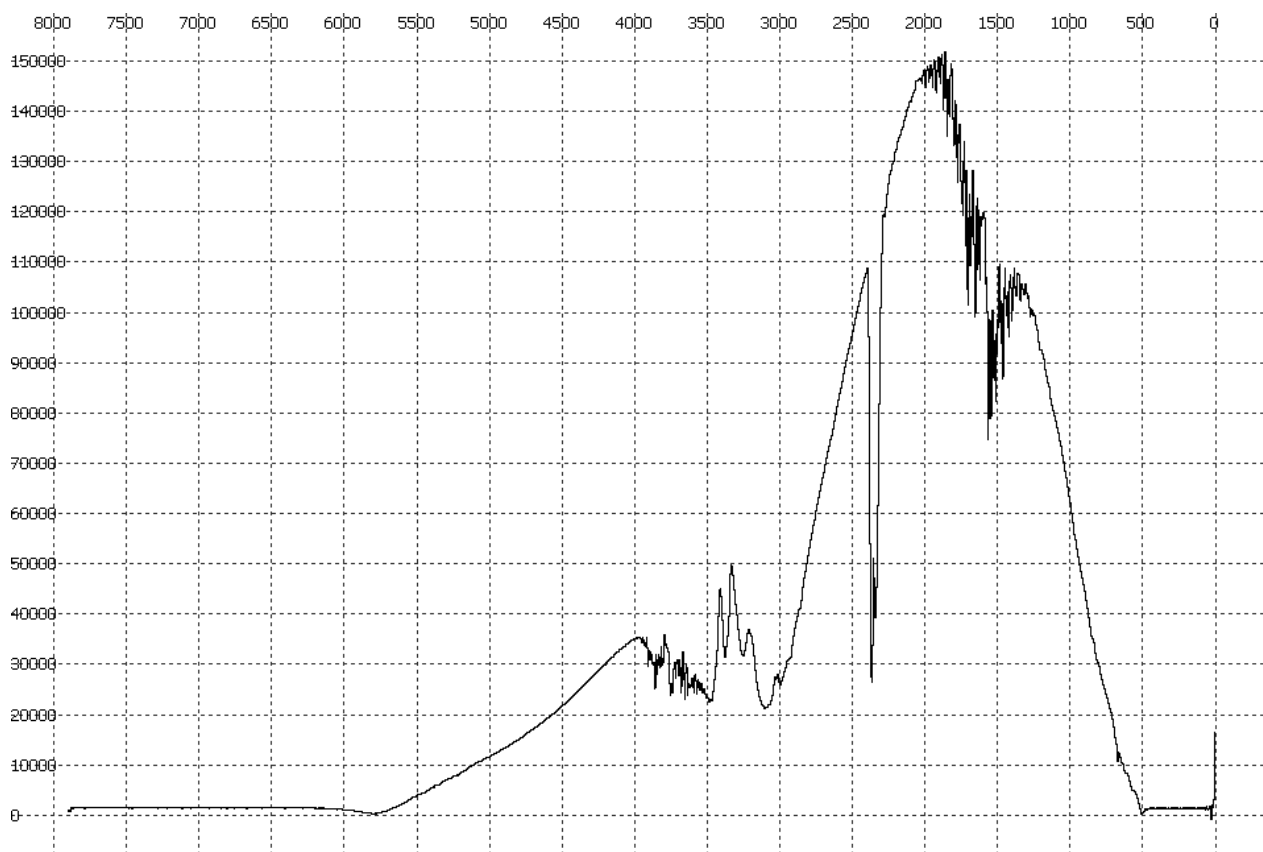


Рисунок 4.5 – Примерный вид опорного спектра

3. Запись спектра образца

Поместите образец в кюветное отделение и нажмите кнопку СНЯТЬ СПЕКТР ОБРАЗЦА или клавишу **F9**. Через заданное число сканов спектр появится в окне. Параметры регистрации (разрешение, тип аподизации, условия математической обработки) изменить нельзя, они соответствуют аналогичным значениям у опорного спектра. Степень усиления устанавливается вышеуказанным способом, как и для опорного спектра. Деление на опорный спектр происходит автоматически перед выводом спектра образца на экран.

4. Идентификация спектров

Система Expert Pго 801 позволяет идентифицировать соединение, если его спектр есть в библиотеках инфракрасных спектров (количество и состав библиотек может меняться в зависимости от заказа). Текущий спектр, изображенный на экране (зарегистрированный или прочитанный из списка спектров в правой верхней части окна),

запускается на поиск, если сделать двойной клик мышью по рисунку спектра либо по его названию в списке. Это равнозначно нажатию кнопки ПОИСК ПО СПЕКТРУ или клавиши **F5**.

Поисковый ответ, то есть найденные при поиске соединения, выводятся списком в правой нижней части окна. В каждой строке списка отображаются фактор совпадения (в процентах), номер соединения и его название. При выборе соединения (щелчком мыши или с клавиатуры клавишами \uparrow и \downarrow) его спектр рисуется красной кривой поверх искомого спектра, а название и другие данные заносятся в серые поля сверху от кривой. Фактор совпадения более 70 % и повторение в поисковом ответе названия одного вещества обычно свидетельствуют, что данное вещество успешно опознано (рисунок 4.6).

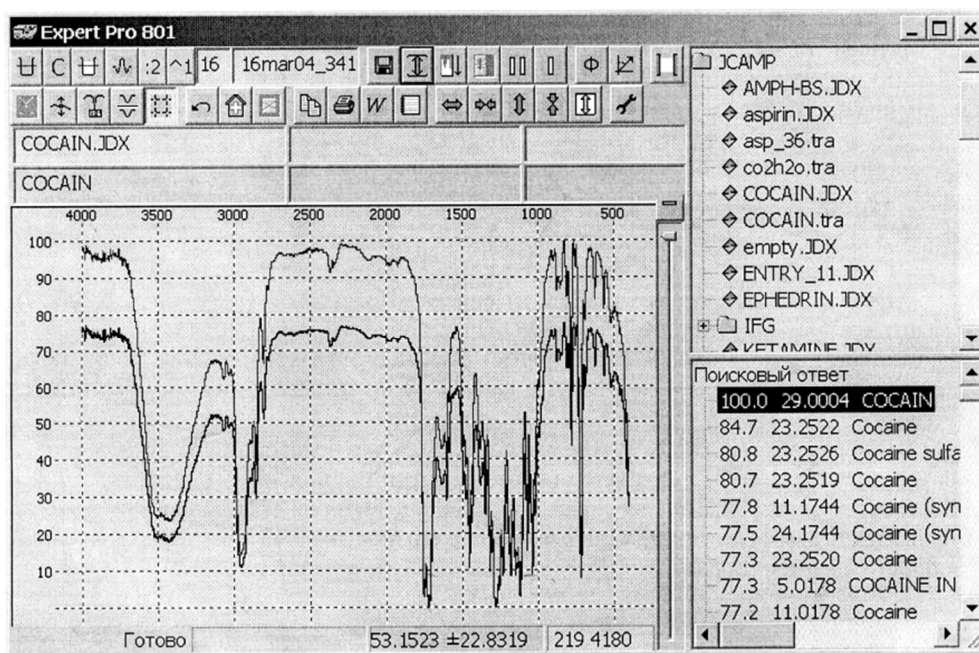


Рисунок 4.6 – Результаты поиска

Иногда требуется найти соединение по названию или его части. Для этого введите искомое название в левом верхнем текстовом поле и нажмите кнопку ПОИСК ПО ТЕКСТУ или сочетание клавиш **Shift+F5**. Если требуется найти часть названия, поставьте слева и справа от него звездочку. Например, запрос **aspirin** означает: найти любое название, в котором есть фрагмент aspirin.

