

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ

Методические указания по выполнению лабораторных работ

Направление подготовки 28.03.02 Наноинженерия
Направленность (профиль)
«Нанотехнологии и наноматериалы»

Ставрополь
2026

ВВЕДЕНИЕ

Лабораторный практикум к выполнению лабораторных работ составлен в соответствии с требованиями ФГОС ВО, рабочих учебных планов по программе бакалавриата, программы дисциплины «ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ».

Лабораторный практикум включают в себя теоретическое обоснование, методику и порядок выполнения лабораторных работ, указание по технике безопасности (ТБ), перечень контрольных вопросов, список рекомендованной литературы.

Методы исследования материалов микро- и наносистем является фундаментом современного материаловедения. В настоящее время имеется огромное число методов диагностики и исследования самых разных характеристик изучаемых систем. Поэтому:

- при их применении необходимо учитывать специфику объектов нанометровой геометрии и особенности, протекающих в них процессов;
- диагностика наносистем и наноматериалов должна обеспечивать наиболее полную информацию об их основных характеристиках и о протекающих в них процессах.
- изучение структуры материалов с нанометровым пространственным разрешением;
- изучение особенностей поведения и свойств наносистем, наноустройств, наноматериалов.

При изучении дисциплины «Взаимодействие излучения с веществом» на лабораторных занятиях используются междисциплинарное и проблемное обучения в малых группах.

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 1	4
Лабораторный практикум по технике безопасности в аналитической лаборатории	4
Лабораторная работа № 2	9
Технология подготовки сканирующих зондовых микроскопов NTEGRA "Aura"; "Prima"; "Максимум" к работе.....	9
Лабораторная работа № 3	43
Подготовка и технология работы сканирующих зондовых микроскопов NTEGRA "Aura"; "Prima"; "Максимум", в полуконтактном режиме сканирования.....	43
Лабораторная работа № 4	64
Технология получения изображения в атомно-силовой микроскопии с помощью учебно-научного комплекса НАНОЭДЮКАТОР II.....	64
Лабораторная работа № 5.....	87
Количественный анализ и обработка полученного СЗМ изображения с помощью программного обеспечения атомно-силового микроскопа НАНОЭДЮКАТОР II	87
Лабораторная работа № 6	102
Эллипсометрические методы исследования толщины тонких пленок	102
Лабораторная работа № 7	113
Методика исследования концентрации связанного водорода с помощью ИК Фурье-спектрометра ФСМ-1201; 1211	113
Лабораторная работа № 8	131
Методика анализа определение оптической ширины запрещенной зоны с помощью спектрофотометра СФ-56	131
ПРИЛОЖЕНИЕ А.	143
Форма протокола определения оптической ширины запрещенной зоны.....	143
Лабораторная работа № 9	144
Идентификация структуры материала методом комбинационного рассеяния света	144
ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное).....	169
Типичные спектры КРС углеродсодержащих пленок.....	169
ПРАКТИЧЕСКИЕ ЗАНЯТИЯ	174
Самостоятельная работа	250

Лабораторная работа № 1

Лабораторный практикум по технике безопасности в аналитической лаборатории

Цель работы: получить знания, теоретических и практических основ безопасной работы в аналитических лабораториях, а также уметь оценивать и контролировать риски уменьшать их либо полностью устранять.

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: теоретические основы правил безопасной работы в аналитических лабораториях, а также правила безопасной работы с электрооборудованием.

Уметь: организовывать безопасную работу в соответствии с проведенным инструктажем.

Владеть: навыками безопасной работы в аналитических лабораториях; способностью демонстрировать знания в данной области и готовностью использовать их в чрезвычайной ситуации.

Теоретическая часть

Студенты, начавшие изучать дисциплину «Взаимодействие излучения с веществом» допускаются к выполнению лабораторных только после прохождения вводного инструктажа о соблюдении мер безопасности и после собеседования по вопросам техники безопасности. Проведение всех видов инструктажа регистрируется в журнале.

Проведение вводного инструктажа, контроль выполнения правил техники безопасности во всей лаборатории и ведение журнала инструктажа осуществляет преподавателем или инженером (лаборантом), которые прикреплены к данной лаборатории.

Все студенты, работающие в лаборатории, должны находиться в ней в необходимой спецодежде: белом халате из хлопчатобумажной ткани; при необходимости применять фартуки, средства индивидуальной защиты глаз и рук.

Условия эксплуатации аналитического оборудования

Аналитическое оборудование является высокоточными приборами. Существует ряд условий, необходимых для его корректной работы:

1. Температура окружающей среды: $20 \pm 5^{\circ}\text{C}$.
2. Дрейф температуры: не более 1°C в час.
3. Относительная влажность: не более 80%.
4. Атмосферное давление: 760 ± 30 мм. рт. ст.
5. Электрическая сеть с напряжением 110/220 В (+10%/-15%), 50/60 Гц и заземлением.
6. Рабочее помещение должно быть защищено от механических вибраций и акустических шумов как внутренних, так и внешних.
7. Приборы должны быть защищены от воздействия прямых солнечных лучей.

При работе с высокоточным оборудованием следует соблюдать следующие правила безопасности:

1. В основном все высокоточное оборудование, для анализа наноматериалов использует высокое напряжение. Следует соблюдать правила безопасной работы с высоковольтными приборами.
2. Следует не допускать попадание жидкостей во внутренние части приборов. Может произойти короткое замыкание.
3. Соединение электрических разъемов следует производить только при полностью отключенном питании прибора. Существует риск получения электротравмы, а также нанесения повреждений прибору.
4. При наличии оптических систем с использованием лазерного излучения и не только. Следует не допускать попадания лазерного луча в органы зрения.

Требование в соответствии с инструкцией перед началом работы

Перед началом работы необходимо соблюдать следующие правила:

- привести в порядок спецодежду, а именно халат и рукава на нем застегнуть, волосы убрать под облегающий головной убор;
- проверить исправность приборов на рабочем месте и наличие четких надписей на бутылках и склянках с реактивами;
- проверить освещение рабочего места.

Перед работой с электроприборами и электрооборудованием необходимо проверить:

- диэлектрические коврики – внешний вид которых не имеет дефектов в виде проколов, надрывов и трещин. Диэлектрические коврики должны быть чистыми и сухими;

- целостность изолирующих рукояток инструментов;
- наличие и целостность заземления (зануления) электрооборудования;
- наличие ограждений токоведущих частей электроустановки.

Требование в соответствии с инструкцией во время работы:

- во время работы необходимо выполнять только те задачи, которые поставлены преподавателем в соответствии с учебным планом;
- соблюдать правило перемещения в помещении;
- использовать лабораторное оборудование только по назначению;
- знать химические и физические свойства анализируемого материала, продуктов реакции, химических реактивов, особенно их токсичность, огнеопасность и взрывоопасность;
- уметь пользоваться первичными средствами пожаротушения;
- не приступать к работе с неизвестными веществами и химическими реактивами (на всех емкостях с химическими реактивами и химическими растворами должны быть этикетки с четкими надписями).

При работе с электрооборудованием в лабораториях студенту запрещается:

- прикасаться к открытым токоведущим частям и корпусам электрооборудования, кабелям, проводам;
- класть на электрические щитки, пульты управления, электрические машины и пускатели какие-либо предметы;
- вскрывать защитные кожуха пусковой аппаратуры и проникать за ограждения распределительных устройств.

При обнаружении повреждения электроприборов, электропроводки, распределительных устройств необходимо немедленно прекратить работу и сообщить о случившемся преподавателю либо инженеру (лаборанту) лаборатории.

Требование в соответствии с инструкцией в аварийных ситуациях

Во время работы могут возникнуть следующие аварийные ситуации:

- возникновение пожара, взрыва;
- поражение электрическим током;
- попадание кислоты или щелочи на кожу или в глаза;

- выделение или образование едких, ядовитых, огне- или взрывоопасных веществ.

При возникновении аварийной ситуации студент обязан прекратить работу, немедленно сообщить о случившемся либо инженеру (лаборанту) лаборатории.

Все помещения лаборатории должны соответствовать требованиям электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79, а так же пожаробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.004-91 [1] и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

Требование в соответствии с инструкцией по окончанию работы

После окончания работы необходимо выключить оборудование, а также удалить из помещения отходы горючих и огнеопасных веществ, отработанные жидкости (сливы), мусор, загрязненную ветошь, перекрыть общий газовый и водопроводный краны, отключить электропитание. Снять спецодежду, привести ее в порядок и убрать в шкаф. Тщательно вымыть лицо и руки с мылом или очищающей пастой.

Задания для выполнения лабораторной работы

1. Прохождения вводного инструктажа о соблюдении мер безопасности.
2. Освоить правила по технике безопасности перед началом работы, во время работы и по окончании работы.
3. Изучить все аспекты в области безопасной работы, в случаях аварийной ситуации.
4. Овладеть навыками безопасной работы с электрическим оборудованием в соответствии с ГОСТ 12.1.019-2017.
5. Овладеть навыками безопасной работы с вредными веществами в соответствии с ГОСТ 12.1.007-76.
6. Прохождение собеседования по вопросам техники безопасности.
7. Регистрация в журнале инструктажей.

Содержание отчета

Отчёт о выполнении лабораторной работы должен содержать наименование и цель работы, законспектированные правила поведения в научно-исследовательской лаборатории.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Перечислите правила работы с высокоточным оборудованием.

2. Какие жидкости относятся к легковоспламеняющимся? Перечислите правила работы с легковоспламеняющимися жидкостями.
3. Куда следует сливать агрессивные жидкости?
4. В соответствии с какими нормативными документами необходимо проверять степень работоспособности лабораторий?
5. Первая помощь при термических ожогах?
6. Первая помощь при отравлении химическими веществами?

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. ГОСТ 12.1.004-91. Пожарная безопасность. Общие требования.
2. ГОСТ 12.4.009-83. Система стандартов безопасности труда. ПОЖАРНАЯ ТЕХНИКА ДЛЯ ЗАЩИТЫ ОБЪЕКТОВ.
3. ГОСТ 12.1.019-2017. Система стандартов безопасности труда ЭЛЕКТРОБЕЗОПАСНОСТЬ. Общие требования и номенклатура видов защиты.
4. ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. ВРЕДНЫЕ ВЕЩЕСТВА. Классификация и общие требования безопасности. Основные виды. Размещение и обслуживание.

Лабораторная работа № 2

Технология подготовки сканирующих зондовых микроскопов *NTEGRA "Aura"*; *"Prima"*; "Максимум" к работе

Цели работы: изучение технологии подготовки сканирующих зондовых микроскопов *NTEGRA "Aura"*; *"Prima"*; "Максимум", к работе по методам атомно-силовой микроскопии (АСМ).

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: теоретические основы сканирующей зондовой микроскопии, основные компоненты сканирующего зондового микроскопа, виды датчиков, сканеры, Систему обратной связи и конструкцию СЗМ *NTEGRA "Aura"*; *"Prima"*; "Максимум".

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Владеть: навыками работы с методами сканирующего зондового микроскопа.

Теоретический материал

В данной лабораторной работе описаны основные операции, выполняемые при подготовке приборов СЗМ *NTEGRA "Aura"*; *"Prima"*; "Максимум", для изучения и анализа топологии поверхности, получаемых образцов.

Для детального исследования поверхности твердых тел существует много разнообразных методов. Микроскопия, как средство получения увеличенного изображения, зародилась еще XV в., когда впервые были изготовлены простые увеличительные стекла для изучения насекомых. В конце XVII в. Антони ван Левенгук изготовил оптический микроскоп, который позволял установить существование отдельных клеток, болезнетворных микробов и бактерий. Уже в XX веке были разработаны методы микроскопии с помощью электронных и ионных пучков.

Описанные выше методы основаны на облучении исследуемого объекта потоком частиц. В сканирующей зондовой микроскопии использован другой принцип - вместо зондирующих частиц в ней используется острый зонд. Образно выражаясь, если в оптическом микроскопе образец осматривается, то в СЗМ - ощупывается.

Другим важным принципом, отраженным в названии метода СЗМ, является принцип сканирования, т.е. получение информации об объекте исследования путем регистрации измеряемых сигналов в узлах растра.