5. Просмотр результатов

Окно программы условно делится на две части: слева выводятся данные о соединении (спектр, название и др.), справа – список соединений. С целью сравнения данные о двух соединениях могут выводиться одновременно. Первое из соединений – это поисковый запрос, второе – результат поиска.

Спектр запроса рисуется закрашенной кривой, его название, брутто-формула и комментарий помещаются в трех текстовых полях сверху. В эти поля можно вводить с клавиатуры данные – это будет текстовый запрос, запускаемый кнопкой **ПОИСК ПО ТЕКСТУ**.

Запоминание спектров. Спектр второго соединения, то есть результат поиска, рисуется красной кривой, а его текстовые данные – в серых полях под полями запроса.

Серые поля служат только для просмотра, вводить текст в них нельзя.

Второе соединение выбирается из списка «Поисковый ответ» (справа внизу). Удалить изображение второго спектра из окна и почистить серые поля можно кнопкой **I**. Соответственно кнопка **II** запоминает первый спектр, копируя его. Это делается, например, чтобы сравнить два разных спектра: один запоминается, затем читается другой.

В общем случае кнопкой **II** можно запомнить и более двух спектров, а кнопка **I** всегда стирает по очереди запомненные спектры. Цвет кривых можно изменять в «Настройках программы» на закладке «Цвета». Второй (запомненный) спектр становится первым (текущим), если сделать по нему двойной клик. Второй двойной клик запускает идентификацию текущего спектра по базе данных.

Отдельные шкалы. Два или более спектра обычно рисуются в одной шкале, наложенные друг на друга, но можно расположить их один над другим, если нажать кнопку **ОТДЕЛЬНЫЕ ШКАЛЫ**. В этом случае допускается некоторое перекрывание шкал, величину которого можно регулировать, взяв мышью за край шкалы и перемещая ее. При этом шкала нижнего спектра закрывает шкалу верхнего. Чтобы показать шкалу спектра полностью, щелкните мышью на этом спектре.

Подписи пиков. Чтобы подписать пики на рисунке спектра, нажмите кнопку ПОДПИСЫВАТЬ ПИКИ, программа подпишет пики с интенсивностью не менее 2 % и если расстояние между пиками более 4 точек экрана (обе эти величины можно изменить в настройках программы).

Увеличение. Чтобы увеличить участок кривой, укажите его границы мышью: нажав правую кнопку, двигайте мышь от левого верхнего угла участка в правый нижний. При отпускании кнопки очерченный прямоугольник с участком кривой увеличится на все окно. Если двигать мышь только слева направо, то спектр растянется по горизонтали, а вертикальный масштаб не изменится. Аналогично, чтобы растянуть спектр по вертикали, надо двигать мышь сверху вниз.

Нормировка на 100 %. В спектрах из разных источников могут использоваться разные шкалы ординат. Чтобы привести их к шкале 0–100 %, следует нажать кнопку НОРМИРОВКА НА 100 %. Нормировка будет выполняться автоматически, если включить в настройках программы на закладке «Общие» опцию «Нормировать спектры на 100 %».

Поглощение или пропускание. По умолчанию все спектры представлены в шкале пропускания. Переключить вид спектра в шкалу поглощения и обратно можно из контекстного меню.

6. Выдача результатов

Спектры и связанный с ними текст можно напечатать или внести в другие документы. Вывод на основной принтер происходит по кнопке ПЕЧАТЬ. Та же команда в контекстном меню (вызывается по правой кнопке мыши) позволяет перед печатью выбрать принтер и задать его параметры, такие как расположение листа бумаги.

Слева от кнопки печати находится кнопка СПЕКТР В БУФЕР ОБМЕНА. С помощью этой кнопки рисунок спектра помещается в буфер, откуда его можно скопировать в документ, допускающий вставку рисунков, например в любой из офисных документов.

При закрытии программы журнал записывается в файл `zair.log`.

Вычитание спектров. Из текущего спектра можно частично вычесть вторую, красную кривую с помощью «движка» справа от окна

спектров. Перемещение этого движка меняет множитель, с которым красная кривая вычитается из текущей.

В верхнем положении множитель равен нулю, то есть вычитания не происходит, а в среднем положении он равен единице, то есть красный спектр вычитается полностью.

Задание на работу

1. Ознакомиться с работой Фурье-спектрометра Инфралюм ФТ-801.
2. Провести качественный анализ образцов.
3. Провести количественный анализ образцов.
4. Построить спектральную зависимость коэффициента поглощения образца.
5. Определить концентрацию кислорода и углерода в подложке.

Порядок выполнения работы

1. Изучить инструкцию по эксплуатации Фурье-спектрометра Инфралюм ФТ-801.
2. Качественный анализ образцов.
 - 2.1. Снять спектры пропускания пленочных образцов.
 - 2.2. Используя базу прибора, по спектрам определить материал образцов.
 - 2.3. Используя таблицу характеристических частот ИК-спектров, определить основные молекулярные группы материала.
 - 2.4. Данные оформить в виде таблицы.
3. Количественный анализ образцов.
 - 3.1. Измерить толщину кремниевой подложки с высоким удельным сопротивлением. Для этого вставить подложку в держатель образца и нажать кнопку СНЯТЬ СПЕКТР ОБРАЗЦА.
 - 3.2. Привести спектр поглощения к реальным процентам, взяв за основу полосу поглощения при 2369 см^{-1} , обусловленную физически адсорбируемым на поверхности подложки монослоем CO_2 . Для этого привести эту полосу к норме при коэффициенте пропускания 95 %.

3.3. Сохранить полученный спектр пропускания.

3.4. Заменить в приборе держатель на пропускание на приставку на отражение (рисунок 4.7).

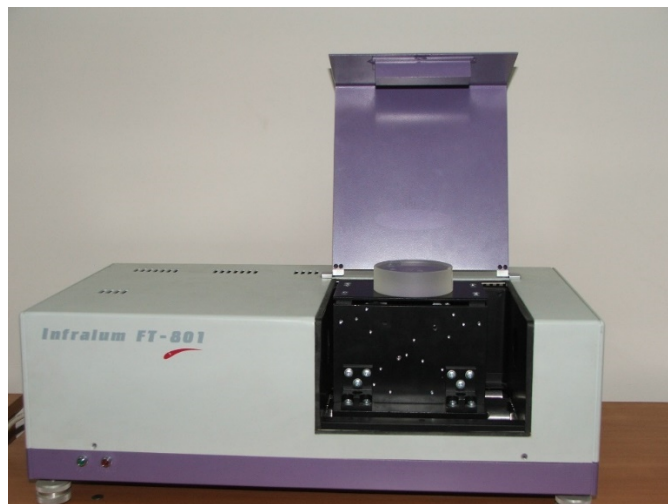


Рисунок 4.7 – Спектрометр ФТ-801
с приставкой на отражение

3.5. Установить на приставку тестовый образец с серебряным или золотым покрытием, снять опорный спектр.

3.6. Установить на приставку исследуемый образец и снять спектр отражения.

3.7. Сохранить полученный спектр отражения.

3.8. По формуле Бугера – Ламберта рассчитать коэффициент поглощения и графически представить полосу при 1100 см^{-1} в координатах: коэффициент поглощения – волновое число (частота) (см. рисунок 4.6).

Для определения коэффициента поглощения нужно измерить интенсивности света, падающего на образец I_0 и прошедшего сквозь образец I_T . Для подсчета величины I_T применить формулу:

$$I_T = T \cdot I_0 = \frac{I_0 (1 - R)^2 \exp(-\alpha x)}{1 - R^2 \exp(-2\alpha x)}. \quad (4.1)$$

Если αx велико, то вторым членом в знаменателе можно пренебречь:

$$I_T \approx I_0(1-R)^2 \exp(-\alpha x), \quad (4.2)$$

$$\alpha(\lambda) = \frac{1}{x} \operatorname{Ln} \left[\frac{I_0(1-R)^2}{I_T} \right]. \quad (4.3)$$

Используя оба сохраненных спектра и формулу (4.3), построить спектральную зависимость коэффициента поглощения образца.

3.9 По закону Бера $\alpha = \varepsilon \cdot C \cdot d$ (ε – коэффициент экстинкции (таблица 4.1); C – концентрация; d – толщина образца) определить концентрацию кислорода и углерода в подложке.

Таблица 4.1 – Коэффициенты экстинкции и молекулярные коэффициенты поглощения основных осцилляторов

| Тип осциллятора | Si-C | Si-O | N-H | Si-H |
|---|-----------------------|----------------------|----------------------|-----------------------|
| Коэффициент экстинкции ε , см | $3,44 \cdot 10^{-17}$ | $2,6 \cdot 10^{-17}$ | $5,3 \cdot 10^{-18}$ | $7,4 \cdot 10^{-18}$ |
| Молекулярный коэффициент поглощения ε_m , см ² | $1,6 \cdot 10^{-19}$ | $3,3 \cdot 10^{-19}$ | $8 \cdot 10^{-20}$ | $5,71 \cdot 10^{-20}$ |

Контрольные вопросы

1. Какова физическая природа полос в ИК-спектре пропускания кремния, оксида кремния?
2. Каково устройство Фурье-спектрометра?
3. Основные величины и соотношения, используемые при анализе ИК-спектров пропускания.
4. Что такое качественный анализ ИК-спектров и принципы его осуществления?
5. Принципы, положенные в основу количественного анализа ИК-спектров поглощения.

Лабораторная работа № 5

СПЕКТРОСКОПИЯ

КОМБИНАЦИОННОГО РАССЕЯНИЯ

Цель работы

Освоить основные принципы экспериментальных измерений спектров комбинационного рассеяния света (КРС) конденсированных систем на автоматизированных волоконно-оптических спектрометрах; провести измерения спектров рамановского рассеяния различных образцов жидкостей; получить навыки первичной обработки результатов измерений.

Теоретическая часть

Спектроскопия комбинационного рассеяния широко используется как аналитический метод. В зарубежной литературе комбинационное рассеяние света обычно называют эффектом Рамана. На основании спектров комбинационного рассеяния можно судить о структуре и фазовом составе объекта, не повреждая исследуемый образец. Спектры КРС каждого соединения настолько специфичны, что могут служить для идентификации этого соединения и обнаружения его в смесях. Качественный и количественный анализ по спектрам КРС широко применяют в аналитической практике, особенно при анализе смесей углеводородов. Спектры комбинационного рассеяния весьма эффективны для идентификации самых разнообразных продуктов и материалов как органической, так и неорганической природы. Комбинационное рассеяние света в кристаллах обладает некоторыми особенностями. Колебания атомов в кристалле можно отождествить с газом фононов, а КРС в кристаллах рассматривать как рассеяние на фононах. Другие квазичастицы кристалла (поляритоны, магноны и др.) также можно изучать методами КРС.

Спектры комбинационного рассеяния являются одним из случаев молекулярных спектров, в которых проявляется наноструктура веще-

ства – строение и состав образующих его молекул. Изучение КРС позволяет получать информацию о динамике вещества на наномасштабном уровне (например, о скоростях релаксационных процессов).

В спектре рассеянного света кроме частоты основного излучения появляются новые компоненты. Эти новые частоты в спектре рассеяния (которые зависят от строения молекулы) и называются спектром комбинационного рассеивания. В реальном спектре КРС существуют линии «стоксова» рассеяния и «антистоксова» рассеяния (рисунок 5.1). Интенсивность «стоксовых» линий выше, чем «антистоксовых», поэтому им и отдается предпочтение при снятии спектров.

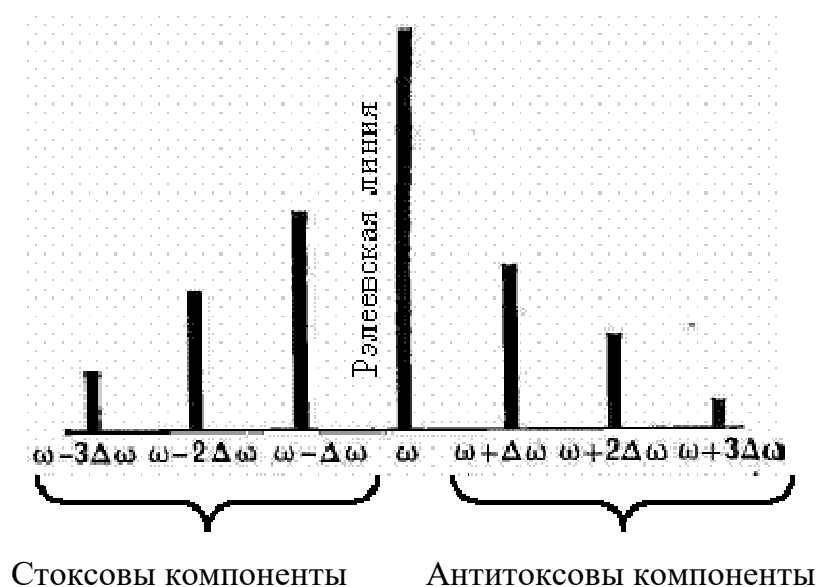


Рисунок 5.1 – Схематичное расположение стоксовых и антистоксовых компонентов КРС относительно линии рэлеевского упругого рассеяния света

Экспериментальная установка

ВНИМАНИЕ!

Перед выполнением данной лабораторной работы необходимо ознакомиться со специальными правилами техники безопасной работы на установке.