Общим принципом всех видов (типов) СЗМ является поддержание постоянного уровня взаимодействия зонд-образец с помощью обратной связи. Система обратной связи формирует сигнал, который после усиления подается на пьезосканер. Таким образом, чтобы соответствующее перемещение образца (зонда) компенсировало возникающие изменения степени взаимодействия.

Этот сигнал, измеряющийся во время сканирования, интерпретируется как рельеф.

В основу работы СЗМ могут быть положены методы, основанные на разных типах взаимодействия между зондом и образцом. Важно, чтобы величина взаимодействия могла быть измерена, т.е. преобразована в электрический сигнал.

Необходимым условием также является резкая и монотонная зависимость такого сигнала от взаимного вертикального перемещения зонда и образца.

Таких методов довольно много. Наиболее широкое применение получили следующие методы СЗМ, отличающиеся природой взаимодействия между зондом и образцом: сканирующая туннельная микроскопия (СТМ), контактная атомно-силовая микроскопия (контактная АСМ), полуконтактная АСМ (в англоязычной литературе методика известна как *tapping, intermittent contact*). Реже используются «бесконтактная» АСМ, поперечно-силовая микроскопия, торсионно-силовая микроскопия. Есть и совсем экзотические методы, такие как электрохимическая СЗМ. Эти методы можно назвать базовыми.

Еще одной особенностью СЗМ является измерение других сигналов с датчиков. Такие сигналы, в отличие от сигнала, используемого в обратной связи, не поддерживаются постоянными во время сканирования, а их изменение отражает изменение свойств поверхности. Такие методы можно назвать измерительными. Например, МСМ (магнитно-силовая микроскопия), СЕМ (сканирующая емкостная микроскопия), модуляционная силовая микроскопия, сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия (СБОМ) и т.п.

Каждый такой метод может быть реализован только при использовании одной из базовых методик, которая обеспечивает взаимодействие зонда и образца или нахождение зонда на очень близком, строго контролируемом расстоянии от поверхности.

Задания для выполнения лабораторной работы

1. Подготовка сканирующего зондового микроскопа к работе с использованием методов АСМ, основные операции:

- электромеханическое конфигурирование;
- включение прибора;
- загрузка калибровочных параметров сканера;
- если используется эквивалент сканера переходите к п. «Подготовка к работе эквивалента сканера» и пропустите операции.

- если используется сканер с датчиками, переходите к п. «Подготовка к работе сканера с датчиками» и пропустите операции;

2. Подготовка прибора:

- подготовка прибора для конфигурации «Сканирование образцом»;
- подготовка прибора для конфигурации «Сканирование зондом».

3. Получение первого СЗМ изображение исследуемого образца.

Методика и порядок выполнения лабораторной работы

Сканирование образцом

В данном типе конфигурации:

1) Универсальная измерительная головка устанавливается на вспомогательный столик (рисунок 1). Кабель головки подключается к любому из двух разъемов **HEAD**, расположенных на базовом блоке прибора.

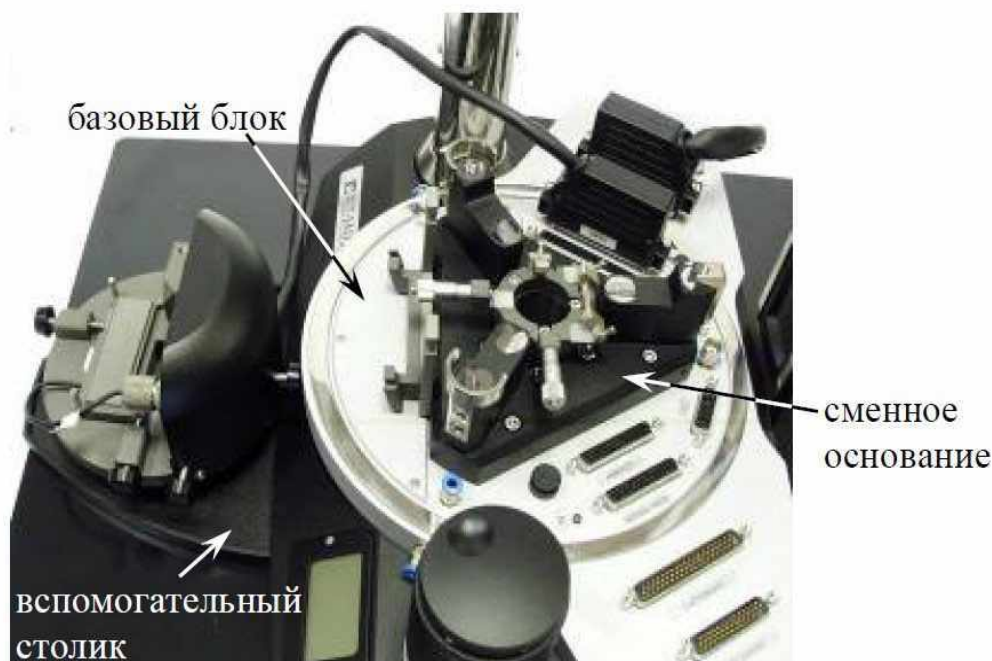


Рисунок 1 – Изображения сканирующего зондового микроскопа

2) Выбранный сканер вставляется в позиционер механизма подвода, расположенный на сменном основании базового блока представленного на рисунке 2.

3) Если используется сканер без датчиков, то разъем сканера присоединяется либо к разъему **SCANNER**, либо к разъему **SCAN+SENSOR**, расположенным на базовом блоке. Если используется сканер с датчиками, то разъем сканера присоединяется к разъему **SCAN+SENSOR**.



Рисунок 2 – Схема размещения сканера в позиционер механизма подвода, расположенный на сменном основании базового блока

Сканирование зондом

В данном типе конфигурации:

1. Сканирующая измерительная головка устанавливается на вспомогательный столик (рисунок 3). Кабель сканирующей измерительной головки с разъемом **HEAD** подключается к любому из двух разъемов **HEAD**, расположенных на базовом блоке прибора.

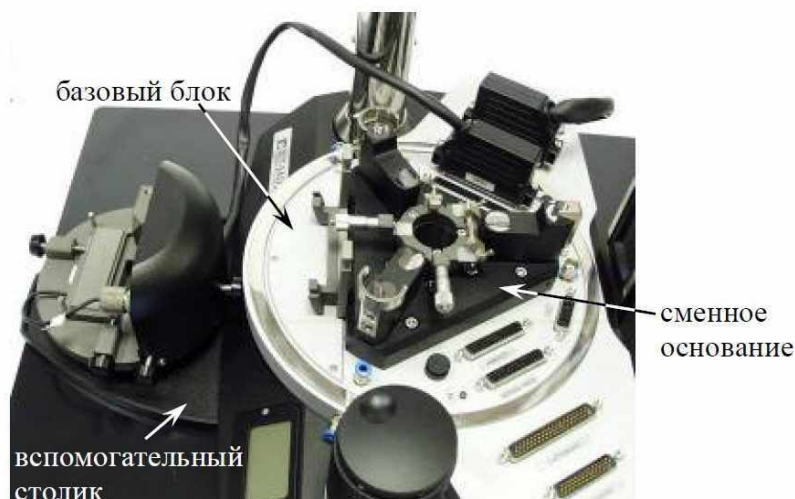


Рисунок 3 – Сканирующая измерительная головка устанавливается на вспомогательный столик

2. Если в сканирующей измерительной головке установлен сканер без датчиков, то кабель измерительной головки с разъемом **SCANNER** подключается либо к ответному разъему **SCANNER**, либо к разъему **SCAN+SENSOR** расположенным на базовом блоке прибора. Если используется сканер с датчиками, то разъем сканера подключается к разъему **SCAN+SENSOR**;

3. В позиционер вставляется каретка с держателем образца (рисунок 4).



Рисунок 4 – Установка держателя образца

Особенности подключения при работе с эквивалентом сканера

Если используется сканер без датчиков, то для улучшения качества измерений, может быть дополнительно установлен эквивалент сканера:

1. Эквивалент сканера помещается рядом с базовым блоком. Двухсторонний разъем эквивалента сканера подключается к разъему **CONTROLLER 2**, расположенному на базовом блоке прибора (рисунок 5);



Рисунок 5 – Расположение разъема **CONTROLLER 2** на базовом блоке прибора

2. Кабель контроллера эквивалента сканера подключается сверху к разъему эквивалента (рисунок 6).



Рисунок 6 – Подключение кабеля контроля эквивалента сканера

Отключение осей сканирования

При конфигурации «Двойное сканирование», сканирование может быть осуществлено в трех различных вариантах:

- с одновременным сканированием обоими сканерами по всем трём осям;
- с отключением сканирования по оси *Z* одного из сканеров;
- с отключением сканирования по осям *X, Y* одного из сканеров.

Отключение сканирования производится с помощью специальных адаптеров **Z-OFF** или **X,Y-OFF** (рисунок 7).



Рисунок 7 – Адаптеры для отключения сканирования по осям XY и Z

Для отключения сканирования по определенным осям подсоединение сканера производится через соответствующий адаптер.

Включение прибора

1. Запустите программу управления прибором. Запуск производится при помощи ярлыка программы, расположенного на рабочем столе. (Можно запустить программу при помощи файла ***NOVA.exe***, находящегося в директории программы).

В результате на экране монитора появится окно программы.

2. Включите ЗНЛ контроллер при помощи тумблера, расположенного на передней панели.

Если включение прошло успешно, то на экране монитора в левом нижнем углу появится зеленая «галочка».

3. Включите систему виброизоляции.

Загрузка калибровочных параметров сканера

При запуске программы по умолчанию загружается файл ***Default.par*** в котором, содержатся калибровочные параметры определенного сканера. Если в состав комплектации прибора входит один сканер, то в файле ***Default.par*** содержатся параметры именно этого сканера.

Если же в состав комплектации входят несколько сканеров, то изначально файл ***Default.par*** содержит параметры, соответствующие одному из них.

После смены сканера необходимо загрузить соответствующий ему ***PAR*** файл.

Процедура загрузки необходимого PAR файла

1. Нажать кнопку ***Settings*** в верхней строке (рисунок 8).

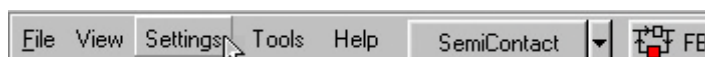


Рисунок 8 – Панель управления

2. В открывшемся меню выбрать ***Calibrations***, затем ***Load Calibrations*** (рисунок 9).

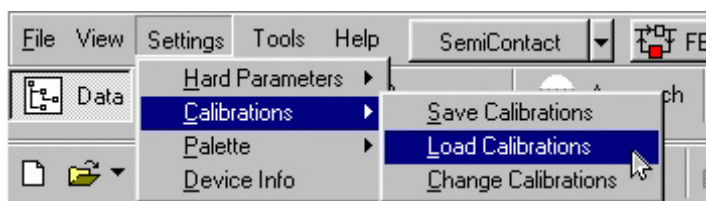
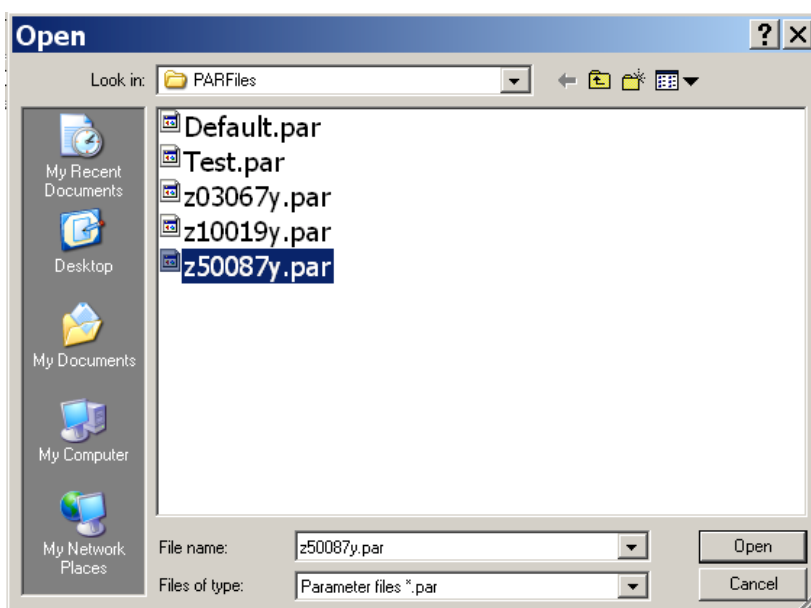


Рисунок 9 – Панель управления

3. В результате нажатия **Load Calibrations** откроется меню со списком **PAR** файлов, содержащихся в папке **PARFiles**, например как на рисунке 10. Названия файлов, соответствующих определенным сканерам начинаются на букву «z», первые две цифры после буквы «z» соответствуют размеру поля сканирования, три следующих это серийный номер сканера. В приведенном примере 10-микронному сканеру соответствует файл **z10019Y.par**, 50-микронному – файл **z50087Y.par**, 3-микронному – файл **z03067Y.par**.