Главная трудность при измерении спектров комбинационного рассеяния – это низкая интенсивность комбинационных спутников (структурных линий спектра) по сравнению с интенсивностью упругой релеевской линии. Линии комбинационного рассеяния в 100 000 – 1000 000 раз слабее релеевской линии рассеянного возбуждающего излучения. Решающим фактором, повлиявшим на распространение спектроскопии комбинационного рассеяния как метода исследования, стало появление измерительных систем с лазерными источниками возбуждения, оснащенных высокочувствительным приёмно-регистрирующим трактом для регистрации слабых оптических сигналов.

Именно к таким системам относится изображённая на рисунке 5.2 экспериментальная установка.

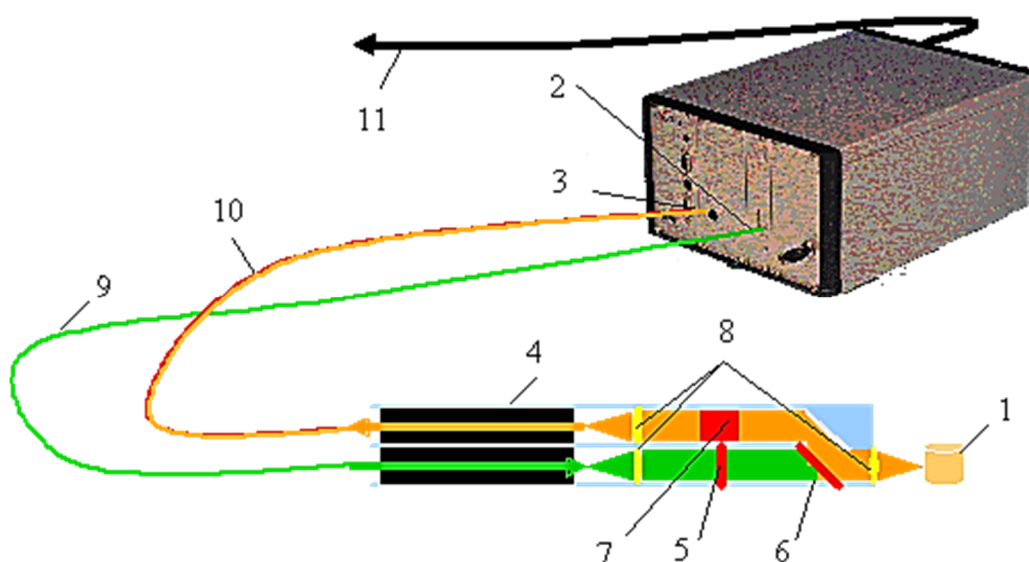


Рисунок 5.2 – Схема экспериментальной установки для измерений спектров комбинационного рассеяния света:
 1 – исследуемый образец; 2 – оптоволоконный спектрометр AvaSpec-2048FT-2-TEC; 3 – лазерный источник оптического возбуждения; 4 – рамановский пробник, содержащий широкополосный фильтр (5), дихроичное зеркало (6), узкополосный notch-фильтр (7) и систему согласующих коллимационных линз (8);
 9, 10 – оптоволоконные кабели; 11 – кабель USB-соединения с персональным компьютером

В этой установке спектр комбинационного рассеяния исследуемого образца (1) возбуждается узкой линией лазерного источника оптического излучения (2) и регистрируется высокочувствительным волоконно-оптическим спектрометром AvaSpec-2048FT-2-TEC (3) с термоохлаждаемым 2048-элементным матричным фотодетектором. Установка оснащена специальным зондом (4), обеспечивающим оптимизацию световых пучков возбуждающего и рассеянного образцом излучения. Широкополосный фильтр (5) и дихроичное зеркало (6) устраняют попадание на анализируемый образец (1) паразитных излучений. Узкополосный notch-фильтр (7) выполняет роль оптического экрана, предотвращающего попадание возбуждающего излучения в регистрирующий тракт спектрометра. Система коллимационных линз (8) оптимизирует оптические пучки возбуждающего и регистрируемого излучений с анализируемым образцом (1) и входной апертурой оптоволоконных кабелей (9) и (10), служащих для эффективной передачи возбуждающего и регистрируемого излучений соответственно.

Перечень необходимого оборудования и принадлежностей

1. Персональный компьютер с установленным программным обеспечением AvaSoft 7.0 – Raman.
2. Оптоволоконный спектрометр 2048FT-2-TEC с термоэлектрически охлаждаемым детектором Sony 2048 CCD и встроенным модулем термостабилизированного диодного лазерного источника оптического излучения AvaRaman-532 с длиной волны 532 нм и шириной пика $\sim 0,2$ нм.
3. Оптоволоконный рамановский пробник AvaRaman-PRB-532-3/8" с встроенным широкополосным фильтром 532 нм; дихроичным фильтром и notch-фильтром 532 нм.
4. Массивный держатель образца AvaRaman-SH-3/8" для рамановского пробника.
5. Защитные очки AvaRaman-GL-532 нм.
6. Исследуемые образцы (выдаются преподавателем).

Задание на работу

1. Провести экспериментальное исследование спектров комбинационного рассеяния воды, этилового спирта и их смеси.
2. Принимая во внимание, что интенсивность линий определяется как $I = I_0 k C_i$ (где I_0 – интенсивность излучения лазера; k – постоянная прибора; C_i – концентрация групп), установить концентрацию групп СН и ОН в спирте и воде.
3. Разбавляя раствор, получить концентрационную зависимость интенсивности линий спектра КРС.
4. Для проанализированных образцов вычислить энергетическую величину возбуждения колебаний составляющих их молекул.

Порядок выполнения работы

Включение программно-аппаратного измерительного комплекса

1. Проверить и удостовериться, что все элементы установки, приборы и приспособления находятся в наличии в соответствии с перечнем необходимого оборудования и принадлежностей. На рисунке 5.3 приведён комплект экспериментального оборудования, используемого в данной работе, внешний вид унифицированного шасси оптоволоконного спектрометра 2048FT-2-ТЕС (1) с термоэлектрически охлаждаемым детектором Sony 2048 CCD и встроенным модулем термостабилизированного диодного лазерного источника оптического излучения AvaRaman-532. Спектрометр оснащён автономным источником питания (1), модуль которого размещён в крайней левой позиции унифицированного шасси. На передней панели этого модуля имеются индикаторы общего состояния электропитания установки. Свет от исследуемого образца попадает в оптоэлектронный модуль «master» спектрометра AvaSpec-2048 по оптоволоконному кабелю через оптический SMA-коннектор (3). Возбуждающее излучение полупроводникового лазера подается на образец по оптоволоконному кабелю через оптический SMA-коннектор (4). Кабели, подключаемые к оптическим

коннекторам (3, 4), объединены в общий экранированный жгут (6), заканчивающийся лабораторным зондом (рамановским пробником) (7).