Рисунок 10 – Меню со списком **PAR** файлов

4. В открывшемся списке **PAR** файлов выбрать необходимый файл. Например, если установлен 50-микронный сканер, то следует выбрать **z50087y.par**. После того как вы щелкнете мышью на выбранный файл, будет выполнена загрузка параметров выбранного файла. Прибор будет работать с данными параметрами до тех пор, пока вы не выйдете из программы. Однако после выхода из программы и повторной ее загрузке будут загружены параметры, содержащиеся в файле **Default.par**.

5. Если вы установили новый сканер и предполагаете с ним работать довольно значительное время, то можно сохранить его параметры в файле **Default.par**, для того чтобы при запуске программы автоматически загружались параметры установленного сканера. Для этого, после того как вы загрузили параметры вашего сканера (согласно изложенным выше пунктам 1-4) необходимо последовательно выбрать **Settings** □ **Calibrations** □ **Save Calibrations** (рисунок 11). В открывшемся меню сохранить файл как **Default.par** рисунок 12.

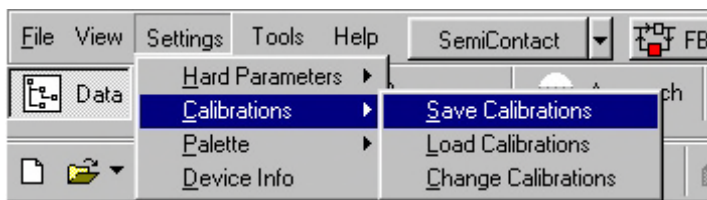


Рисунок 11 – Панель управления

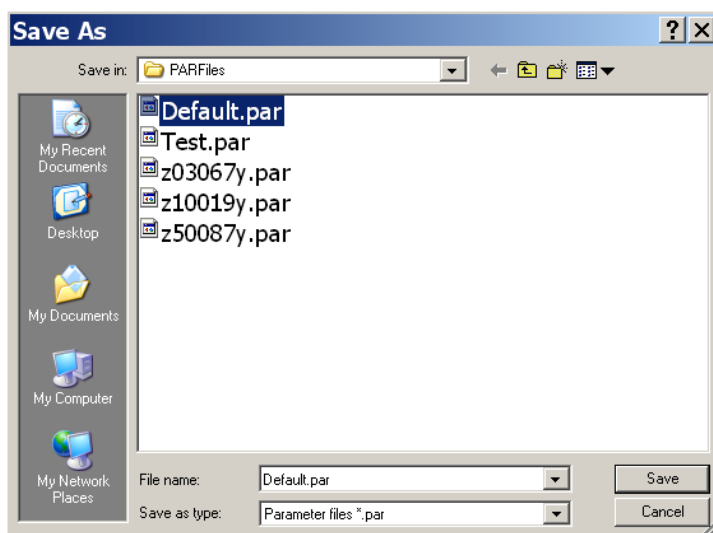


Рисунок 12 – Меню со списком **PAR** файлов

Подготовка к работе эквивалента сканера

В случае, если на вашем приборе установлены сканер без датчиков и эквивалент сканера, то для того, чтобы сканер работал в комбинации с эквивалентом необходимо выполнить следующие процедуры:

- подстройка емкостных датчиков эквивалента;
- программное включение эквивалента сканера.

Подстройка датчиков эквивалента сканера

ВНИМАНИЕ! Процедуру подстройки датчиков можно производить только в случае, когда зонд находится в отведенном от поверхности образца состоянии.

Процедуру подстройки датчиков эквивалента рекомендуется проводить примерно 1 раз в неделю.

Для подстройки датчиков эквивалента необходимо выполнить следующие действия:

1. Включить контроллер эквивалента сканера тумблером на его передней панели.
2. Выключить обратную связь, если она находится во включенном состоянии.
3. Открыть панель дополнительных устройств, используя кнопку **Additional Window**, расположенную в правом верхнем углу окна программы (рисунок 13).

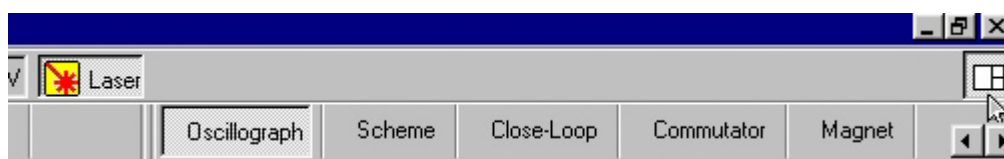


Рисунок 13 – Панель дополнительных услуг

4. Открыть панель настройки эквивалента посредством выбора **Close Loop** (рисунок 14).

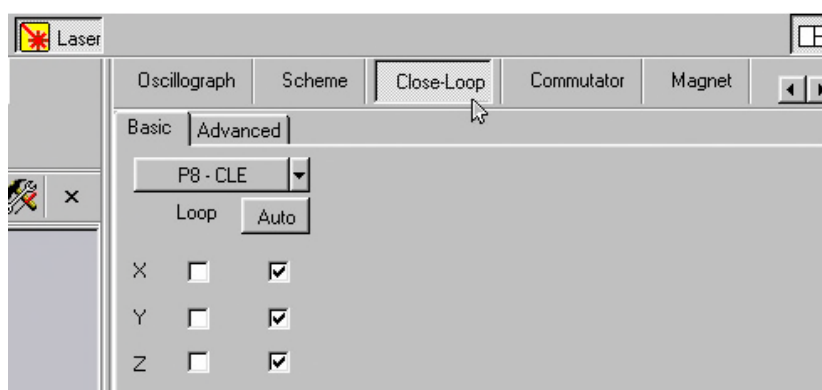


Рисунок 14 – Панель настройки эквивалента

5. На панели настройки эквивалента выбрать закладку **Basic** (рисунок 14).
6. Убедиться, что опции автоматической подстройки включены для **X, Y, Z** (выбраны галочки для **X, Y, Z** под кнопкой **Auto** как на рисунке 14).
7. Запустить процедуру подстройки датчиков посредством нажатия на кнопку **Auto** (рисунок 15).
8. После окончания процедуры кнопка **Auto** автоматически выключится.

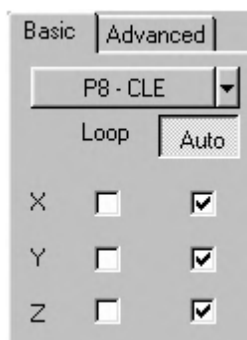


Рисунок 15 – Запуск процедуры подстройки датчиков

Программное включение эквивалента сканера

Для включения эквивалента необходимо:

1. Открыть панель дополнительных устройств, используя кнопку **Additional Window**, (рисунок 13).
2. Открыть панель настройки эквивалента посредством выбора **Close Loop** (рисунок 14), выбрать закладку **Basic** (рисунок 14).
3. Включить обратную связь для X и Y , проставив, галочки под заголовком **Loop** для X и Y , как это показано на рисунке 16. Соответственно, если убрать галочки то эквивалент выключится.

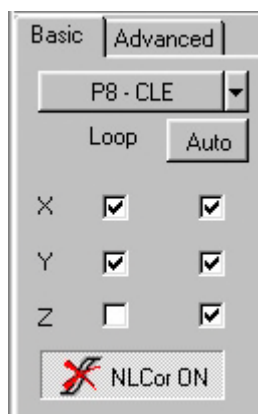


Рисунок 16 – Включение обратной связи для X и Y

4. После включения обратной связи по X и Y необходимо выключить нелинейную коррекцию сканера установив кнопку нелинейной коррекции в состояние **NLCor OFF**.

ВНИМАНИЕ! Соответственно, для выключения эквивалента необходимо включить обратную связь для X и Y , убрав, соответствующие галочки под заголовком

Loop. При этом, также необходимо включить нелинейную коррекцию (переключить кнопку нелинейной коррекции в состояние **NLCor ON**).

ВНИМАНИЕ! Процедуру включения эквивалента следует выполнять каждый раз после загрузки программы. Если ее не сделать, то прибор будет работать без эквивалента сканера.

Устранение генерации

Если качество АСМ-изображения при работе с эквивалентом хуже, чем без эквивалента, проверьте наличие «генерации».

Для проверки наличия генерации следует:

1. Открыть панель дополнительных устройств, используя кнопку **Additional Window**, расположенную в правом верхнем углу окна программы (рисунок 13), на открывшейся панели выбрать **Oscillograph** (рисунок 17).

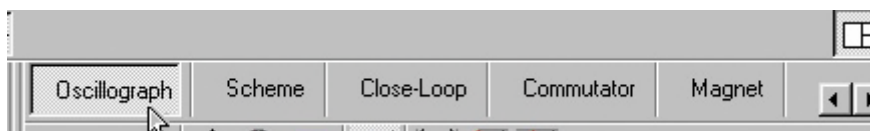


Рисунок 17 – Панель управления

2. В осциллографе, используя поле ввода сигнала, открыть меню сигналов и выбрать сигнал **X Sensor** (рисунок 18).

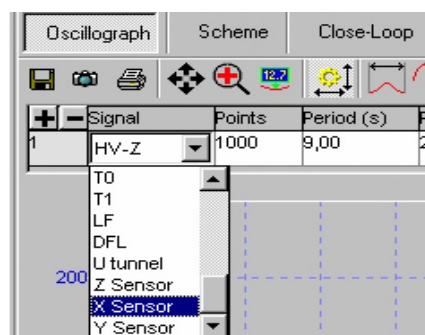


Рисунок 18 – Меню сигналов и выбор сигнала **X Sensor**

В результате на входе осциллографа будет установлен сигнал **X Sensor** (рисунок 19).

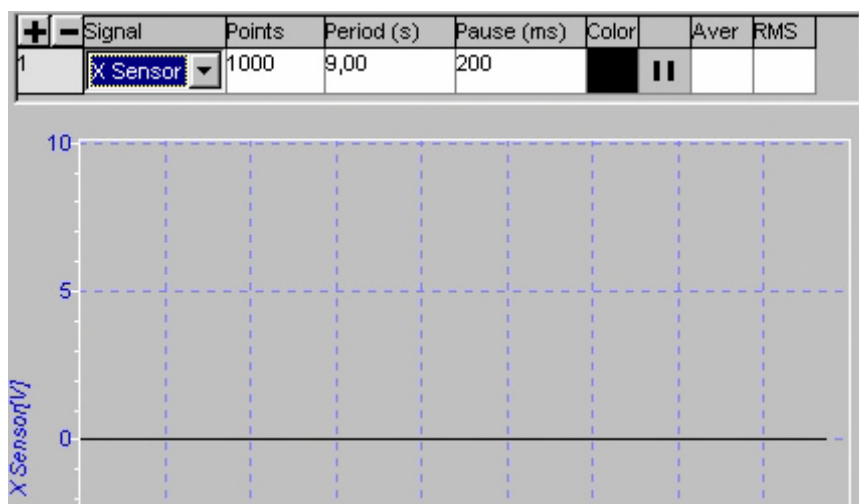


Рисунок 19 – Сигнал на входе осциллографа

3. Оценить величину амплитуды переменной составляющей сигнала *X Sensor*. Она должна быть не более 0.4 мВ.

4. Аналогичным образом установить на вход осциллографа сигнал *Y Sensor* и оценить его величину амплитуды переменной составляющей. Она так же не должна превышать 0.4 мВ.

Если величина амплитуды для сигналов *X Sensor* и *Y Sensor* превышает 0.4 мВ, то следует обратить внимание на условия, при которых работает прибор. Следует выявить и устранить возможные внешние источники шумов и помех, как электрические, так и механические и акустические. Проверить, что прибор заземлен, нет импульсных источников тока, которые могут создавать помехи на частотах несколько десятков кГц (желательно использовать сетевые фильтры). Проверить, что отсутствуют механические источники колебаний и вибраций (желательно использовать виброзащиту) и т. д.

Подготовка прибора для конфигурации «Сканирование образцом»

Общая процедура подготовки и установки измерительной головки состоит из следующей последовательности основных операций и процедур:

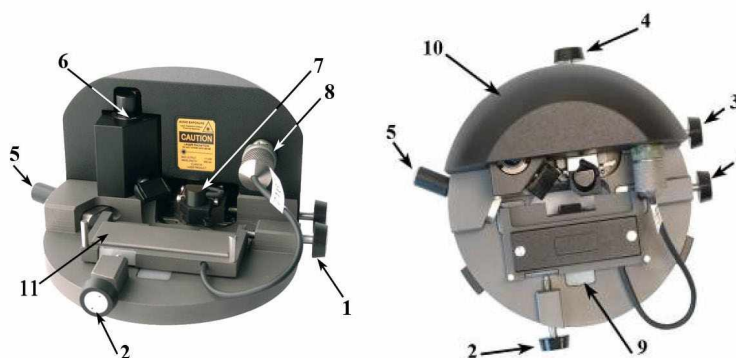
1. Начальная подготовка измерительной головки.
2. Установка зондового датчика.
3. Настройка оптической системы регистрации изгибов кантилевера.
4. Предварительная установка измерительной головки.
5. Установка образца.
6. Установка измерительной головки.

7. Установка защитного колпака.

Ниже приводится более подробное описание перечисленных выше основных операций и процедур.

Начальная подготовка универсальной измерительной головки

Основные элементы универсальной измерительной головки показаны на рисунке 20:



- 1,2 – винты X, Y перемещений юстировочного столика;
 3,4 – винты позиционирования фотодиода; 5 – ручка прижима; 6 – лазер;
 7 – четырехсекционный фотодиод; 8 – разъем для подключения столика; 9 – опорная площадка из поликора; 10 – корпус;
 11 – юстировочный столик

Рисунок 20 – Универсальная измерительная головка

1. Предполагается, что универсальная измерительная головка установлена на вспомогательном столике (вспомогательной платформе) и подключена к базовому блоку (рисунок 21);

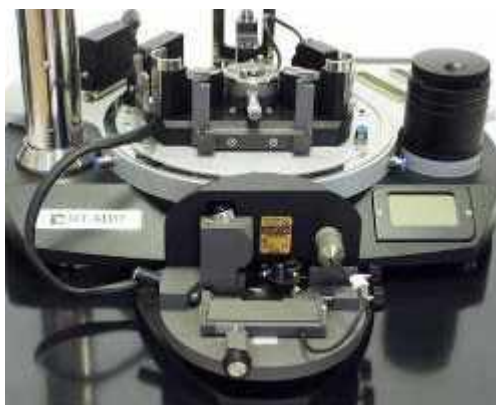


Рисунок 21 – Универсальная измерительная головка

2. Если юстировочный столик уже установлен на универсальной измерительной головке, и необходимо только установить или заменить зондовый датчик, то снимите столик с измерительной головки и поместите его, не отсоединяя разъем, рядом с измерительной головкой, как это показано на рисунке 22;



Рисунок 22 – Юстировочный столик

Для снятия столика с универсальной измерительной головки необходимо:

- отвести прижим 5 (рисунок 20), вращая винт прижима по часовой стрелке;
- снять столик;

3. Если юстировочный столик не установлен на измерительную головку, то:

- вы должны выбрать столик, необходимый для проведения ваших измерений;
- поместить столик в перевернутом положении рядом с измерительной головкой (рисунок 22);
- соединить разъем кабеля выбранного столика с разъемом на измерительной головке, предварительно открутив и сняв крышку разъема.

Установка зондового датчика

1. Отожмите пружину держателя зондового датчика. Для этого при помощи острого пинцета поверните вниз поворотный рычажок, расположенный на внешней стороне корпуса держателя (рисунок 23).



Рисунок 23 – Установка зондового датчика

2. Возьмите зондовый датчик из коробочки пинцетом (рисунок 24) с учётом того, что рабочая грань чипа с кантилеверами при установке будет обращена к Вам. Не переворачивайте чип, т. к. в коробочке зондовые датчики лежат остриями вверх.



Рисунок 24 – Зондовые датчики

3. Перенесите зондовый датчик на поликоровую подставку и поместите его слева от рабочего места (рисунок 25), которое находится в углу столика под прижимной пружиной.

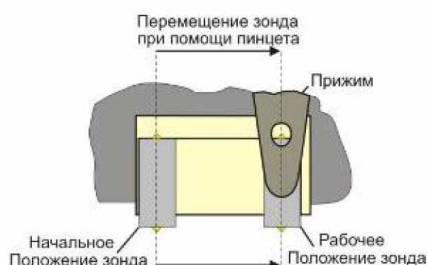


Рисунок 25 – Схема установки зондового датчика

4. Передвиньте зондовый датчик на рабочее место пинцетом (рисунок 26), как это схематически показано на рисунке 25. Рабочее положение зондового датчика показано на рисунок 27.

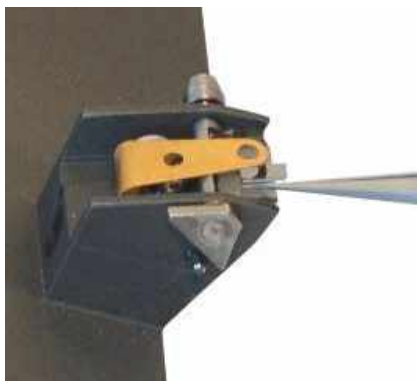


Рисунок 26 – Установки зондового датчика



Рисунок 27 – Установки зондового датчика

5. После установки зондового датчика на рабочее место зафиксируйте его прижимной пружиной. Для этого при помощи пинцета поверните рычажок в прижимное положение (рисунок 28).

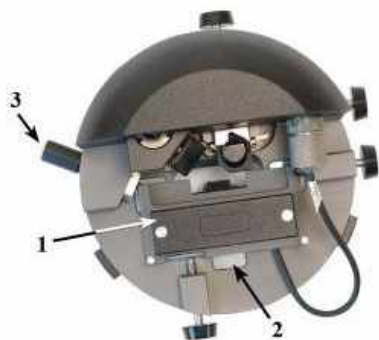


Рисунок 27 – Установки зондового датчика

6. Установите юстировочный столик в измерительную головку (рисунок 28).

При этом:

- освободите прижим 3 (рисунок 28), вращая его ручку против часовой стрелки;
- опорные шарики столика (рисунок 29) должны встать на опорные площадки из поликора (рисунок 28);



1 – юстировочный столик, 2 – опорная площадка из поликора,
3 – ручка прижима

Рисунок 28 – Установка юстировочного столика

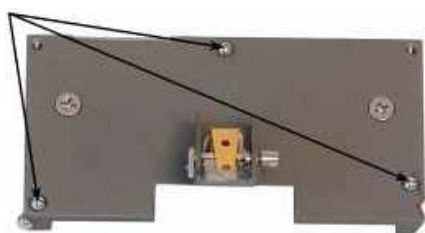


Рисунок 29 – Опорные шарики столика

Настройка оптической системы регистрации изгибов кантилевера зондовых микроскопов NTEGRA "Aura"; "Prima"; "Максимум"

Включение лазера

- Включение и выключение лазера производится при помощи кнопки **Laser**, расположенной справа в строке основных параметров (рисунок 30, кнопка находится во включенном положении).

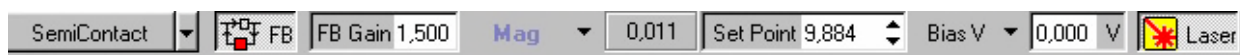


Рисунок 30 – Панель управления

- При загрузке программы по умолчанию кнопка **Laser** находится во включенном состоянии.

ВНИМАНИЕ! Избегайте попадания лазерного луча в глаза! (Класс безопасности используемого лазера предполагает, что попадание луча в глаз

безвредно для зрения в течении времени, которое соответствует естественной скорости реакции человека на раздражение (около 0.25 сек.). За это время человек успевает моргнуть и отвернуться. Длительное воздействие может вызвать кратковременное расстройство зрения).

Окно настройки оптической системы регистрации изгибов кантилевера

Для последующей настройки оптической системы откройте Окно настройки оптической системы посредством нажатия кнопки ***Aiming*** в строке операций;

Окно настройки оптической системы (рисунок 31) состоит из расположенного слева индикатора положения лазерного пятна относительно секций фотодиода и таблицы, в которой отображаются текущие значения сигналов фотодиода.

Отображаемые величины соответствуют следующим сигналам:

DFL разностному сигналу между верхней и нижней половинами фотодиода;

LF разностному сигналу между левой и правой половинами фотодиода;

Laser суммарному сигналу, поступающему со всех четырех секций фотодиода, и соответственно пропорциональному интенсивности лазерного излучения, отраженного от кантилевера.

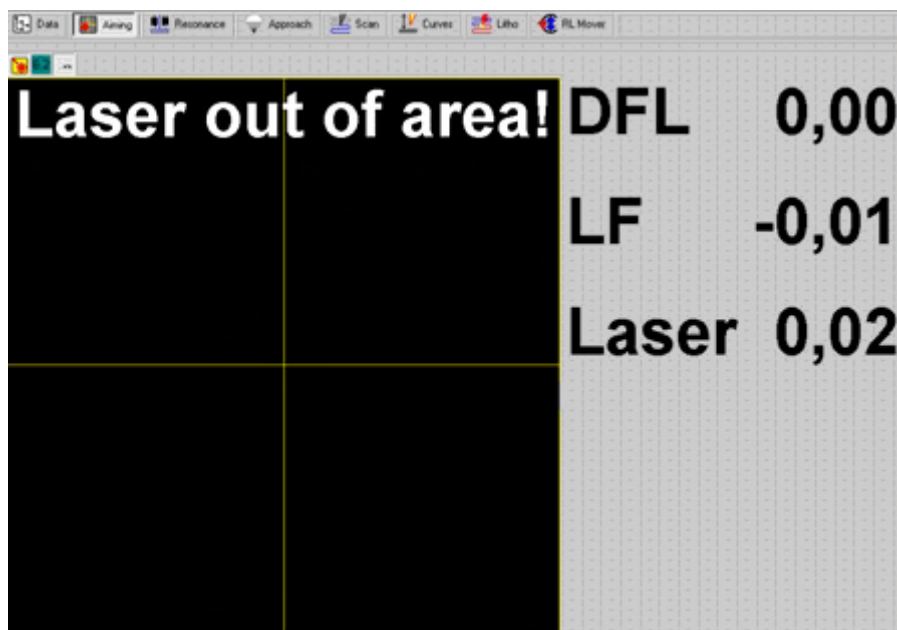


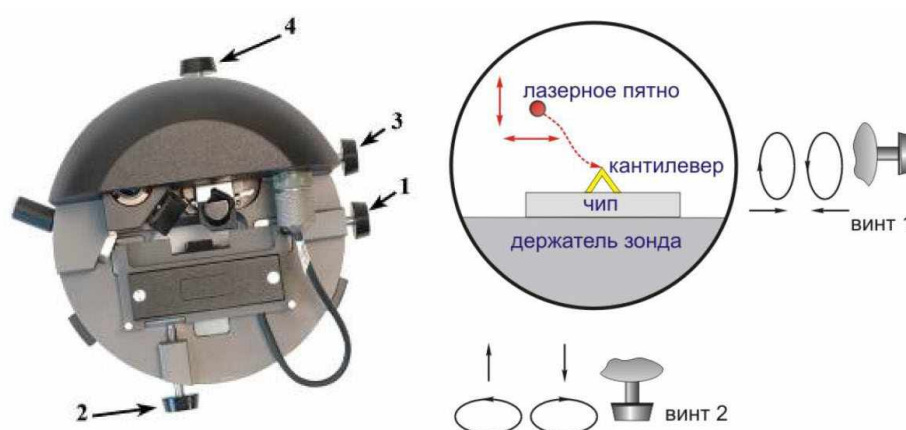
Рисунок 31 – Окно настройки оптической системы

Общая информация о наведении лазерного луча на кантилевер

Задача процедуры наведения лазерного луча на кантилевер состоит в том, чтобы навести лазерное пятно на кончик кантилевера, как это схематически показано на рисунке 32;

Конструкция универсальной измерительной головки такова, что зондовый датчик, установленный в держатель на юстировочном столике, может перемещаться относительно лазерного луча при помощи винтов перемещений юстировочного столика 1, 2 (рисунок 32). Именно в результате перемещения кантилевера относительно неподвижного луча и производится настройка лазера;

В дальнейшем для удобства мы будем говорить о «перемещении лазерного луча относительно кантилевера», о «наведении лазерного луча на кантилевер», однако при этом необходимо помнить, что реально луч неподвижен, а перемещается кантилевер



1, 2 – винты X, Y перемещений юстировочного столика; 3, 4 – винты позиционирования фотодиода

Рисунок 32 – Изображения настройки юстировочного столика

Наведение лазерного луча на кантилевер

При наведении лазерного луча предлагается придерживаться следующей последовательности действий:

1. Возьмите измерительную головку и приподнимите ее примерно на 10 – 15 см над листом бумаги, используя его в качестве экрана (рисунок 33).