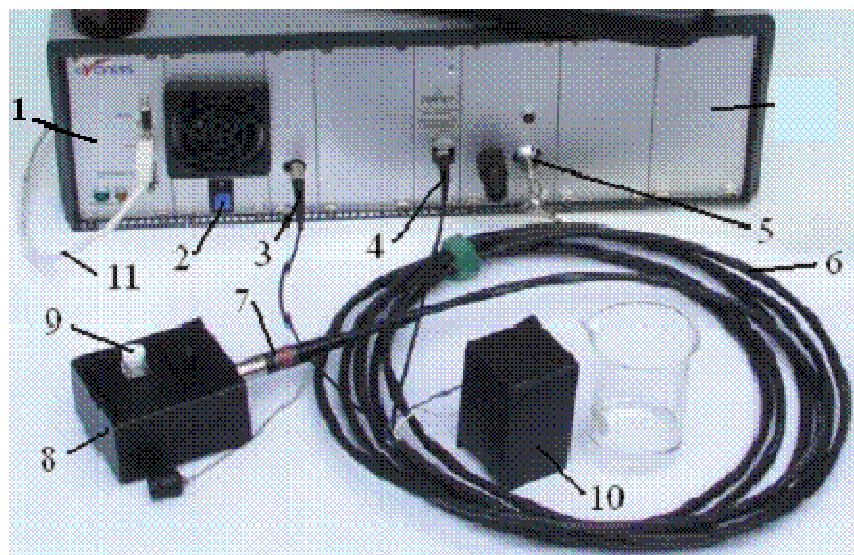


Рисунок 5.3 – Внешний вид комплекта экспериментального оборудования

В данной установке используется лабораторный зонд AvaRaman-PRB-532-3/8", внешний вид которого приведен на рисунке 5.4.

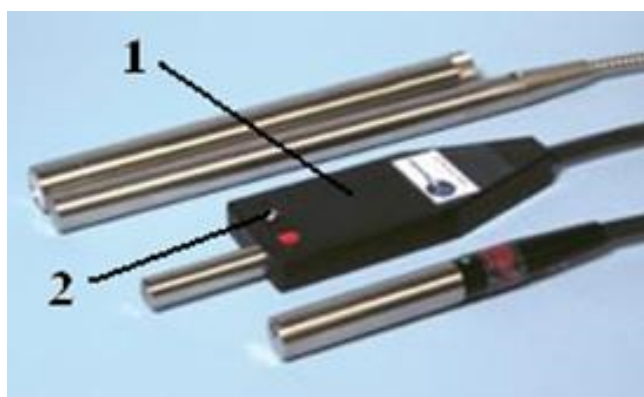


Рисунок 5.4 – Лабораторный зонд AvaRaman-PRB-3/8":
1 – корпус зонда; 2 – переключатель, позволяющий перекрывать поток лазерного излучения без выключения электропитания

Внутреннее устройство лабораторного зонда (рамановского пробника) приведено на рисунка 5.2.

Красная метка на корпусе переключателя (2) (см. рисунок 5.4) означает, что поток лазерного излучения открыт. В таком положении переключателя допускается работать с лабораторным зондом только помещенным в кюветное устройство.

ВЫНИМАТЬ ЛАБОРАТОРНЫЙ ЗОНД ИЗ КЮВЕТНОГО УСТРОЙСТВА СТРОГО ЗАПРЕЩАЕТСЯ!

Лабораторный зонд (7) фиксируется в соответствующем посадочном отверстии держателя оптических кювет (8). Исследуемый образец или оптическая кювета, заполненная исследуемой жидкостью (9), размещается внутри держателя кювет (8). Для защиты от внешней засветки и предохранения оператора от воздействия лазерного излучения держатель (8) в процессе работы должен быть накрыт светозащитным кожухом (10). Управление измерениями осуществляет встроенный микроконтроллер спектрометра, управляемый персональным компьютером и специализированным программным пакетом «AvaSoft-Raman». Встроенный микроконтроллер спектрометра стыкуется с персональным компьютером USB-кабелем (11).

Следует иметь в виду, что в корзине унифицированного шасси содержатся также и некоторые дополнительные модули, не используемые в данной лабораторной работе. Описание этих модулей не приводится в данной лабораторной работе.

Включение измерительной системы производится в соответствии с последовательностью операций, перечисленных ниже.

Включение измерительного тракта спектрометра

1. Включение электропитания осуществляется выключателем, расположенным на задней панели модуля (1) (см. рисунок 5.3), при этом загораются зелёный индикатор на лицевой панели модуля электропитания и индикаторы готовности модуля лазерного излучателя.

2. Тумблером (2), расположенным на передней панели модуля с обозначением «master», включается система термоэлектронного охлаждения фотодетектора измерительного тракта, используемого в данной

работе. На включённое состояние термохолодильника указывает световой индикатор над тумблером (2).

3. Электропитание лазерного источника излучения включается с помощью специального ключа (5). При этом мигают световые индикаторы готовности модуля.


При включённом лазерном источнике **ЗАПРЕЩАЕТСЯ:**

- отсоединять разъёмы оптоволоконных кабелей от установки;
- самостоятельно отсоединять оптоволоконный рамановский пробник (лабораторный зонд) от держателя образцов;
- снимать без необходимости крышку кюветного отделения держателя.

4. После включения электропитания модулей спектрометрической системы следует запустить программу «AvaSoft 7.0-Raman».

5. Установить исследуемый образец в кюветное отделение держателя, накрыть его защитным кожухом и начать измерения.

Порядок запуска управляющей программы, проведения измерений и сохранения полученных результатов описаны ниже. Перед началом измерений следует выдержать спектрометр с включённым электропитанием всех модулей в течение 10–15 мин для стабилизации тепловых режимов источника возбуждения и систем электронно-регистрационного тракта.

Запуск программы. На «рабочем столе» компьютера найти иконку  и два раза кликнуть левой кнопкой мыши – программа

запустится и на экране появится заставка (рисунок 5.5), которая означает, что спектрометр обнаружен на USB-порте компьютера, число рабочих пикселей спектрометра равно 2048 и можно приступать к измерениям. Для продолжения работы необходимо дважды кликнуть кнопку **ОК** на этой заставке, после чего на экране отобразится главное окно программы AvaRaman версии 7.0 (рисунок 5.6), вверху главного окна появится серийный номер спектрального устройства, подсоединенного к данному компьютеру (на приведенном рисунке это **0805122S2**).