Рисунок 33 – Наведение лазерного луча на кантилевер

Возможны три случая:

- а. Наблюдается неискаженное изображение лазерного пятна на экране (рисунок 34). Это означает, что лазерный луч не задевает ни кантилевер, ни чип зондового датчика;
- б. Наблюдается искаженное изображение пятна. Это означает, что луч частично задевает какой-нибудь элемент конструкции, либо кантилевер (рисунок 34). Следует заметить, что вид искажений может быть самым различным;
- с. На экране не наблюдается изображение пятна. Это означает, что луч попадает на чип (рисунок 34) или на держатель зондового датчика и не выходит из измерительной головки.

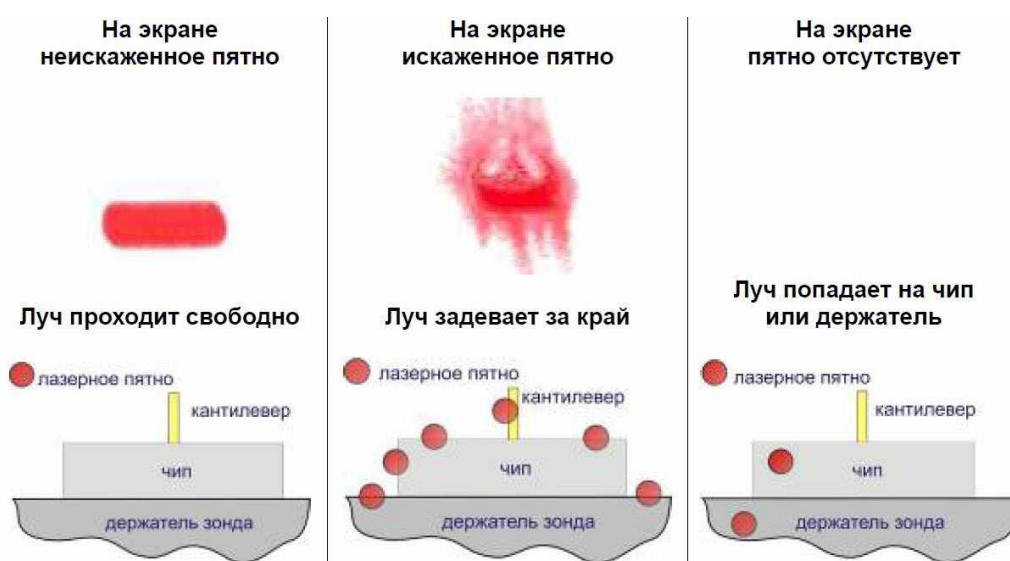


Рисунок 34 – Изображение лазерного пятна на экране

Кроме того, конструкция измерительной головки позволяет визуально наблюдать кантилевер и прилегающие к нему элементы конструкции. Таким образом, можно определить, где примерно находится лазерный луч.

Для наведения лазерного луча на кантилевер выполните следующие действия:

1. Вращением винта 2 (рисунок 32) добейтесь появления неискаженного лазерного пятна. В общем случае лазерное пятно окажется в положении 1;

2. Вращая винт 2, перемещайте луч перпендикулярно переднему краю чипа до тех пор, пока лазерное пятно не исказится.

3. Вращая винт 1, перемещайте луч параллельно переднему краю чипа.

Возможны два варианта:

а. Лазерное пятно движется по краю держателя: в этом случае при попадании на чип оно пропадет;

б. Лазерное пятно движется по краю чипа: в этом случае при попадании на кантилевер возникнет интерференционная картина (рисунок 35). Лазерный луч находится у основания кантилевера. Переместите его по направлению к кончику кантилевера. Лазерный луч наведен на кантилевер. Переходите к подстройке положения лазерного луча;

4. При исчезновении пятна вращайте винт 2, перемещая лазерный луч к торцу чипа до тех пор, пока не появится лазерное пятно. Теперь лазерный луч находится на краю чипа (положение 4);

5. Вращая винт 1, перемещайте луч по переднему краю чипа до появления интерференционной картины (рисунок 35). Лазерный луч находится у основания кантилевера;

6. Переместите лазерный луч по направлению к кончику кантилевера, вращая винты 1, 2.



Рисунок 35 – Изображение пятна при попадании лазерного луча на кантилевер

Подстройка положения лазерного луча

Обычно, как только удалось навести луч лазера на кантилевер, на индикаторе фотодиода появляются некоторые отличные от нуля показания (рисунок 36);

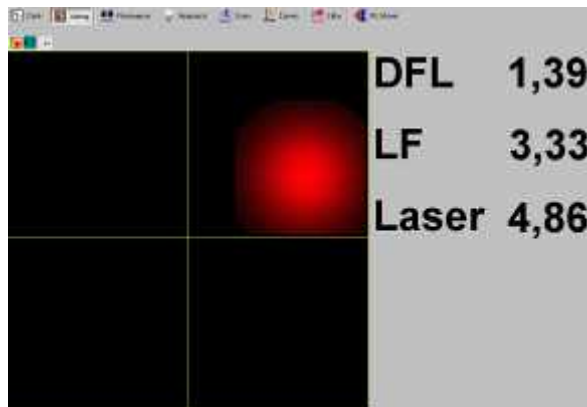


Рисунок 36 – Подстройка положения лазерного луча

После наведения лазерного луча на кантилевер следует выполнить более точное наведение лазерного луча на кончик кантилевера по величине суммарного сигнала фотодиода:

1. Используя винты перемещения юстировочного столика 1 и 2, чуть-чуть перемещая луч относительно кантилевера, настройтесь на максимальное значение суммарного сигнала фотодиода (***Laser***). Значение сигнала ***Laser*** должно находиться в диапазоне 20-50 нА;

2. Проверьте, что лазерный луч действительно попадает на кантилевер.

Характерным признаком того, что лазерный луч попадает на кантилевер является то, что при вращении винта 1, а также винта 2 сначала в одну сторону, затем в другую значение сигнала ***Laser*** уменьшается.

ВНИМАНИЕ! Максимальное значение сигнала ***Laser*** не всегда соответствует положению луча на кончике кантилевера. Подстройку положения лазерного луча можно, при необходимости, выполнить с помощью системы видеонаблюдения.

Настройка положения фотодиода при помощи индикатора сигналов фотодиода

При настройке необходимо так установить фотодиод относительно лазерного луча, чтобы последний, отражаясь от кантилевера, попадал в центральную часть фотодиода, одинаково освещая все четыре сегмента фотодиода;

Перемещение фотодиода осуществляется при помощи двух винтов позиционирования фотодиода 3 и 4, расположенных на измерительной головке. При этом винт 4 соответствует Y перемещениям фотодиода (продольно оси кантилевера), а винта 3 – X перемещениям фотодиода (поперек оси кантилевера);

Используя винты 3 и 4, необходимо световое пятно на индикаторе фотодиода вывести в центр (рисунок 37). При этом значения сигналов **DFL** и **LF** должны быть выведены в нуль, величина суммарного сигнала **Laser** должна оставаться достаточно большой.

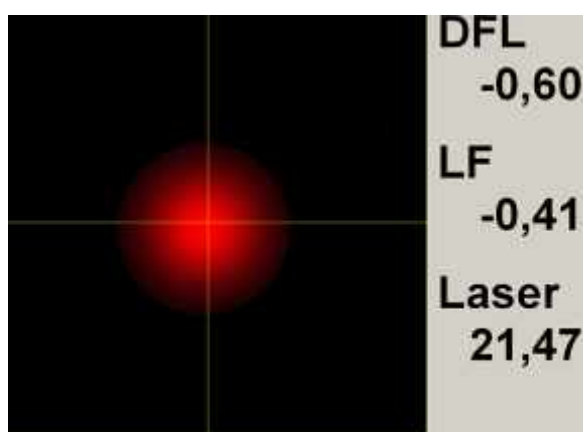


Рисунок 37 – Подстройка положения лазерного луча

Если какой-либо из этих сигналов при вращении соответствующего винта уменьшается до нуля, и при этом значение **Laser** также уменьшается, то необходимо этот винт вращать в противоположном направлении, при этом сигнал сначала будет увеличиваться, а затем снова уменьшится до нуля, сигнал **Laser** увеличится до прежнего значения, и далее останется на этом-же уровне.

Предварительная установка измерительной головки

После того, как произведена настройка положений юстировочного столика и фотодиода, а образец еще не установлен, рекомендуется выполнить предварительную установку измерительной головки.

Предварительная установка производится для того, чтобы:

- выставить измерительную головку относительно вертикальной оси сканера таким образом, чтобы зонд находился примерно на оси сканера;
- установить такое расстояние между зондом и предметным столиком, чтобы после последующей установки предполагаемого образца, между поверхностью образца и зондом осталось достаточное расстояние (не менее 1-2 мм).

Выполнение процедуры предварительной установки измерительной головки:

1. Установите измерительную головку опорами на посадочные гнезда сменного основания (рисунок 38) таким образом, чтобы низкая часть головки была обращена к оператору (рисунок 39);

ВНИМАНИЕ! Перед установкой измерительной головки необходимо оценить, каким будет расстояние между зондом и поверхностью держателя образца и убедиться, что это расстояние будет достаточным, чтобы избежать повреждения (не менее 2 – 3 мм). При необходимости, переместить держатель образца вниз при помощи ручки подвода (рисунок 39, ручка отмечена стрелкой 1).