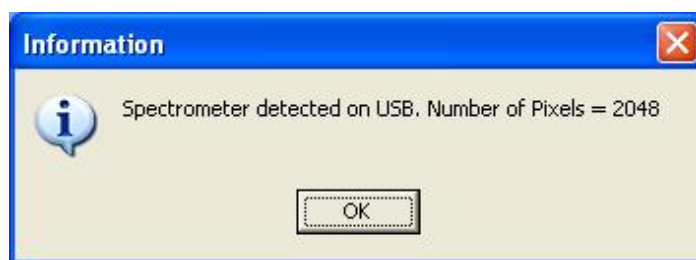


Рисунок 5.5 – Окно информации после запуска программы

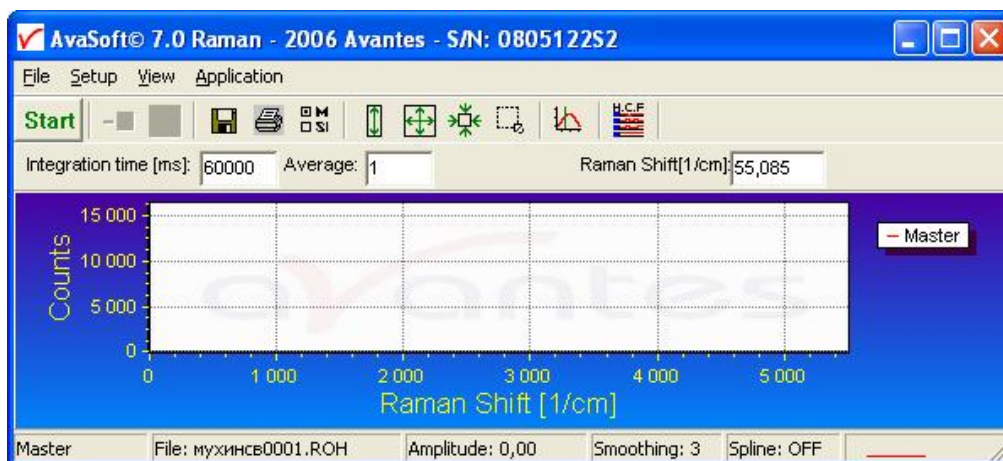


Рисунок 5.6 – Главное окно программы AvaRaman версии 7.0

Теперь программа активна и можно приступать к измерениям.

Начало нового эксперимента. Для того чтобы начать новый эксперимент, необходимо с помощью файлового меню (т.е. пункта меню «File») выбрать пункт «Start New Experiment» («Начать Новый Эксперимент»), как показано на рисунке 5.7.

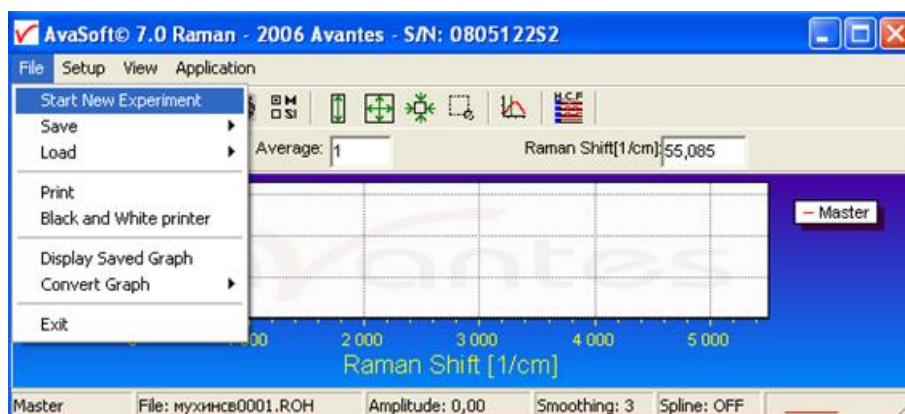


Рисунок 5.7 – Начало нового эксперимента

На экране появится диалоговое окно, в котором нужно ввести имя нового эксперимента (рисунок 5.8).

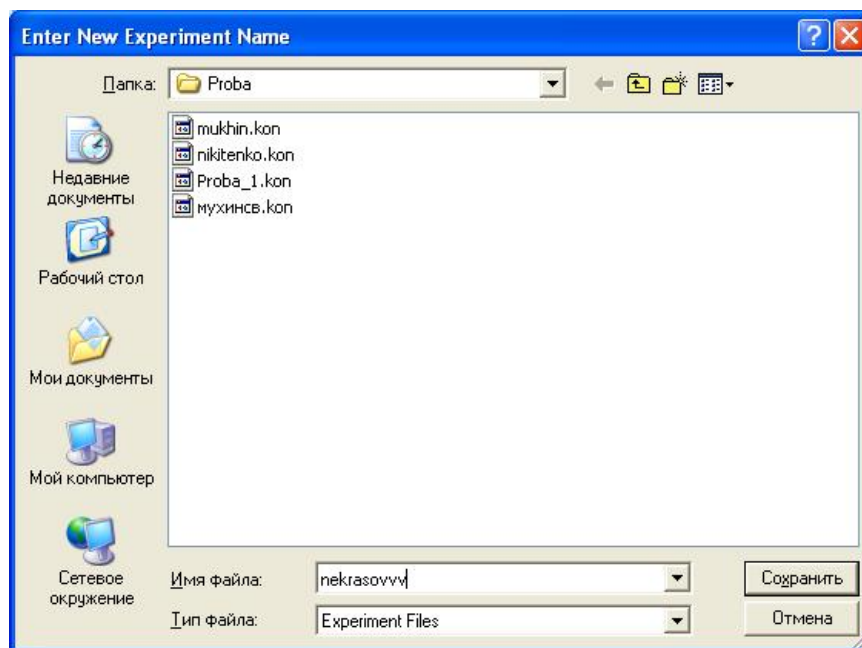


Рисунок 5.8 – Начало нового эксперимента

Имя эксперимента будет сохранено как имя файла с расширением *.kon. Это расширение вводить не надо. После щелчка на кнопке СОХРАНИТЬ текущее имя файла будет построено из имени эксперимента, которое было введено, и порядкового номера, начинающегося с 0001 (для того чтобы в дальнейшем не было проблем с поиском файлов с результатами измерений, рекомендуется в качестве имени файла набрать фамилию и инициалы оператора).

Если выбрано имя эксперимента, например, «mukhin», то первый сохраненный графический файл будет называться «mukhin0001.ROH», порядковый номер присваивается программой автоматически, так что следующий сохраненный файл будет называться «mukhin0002.ROH», и так далее.

По умолчанию папка, в которой сохраняются данные, имеет название «data <serialnumber>», в котором <serialnumber> означает серийный номер используемого AvaSpres-спектрометра.

После закрытия окна диалога щелчком на кнопке СОХРАНИТЬ снизу слева линейки статуса появляется имя нового эксперимента под

его следующим по порядку номером и на экране восстанавливается основное окно программы AvaRaman.

Этапы измерения рамановского спектра образца (образцы для исследования выдаются преподавателем) включают в себя две операции:

- измерение темнового фона спектрометра;
- измерение рамановского спектра образца за вычетом темнового фона.

Темновой фон обусловлен тепловыми фотонами, регистрируемыми фотодетектором, и всегда присутствует в измеряемом сигнале. Для корректного анализа рамановских спектров темновой фон следует впоследствии вычитать из спектральной кривой измеряемого сигнала рассеяния света.