2. Глядя сбоку и вращая в нужную сторону ручку ручного подвода (рисунок 39), переместите предметный столик относительно зонда в такое положение, чтобы после установки образца расстояние между поверхностью образца и зондом было не менее 2 мм;

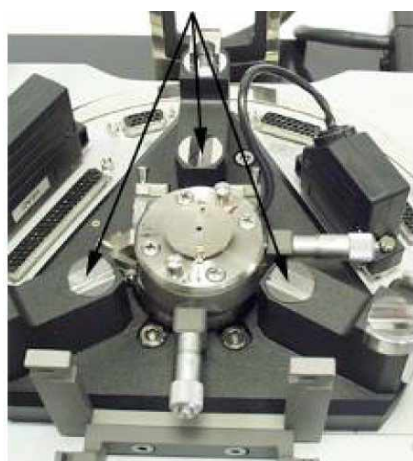


Рисунок 38 – Опорные гнезда



Рисунок 39 – Ручка подвода

3. Наблюдая сверху за положением кантилевера в горизонтальной плоскости, переместите сканер при помощи микровинтов позиционера таким образом, чтобы зонд находился примерно напротив центрального отверстия (рисунок 40) в предметном столике держателя образца, которое соответствует точке пересечения плоскости столика с продольной осью сканера;

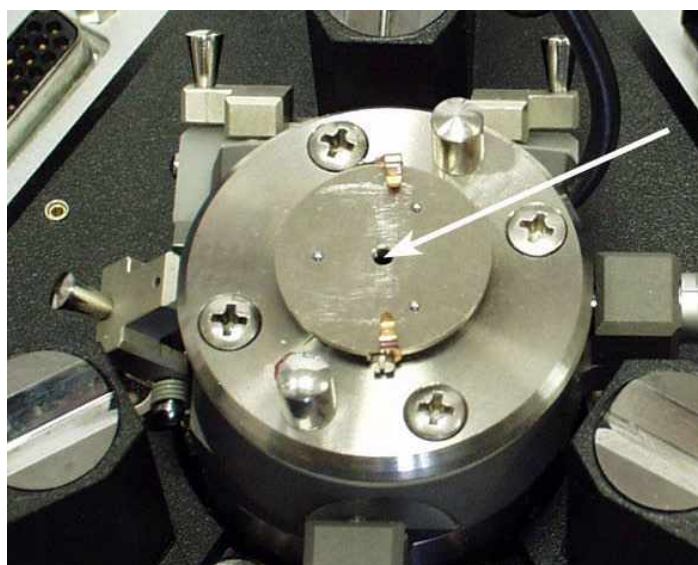


Рисунок 40 – Вертикальная ось сканера

ВНИМАНИЕ! Установка зонда на вертикальной оси сканера необходима для того, чтобы уменьшить паразитные наклоны поверхности, которые возникают при сканировании, если имеется некоторое смещение зонда относительно оси сканера.

4. После выполнения указанных выше процедур можно снять измерительную головку с базового блока, поставить на вспомогательный столик (вспомогательную платформу) и перейти к процедуре подготовки и установки образца.

Подготовка и установка образца

Случай использования сканера без датчиков

Прибор (в данной конфигурации) позволяет исследовать образцы с размерами до 40-50 мм при толщине до 10 мм.

Образцы крепятся на подложке, которая устанавливается на предметный столик держателя образца.

В качестве подложек для крепления образца рекомендуется использовать стандартную подложку (рисунок 41), которая изготовлена из поликристаллического сапфира и имеет размеры 24×19×0.5 мм.

Для закрепления образцов на подложке можно использовать двустороннюю липкую ленту.



Рисунок 41 – Стандартная подложка

Образцы, имеющие размеры более 10 – 15 мм рекомендуется закреплять на переходной подложке (рисунок 42). Можно также использовать стандартную подложку с наклеенной на нее переходной пластиной, толщиной около 2 мм. Толщина пластины должна быть достаточной, чтобы приподнять образец над прижимными клипсами предметного столика, а ширина должна быть меньше расстояния между ними. Соответственно, образец закрепляется на переходную пластину.

Если необходимо обеспечить электрическое соединение образца с элементами прибора (например, при исследовании проводящих образцов с применением методов электро-силовой микроскопии), рекомендуется использовать специальную подложку с пружинным контактом (рисунок 43).

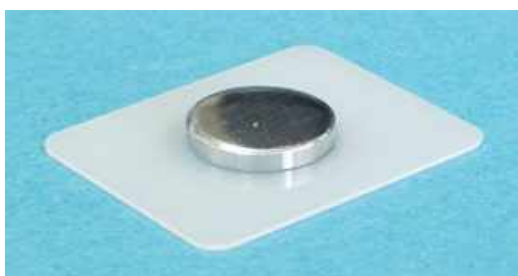


Рисунок 42 – Переходная подложка



Рисунок 43 – Специальная подложка с пружинным контактом

При использовании специальной подложки электрическое соединение образца с прибором обеспечивается пружинным контактом, который соединительным проводом со штекером подключается к соответствующему гнезду, находящемуся на базовом блоке. На базовом блоке имеются два гнезда (рисунок 44): универсальное гнездо 1 для подачи заданного напряжения смещения (BV) или заземления образца, а также гнездо заземления 2.

При установке образца на предметный столик подложка вдвигается сбоку под прижимные клипсы со стороны двух опорных шариков таким образом, чтобы клипсы прижимали подложку, а нижняя поверхность подложки опиралась на три опорных шарика (рисунок 45).



Рисунок 44 – 1 – Гнездо для подачи напряжения смещения; 2 – гнездо заземления

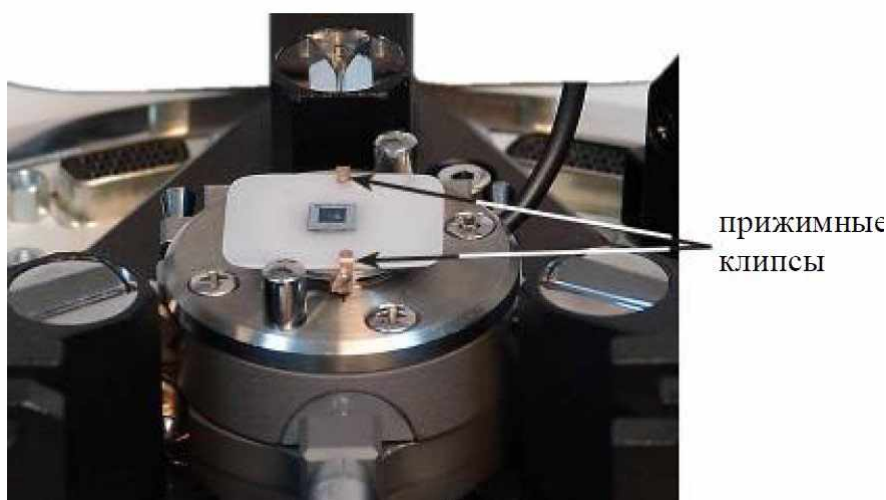


Рисунок 45 – Установка образца

Случай использования сканера с датчиками:

Предметный столик для сканеров с емкостными датчиками представляет собой ферромагнитный диск, который устанавливается на магнитный фиксатор, расположенный на сканере. Образец приклеивается к предметному столику при помощи двустороннего скотча.

Установка измерительной головки на базовый блок

1. Установите измерительную головку опорами в посадочные гнезда сменного основания. Напомним, что расстояние между зондом и поверхностью образца должно быть достаточным, чтобы избежать повреждения острия зонда (не менее 1.5 – 2 мм);
2. Используя ручку ручного подвода и глядя на прибор сбоку, вручную подведите образец на расстояние 0.5 – 1 мм к зонду;
3. Глядя сверху, убедитесь, что зонд находится в нужном месте относительно образца. Глядя сбоку, убедитесь, что зонд не заденет ничего при последующем подводе;
4. Проверьте настройку оптической системы регистрации изгибов кантилевера при помощи индикатора фотодиода и при необходимости произведите подстройку;
5. Заправьте кабель головки в держатель кабеля (рисунок 46).



Рисунок 46 – Заправьте кабель головки в держатель кабеля

Установка защитного колпака

Рекомендуется работать с колпаком в случаях:

- а. если необходимо получить высокое разрешение в плоскости XY или по Z ;

- b. при проведении температурных измерений;
- c. для защиты от перепадов температуры;
- d. для уменьшения уровня акустических шумов.

Для установки защитного колпака выполните следующие действия:

1. Поверните штатив для видеомикроскопа по часовой стрелке до упора;
2. Возьмите защитный колпак левой рукой за ручку 1 а правой за ручку 2 (рисунок 47).



1, 2 – ручки, 3 – пластиковые вставки

Рисунок 47 – Защитный колпак

3. Поднесите колпак к штативу так, чтобы пластиковые вставки на ручке 1 колпака (рисунок 47) упирались в штатив, а прорезь в ручке 2 была расположена над рамкой базового блока (рисунок 48). Наденьте колпак так, чтобы рамка попала в прорезь. При этом пластиковые вставки должны скользить по штативу;



Рисунок 48 – Установка колпака

Подготовка прибора для конфигурации «Сканирование зондом»

Общая процедура подготовки и установки сканирующей измерительной головки и образца состоит из следующей последовательности основных операций и процедур:

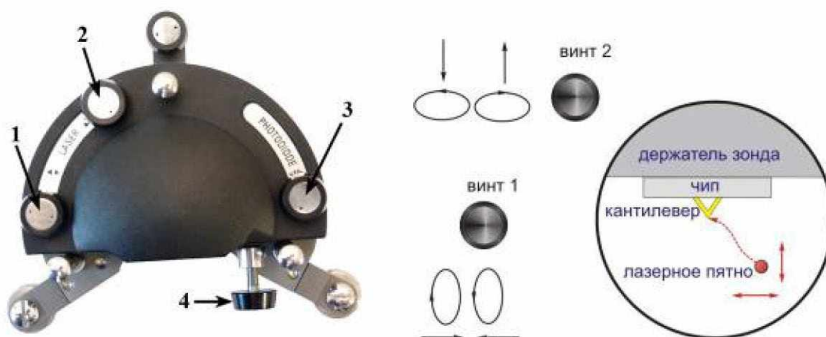
1. Запуск программы, включение прибора.
2. Установка зондового датчика;
3. Настройка оптической системы регистрации изгибов кантилевера;
4. Подготовка и установка образца;
5. Установка сканирующей измерительной головки.

Установка зондового датчика – в соответствии с выше, указанной методикой.

Настройка оптической системы регистрации изгибов кантилевера – в соответствии с выше, указанной методикой.

Общая информация о наведении лазерного луча на кантилевер

Лазерный луч фокусируется в некоторой точке, находящейся в той же плоскости, в которой расположен кантилевер. Лазерный луч можно передвигать относительно кантилевера в горизонтальной плоскости при помощи винтов позиционирования лазера 1 и 2 (рисунок 49).



- 1, 2 – винты позиционирования лазера;
3, 4 – винты позиционирования фотодиода

Рисунок 49 – Изображение сканирующей головки

Задача настройки состоит в том, чтобы в результате перемещения лазерного луча при помощи винтов 1 и 2 привести лазерное пятно на кончик кантилевера, как это схематически показано на рисунке 49.

В измерительной головке имеется специальное зеркало для визуального наблюдения кантилевера и исследуемого образца. Зеркало закреплено на основании измерительной головки рядом с держателем зонда. Наблюдение производится через отверстие в цилиндрическом наконечнике сканера в направлении оси, образующей угол около 30 градусов с горизонтальной плоскостью (плоскостью образца) (рисунок 50).



Рисунок 50 – Схема наведения лазерного луча на кантилевер

Процедура наведения лазерного луча на кантилевер – в соответствии с выше, указанной методикой.

Подстройка положения лазерного луча – в соответствии с выше, указанной методикой.

Подготовка и установка образца – в соответствии с выше, указанной методикой.

Прибор (в данной конфигурации) позволяет исследовать образцы, имеющие линейные размеры в плоскости до 100 мм и толщину до 15 мм (при использовании специальных опорных ног-винтов головки – до 50 мм).

Установка образцов небольших размеров – в соответствии с выше, указанной методикой.

Установка образцов больших размеров – устанавливается на атомно-силовой микроскоп конфигурации NTEGRA "Максимум".

Установка сканирующей измерительной головки – в соответствии с выше, указанной методикой.

Установка защитного колпака – в соответствии с выше, указанной методикой.

Содержание отчета

1. Отчет должен иметь титульный лист с указанием ФИО студента, номера группы и даты выполнения работы.
2. Название и цель работы.
3. Теория метода
4. Кратко, ход выполнения работы.
4. Описание полученных данных в ходе выполнения работы.
5. Выводы.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Назовите основные составляющие, изучаемого СЗМ оборудования и их назначение. Объясните принцип их работы.
2. Поясните принципы наведения лазерного луча на кантилевер в соответствии с разной конфигурацией приборов.
3. Поясните принципы подготовки и установки образца.
4. Назовите принципы работы оборудования с разной конфигурации.