Измерение темнового фона для рамановских спектров образцов. Для измерения фона нужно:

- перекрыть поток излучения от лазерного светодиода (выключатель находится на корпусе оптического зонда (7) (см. рисунок 5.3) и измерить значения темнового фона;
- нажать кнопку **Start**, находящуюся в верхнем левом углу программы (под кнопкой меню «File»). На экране в главном окне появится график темнового фона (рисунок 5.9);

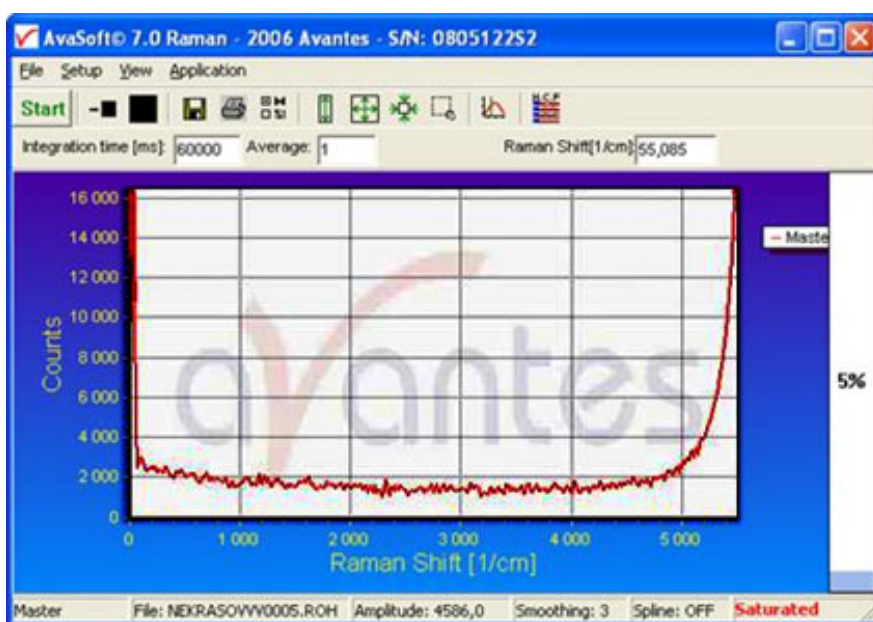


Рисунок 5.9 – Спектр темнового фона

– сохранить значения темнового фона. Для этого нужно кликнуть мышкой чёрный квадратик, как показано на рисунке 5.10;

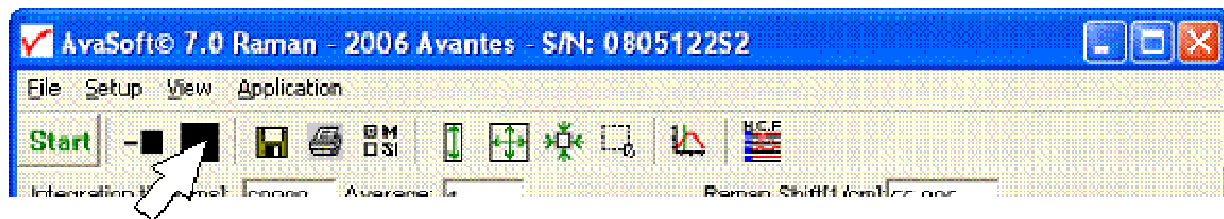


Рисунок 5.10 – Кнопка сохранения значения темнового фона

– далее следует сохранить значения темнового фона в памяти измерительного канала, кликнув мышкой кнопку **ОК** в появившемся диалоговом окне.

Измерение рамановского спектра образца

Открыть светозащитный кожух (10) (см. рисунок 5.3) держателя образцов (8), установить кювету (9) с анализируемой жидкостью и закрыть светозащитный кожух (10).

Нажать кнопку **Start**, находящуюся в верхнем левом углу программы (под кнопкой меню «File»).

Нажать кнопку «-■», расположенную справа от кнопки START, для измерений с автоматическим вычитанием темнового фона (рисунок 5.11).

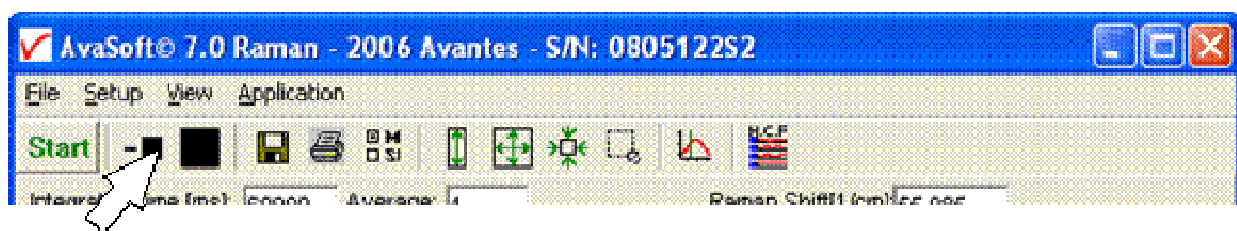


Рисунок 5.11 – Кнопка для измерений
с автоматическим вычитанием темнового фона

На экране в главном окне появится рамановский спектр измеренного образца. На рисунке 5.12 для примера приведен спектр комбинационного рассеяния углеводорода циклогексана.

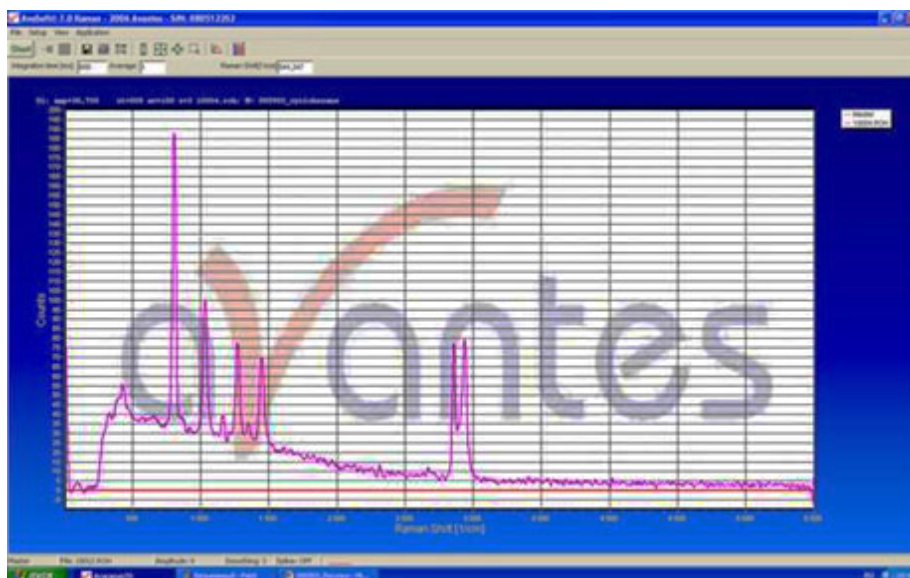


Рисунок 5.12 – Пример спектра комбинационного рассеяния углеводорода циклогексана

Сохранение рамановского спектра образца. После того как спектр измерен, его необходимо сохранить. Делается это с помощью выбора пунктов меню «File» – «Save» – «Experiment» (рисунок 5.13).



Рисунок 5.13 – Сохранение эксперимента из главного меню

Отображение сохраненных (Saved) ранее графиков на экране компьютера. Для того чтобы отобразить на экране компьютера ранее сохраненные графики, необходимо воспользоваться следующими опциями файлового меню: «File» – «Display Saved Graph» (рисунок 5.14).