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. Российская академия наук, Институт физики микроструктур. Нижний Новгород, 2007 – 110 с.
3. Маслова Н.С., Панов В.И.. Сканирующая туннельная микроскопия атомной структуры, электронных свойств и поверхностных химических реакций. УФН, 1989, т.157, вып.1, с.185.
4. Рыков С.А. Сканирующая зондовая микроскопия полупроводниковых материалов и наноструктур. СПб: Наука, 2001.

Лабораторная работа № 3

Подготовка и технология работы сканирующих зондовых микроскопов *NTEGRA* "Aura"; "Prima"; "Максимум", в полуконтактном режиме сканирования

Цели работы: изучение технологии подготовки сканирующих зондовых микроскопов *NTEGRA* "Aura"; "Prima"; "Максимум", к работе по методам атомно-силовой микроскопии в контактном режиме.

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: теоретические основы сканирующей зондовой микроскопии, основные компоненты сканирующего зондового микроскопа, виды датчиков, сканеры, Систему обратной связи и конструкцию СЗМ *NTEGRA* "Aura"; "Prima"; "Максимум".

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Владеть: навыками работы с методами сканирующего зондового микроскопа.

Теоретическая часть

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 (рисунок 4)).

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 $FPS(z(t))$ –

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:

$$z_0 < Q u_0.$$

Теория «полуконтактного» режима значительно сложнее теории бесконтактного режима, поскольку в этом случае уравнение, описывающее движение кантилевера, существенно нелинейно. Сила $F_{PS}(z(t))$ 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 [36-38]. 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:

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

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 A_0 , задаваемом оператором ($A_0 < A\omega$). 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.

Задания для выполнения лабораторной работы

1. Переключение прибора для работы по полуконтактному методу.
2. Установка рабочей частоты пьезогенератора.
3. Установка начального уровня сигнала *Mag*.
4. Подвод образца к зонду.
5. Установка рабочего уровня коэффициента усиления обратной связи.
6. Установка параметров сканирования.
7. Запуск сканирования.
8. Завершение работы.

Методика и порядок выполнения работы

Переключение прибора для работы по полуконтактному методу

Переключения прибора для работы по полуконтактному методу производится путем перевода кнопки выбора электронной конфигурации прибора (четвертая кнопка в главной строке) в состояние *SemiContact*.

Установка рабочей частоты пьезогенератора

1. Откройте окно *Resonance* посредством нажатия на кнопку *Resonance* в строке операций (рисунок 1);

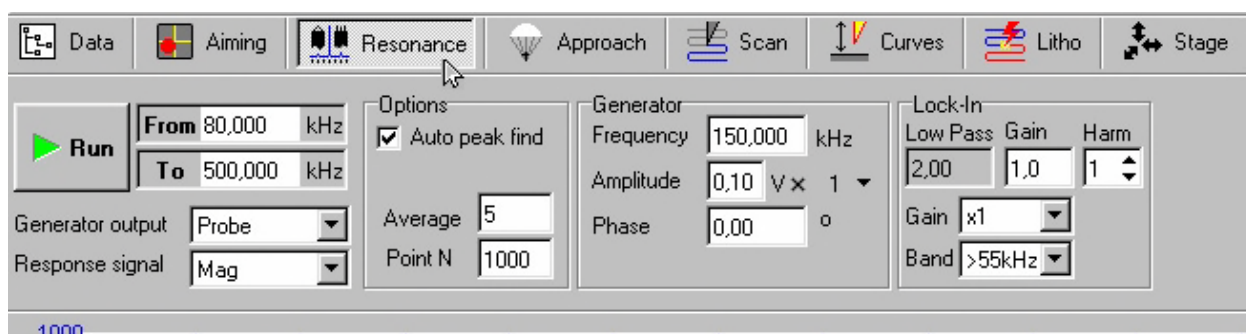


Рисунок 1 – Открытое окно *Resonance*

2. Проверьте состояние опции автоматической настройки частоты. Она должна быть включена, как это показано на рисунке 2;

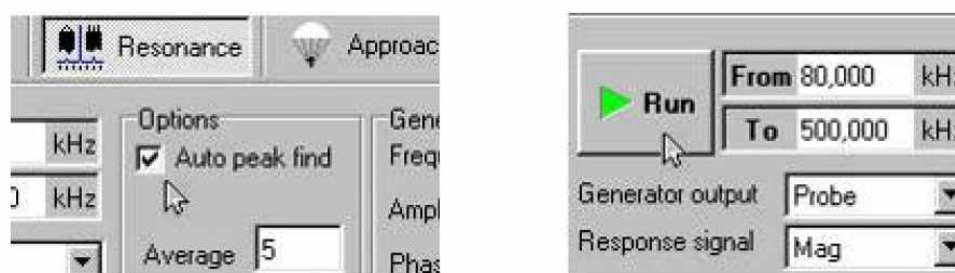


Рисунок 2 – Панель управления

3. Проверьте диапазон частот (*From, To*). Он должен включать резонансную частоту кантилевера.

4. Запустите процедуру автоматической настройки частоты посредством нажатия на кнопку **Run** (рисунок 2, рисунок 1).

В результате выполнения этой процедуры:

- будет измерена частотная зависимость амплитуды колебаний кантилевера (сигнала *Mag*);
- определена резонансная частота кантилевера;
- установлена рабочая частота пьезогенератора, равная резонансной частоте кантилевера;
- на осциллографе будет отображена частотная зависимость сигнала *Mag* вблизи максимума (рисунок 3).

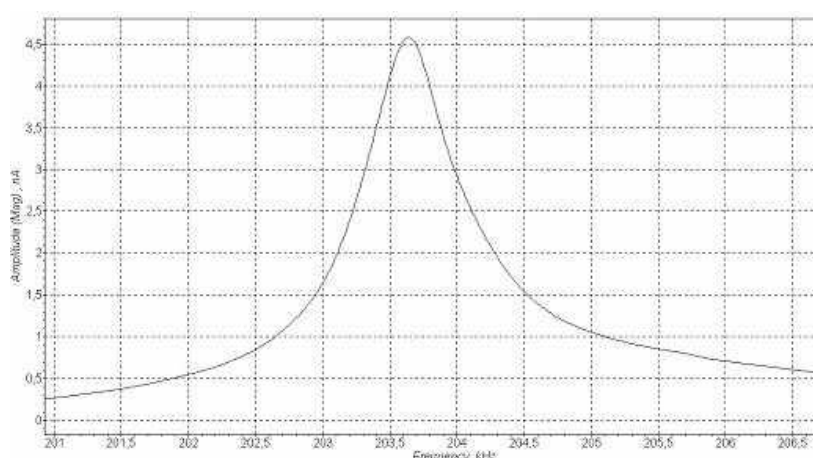


Рисунок 3 – Изображения частоты зависимости сигнала *Mag*

Обратите внимание на форму резонансной кривой, особенно в области ее пика. Если вид полученной зависимости (особенно в области пика) примерно соответствует зависимости, приведенной в качестве примера на рисунке 3 то можно считать, что автоматическая настройка прошла успешно. В этом случае можно перейти к выполнению следующей операции «Установка начального уровня сигнала *Mag*».

Обычно, в большинстве случаев автоматическая настройка проходит успешно, и резонансная кривая имеет достаточно хорошую форму.

Особые случаи

Может оказаться, что после выполнения процедуры автоматической установки частоты, резонансная кривая, отображаемая на осциллографе, имеет искаженную

форму пика. Эти искажения могут быть различными, например, резонансный пик может быть уширен как на рисунке 4 или иметь несколько локальных максимумов.

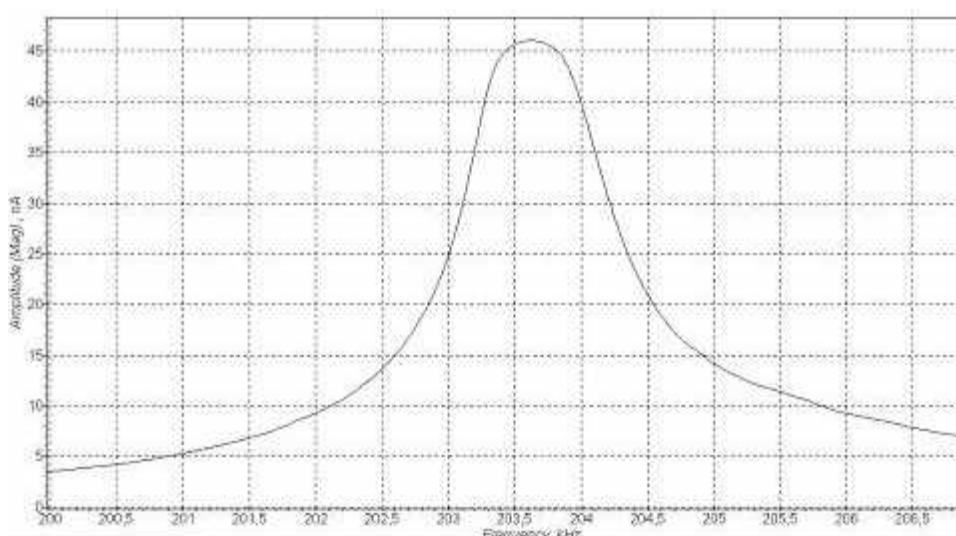


Рисунок 4 – Изображения частоты зависимости сигнала *Mag*

Искажения могут быть связаны, например, с тем, что кантилевер имеет слишком большую амплитуду колебаний (установлена слишком большая величина напряжения генератора), или установлен слишком большой коэффициент усиления (параметр **Gain** синхронного усилителя, параметр **Amp Gain** предусилителя) или оба из перечисленных факторов одновременно.

«Верхушка» резонансной кривой имеет искаженную форму, и если при этом значения в области максимума превышают 35 – 40 единиц

Если «верхушка» резонансной кривой имеет искаженную форму, и если при этом значения в области максимума превышают 35 – 40 единиц, например, как на рисунке 4, то необходимо уменьшить величину коэффициента усиления синхронного детектора (параметр **Gain**) или коэффициент усиления предусилителя (параметр **Amp Gain**) настолько, чтобы величина сигнала **Mag** уменьшилась до 20 – 25 единиц. (Параметр **Amp Gain** может иметь два значения: 1 или 10)

Чтобы сделать это необходимо:

1. Нажать дважды на кнопку коэффициента усиления синхронного детектора (рисунок 5), в результате откроется окно-регулятор параметра **Gain** (рисунок 5);

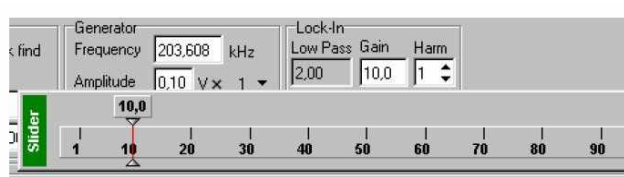
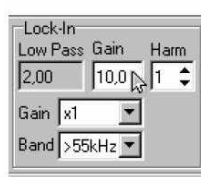


Рисунок 5 – Панель управления

2. Уменьшая при помощи регулятора величину параметра **Gain**, снизить величину сигнала **Mag** до 20 – 25 единиц, контролируя величину этого сигнала в окне-индикаторе сигнала обратной связи (рисунок 6);

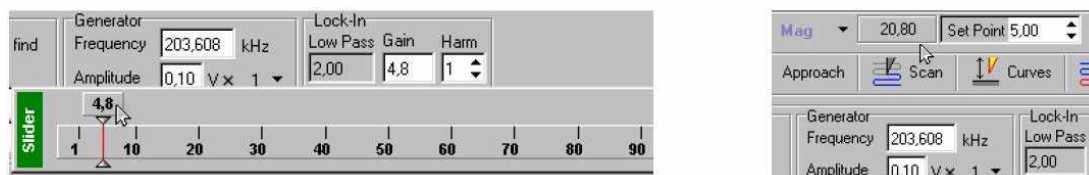


Рисунок 6 – Панель управления

3. После уменьшения сигнала **Mag** до 20 – 25 единиц повторно запустить процедуру автоматической настройки частоты путем нажатия на кнопку **Run**.

4. Если искажения резонансного пика исчезли, то перейти к следующей операции, в противном случае повторить действия 1 – 3 или переустановить зондовый датчик.