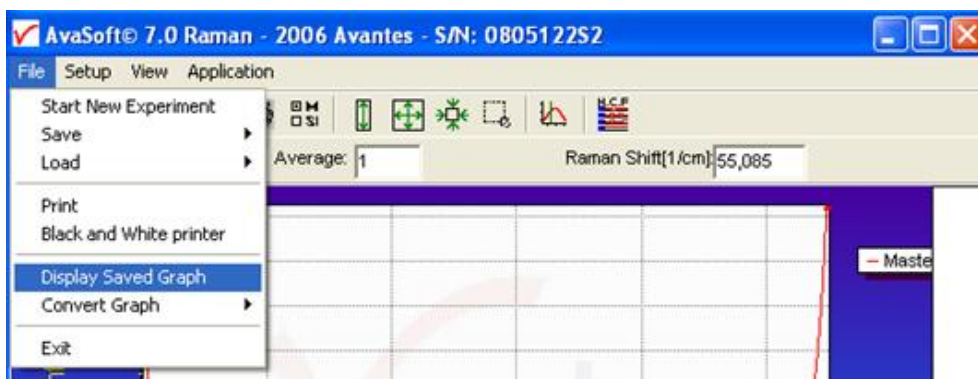


Рисунок 5.14 – Отображение сохраненных графиков
из главного меню

После выбора этой опции на экране монитора откроется следующее диалоговое окно (рисунок 5.15).

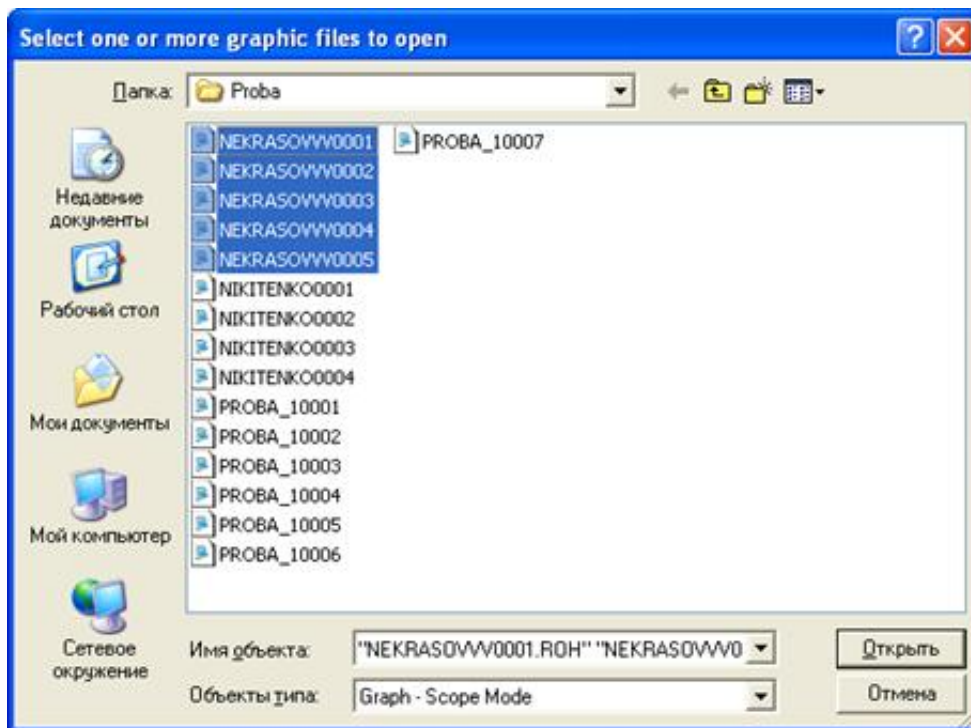


Рисунок 5.15 – Диалог открытия ранее сохраненных графиков

Затем необходимо выбрать нужные файлы с сохраненными результатами измерений и нажать клавишу ОТКРЫТЬ. На экране одновременно отобразятся все выбранные графики (программа сама выделит каждый график и фон своим цветом).

Контрольные вопросы

1. В чём состоит классическая теория комбинационного рассеяния?
2. Каковы отличия между релеевским и комбинационным рассеянием света?
3. Что означают термины «стоксовы» и «антистоксовы» компоненты? Как они формируются?
4. Что такое характеристическая частота?
5. Как соотносятся интенсивности «стоксовых» и «антистоксовых» компонентов и их относительные расстояния от релеевской линии?
6. Можно ли зарегистрировать комбинационное рассеяние при возбуждении лазером, излучающим на длине волны, отличающейся от используемой в данной лабораторной установке? Как будет отличаться положение линий КРС в этом случае:
 - в шкале абсолютных длин волн?
 - в шкале относительных частотных расстояний (сдвигов) от частоты возбуждающей лазерной линии?
7. Дать объяснение причинам неодинакового числа линий, наблюдающихся в спектрах КРС, разных индивидуальных соединений.

Рекомендуемая литература

1. Электронные приборы : учеб. для вузов / В. Н. Дулин [и др.]. – М. : Энергоатомиздат, 1989. – 496 с.
2. Векилова, Г. В. Дифракционные и микроскопические методы и приборы для анализа наночастиц и наноматериалов : учеб. пособие / Г. В. Векилова, А. Н. Иванов, Ю. Д. Ягодкин. – М. : ИД МИСиС, 2009. – 145 с.
3. Пентин, Ю. А. Физические методы исследования в химии / Ю. А. Пентин, Л. В. Вилков. – М. : Мир, 2003. – 683 с.
4. Методы получения и исследования наноматериалов и наноструктур. Лабораторный практикум по нанотехнологиям : учеб. пособие / Е. Д. Мишина, А. А. Евдокимов, Н. Э. Шерстюк ; под ред. А. С. Сигова. – М. : Лаборатория знаний, 2021. – 187 с.
5. Кларк, Э. Р. Микроскопические методы исследования материалов / Э. Р. Кларк, К. Н. Эберхард. – М. : Техносфера, 2007. – 376 с.
6. Пергамент, М. И. Методы исследований в экспериментальной физике : учеб. пособие / М. И. Пергамент. – Долгопрудный : ИД Интеллект, 2010. – 304 с.
7. Тимофеев, В. Б. Оптическая спектроскопия объемных полупроводников и наноструктур : учеб. пособие / В. Б. Тимофеев. – СПб. : Лань, 2015. – 512 с.

Учебное издание

Смирнов Серафим Всеволодович

Чистоедова Инна Анатольевна

**МЕТОДЫ АНАЛИЗА И КОНТРОЛЯ
НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫХ МАТЕРИАЛОВ
И СТРУКТУР**

Лабораторный практикум

Подписано в печать 03.06.2024. Формат 60×84/16.

Усл. печ. л. 3,72. Заказ № 100. Тираж 100 экз.

Федеральное государственное автономное образовательное
учреждение высшего образования «Томский государственный
университет систем управления и радиоэлектроники»

634050, г. Томск, пр. Ленина, 40.

Тел. (3822) 533018.