Резонансный пик имеет искаженную форму, и если при этом значения в области максимума менее 35 – 40 единиц

Если резонансный пик имеет искаженную форму, и если при этом значения в области максимума менее 35 – 40 единиц, как, например, на рисунке 7, то необходимо:

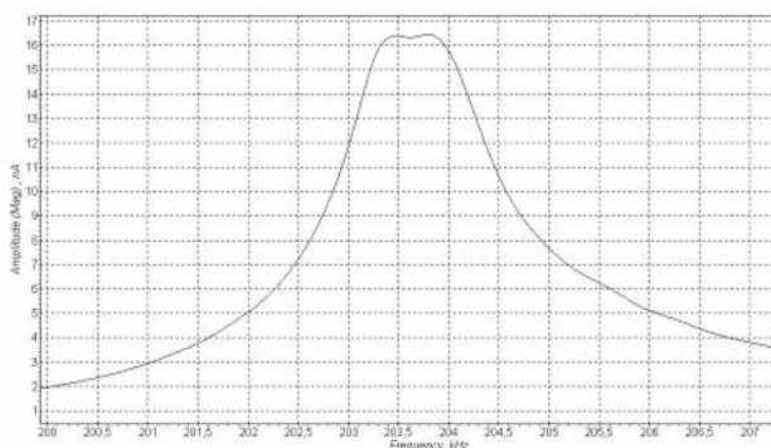


Рисунок 7 – Изображение резонансного пика

1. Уменьшить напряжение генератора. Для этого необходимо дважды нажать на кнопку-индикатор и при помощи открывшегося окна регулятора (рисунок 8) уменьшить в несколько раз параметр *Amplitude*.

2. Повторно запустить процедуру автоматической настройки частоты путем нажатия на кнопку *Run*.

3. Если искажения формы резонансного пика исчезли, то перейти к следующей операции («Установка начального уровня сигнала *Mag*»), в противном случае повторить действия 1 – 3 или переустановить зондовый датчик.

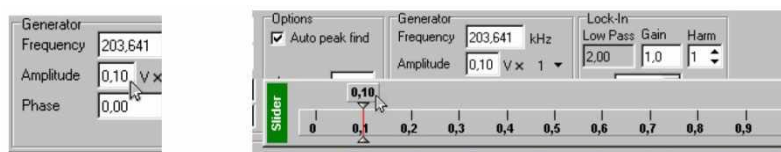


Рисунок 8 – Панель управления

*Установка начального уровня сигнала *Mag**

Начальный уровень сигнала *Mag* рекомендуется установить в интервале 20 – 25 единиц.

Установка уровня сигнала *Mag* производится путем регулировки напряжения генератора (посредством изменения параметра *Amplitude* и множителя делительно-усилительного каскада).

Регулировка начального уровня сигнала *Mag* посредством изменения напряжения генератора:

1. Откройте окно-регулятор параметра *Amplitude* дважды нажав на кнопку-индикатор напряжения генератора (рисунок 9)

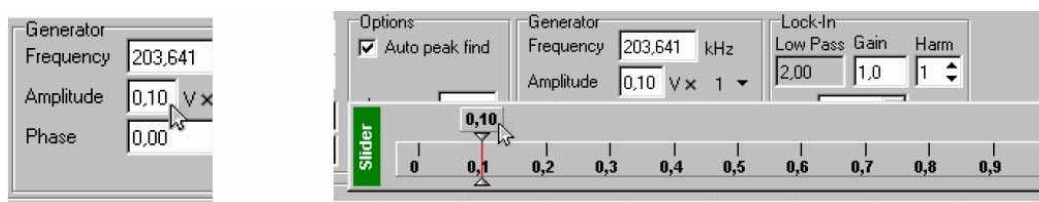


Рисунок 9 – Панель управления окно-регулятор параметра *Amplitude*

2. Изменяя при помощи регулятора величину параметра *Amplitude*, установите величину сигнала *Mag* равной 20 – 25 единицам, наблюдая за значением величины этого сигнала в окне-индикаторе сигнала обратной связи (рисунок 10). При необходимости можно переключать множитель усилительно- делительного каскада

генератора. Множитель находится рядом с кнопкой индикатором **Amplitude**, справа, и может иметь одно из трех состояний: 0.1, 1, 10.

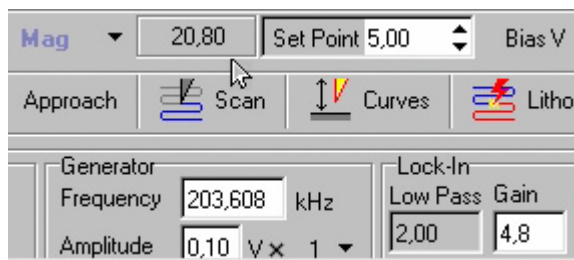


Рисунок 10 – Окно-индикатора сигнала обратной связи

ПРИМЕЧАНИЕ:

- Уровень сигнала **Mag** можно регулировать, изменяя коэффициент усиления (параметр **Gain** синхронного усилителя и параметр **Gain** предусилителя) и величину напряжения генератора (параметр **Amplitude**);
- Если регулировать уровень сигнала **Mag** посредством изменения коэффициента усиления при фиксированном напряжении генератора, то при этом амплитуда колебаний кантилевера будет оставаться фиксированной;
- Напротив, если регулировать уровень сигнала **Mag** посредством изменения напряжения генератора при фиксированном коэффициенте усиления, то при этом амплитуда колебаний кантилевера будет изменяться (линейно с изменением параметра **Amplitude**).

Подвод образца к зонду

1. Откройте окно **Approach** путем нажатия на кнопку **Approach** в строке операций;
2. Проверьте состояние опции автоматической установки параметра **Set Point**. Кнопка **Auto SetPoint** должна быть во включенном состоянии, как показано на рисунке 11.



Рисунок 11 – Параметр **Auto SetPoint**

3. Запустите процедуру подвода посредством нажатия на кнопку **Landing**.
В результате:

- Значение параметра **Set Point** будет автоматически установлено равным $\frac{1}{2}$ величине сигнала **Mag**;

- Включится обратная связь, и Z-пьезосканер выдвинется на максимальную величину. Выдвижение Z-сканера отобразится на аналоговом индикаторе удлинения сканера, который находится в нижнем левом углу главного окна программы (рисунок 12). Степень выдвижения сканера характеризуется длиной цветной полосы;

- Включится шаговый двигатель, который начинает перемещать сканер с образцом по направлению к зонду.

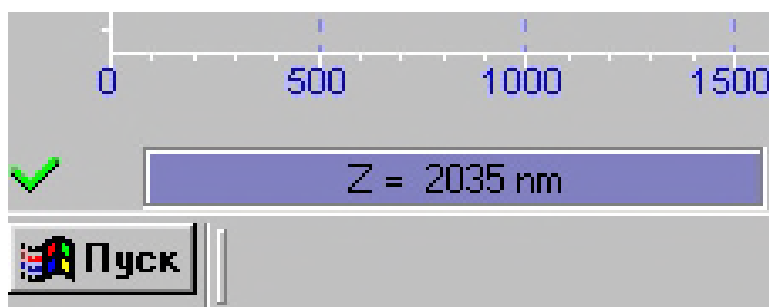


Рисунок 12 – Аналоговый индикатор Z-сканера

4. В процессе подвода следите за изменениями сигнала **Mag** в окне осциллографа и за состоянием индикатора выдвижения сканера и ждите окончания процесса подвода.

Через некоторое время, при правильной настройке параметров подвода, процедура подвода закончится и произойдет следующее:

- сигнал **Mag** уменьшится до значения параметра **Set Point**, обратная связь будет поддерживать Z-сканер в положении, при котором сигнал **Mag** равен **SetPoint**, причем это положение сканера будет соответствовать примерно половине диапазона выдвижения сканера;

- длина цветной полосы индикатора уменьшится и займет некоторое промежуточное положение (рисунок 13);

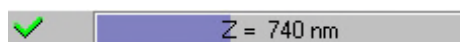


Рисунок 13 – Длина цветовой полосы индикатора

- шаговый двигатель остановится;

- уменьшение сигнала **Mag** до значения параметра **Set Point** будет отображено на зависимости **Mag (t)** на программном осциллографе (рисунок 14);

- на фоне окна осциллографа появится окошко с сообщением **OK** (рисунок 14).

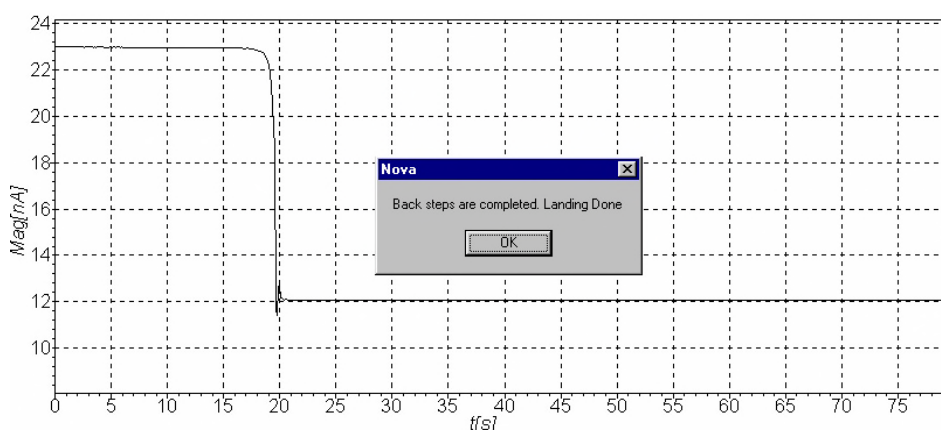


Рисунок 14 – Программный осциллограф

Далее следует нажать кнопку **OK** и перейти к выполнению следующего пункта (к пункту «Установка рабочего уровня коэффициента усиления обратной связи»).

Особые случаи:

- Может оказаться, что после того как произошло уменьшение сигнала **Mag** до значения параметра **Set Point** на зависимости **Mag(t)** наблюдается значительное увеличение переменной составляющей сигнала **Mag**. Это означает, что имеет место «генерация» в системе обратной связи из-за слишком большого коэффициента усиления (параметр **FB Gain**).

- В этом случае необходимо уменьшить величину параметра **FB Gain** до 0.5 – 0.7 от порогового. Регулировка параметра **FB Gain** рассматривается в пункте «Установка рабочего уровня коэффициента усиления обратной связи».

Установка рабочего уровня коэффициента усиления обратной связи

Чем больше величина коэффициента усиления (параметр **FB Gain**), тем больше скорость отработки обратной связи. Однако при достаточно большой величине коэффициента усиления (назовем ее пороговой), режим работы следящей системы становится неустойчивым и начинается «генерация». Это проявляется как появление значительной переменной составляющей сигнала **Mag**.

Для устойчивой работы рекомендуется устанавливать уровень коэффициента усиления не более 0.6 – 0.7 от порогового значения, при котором начинается «генерация». Регулировка коэффициента усиления производится посредством кнопки-индикатора **FB Gain**.

Для установки рабочего уровня коэффициента усиления обратной связи:

- Откройте окно с регулятором **FB Gain** путем нажатия кнопки **FB Gain**, находящейся в главной строке программы (рисунок 15). Увеличивая величину **FB Gain**, следите за уровнем сигнала **Mag** при помощи программного осциллографа.

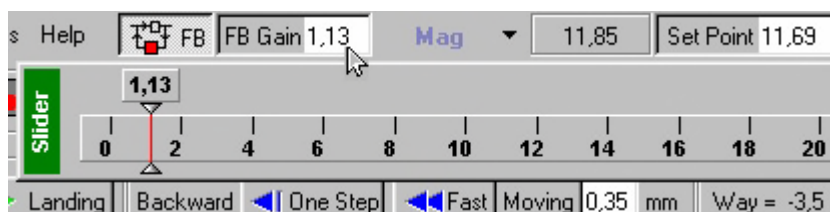


Рисунок 15 – Панель управления

- Определите значение коэффициента **FB Gain**, при котором начинается генерация. Начало генерации регистрируется по резкому увеличению переменной составляющей сигнала **Mag** (рисунок 16).

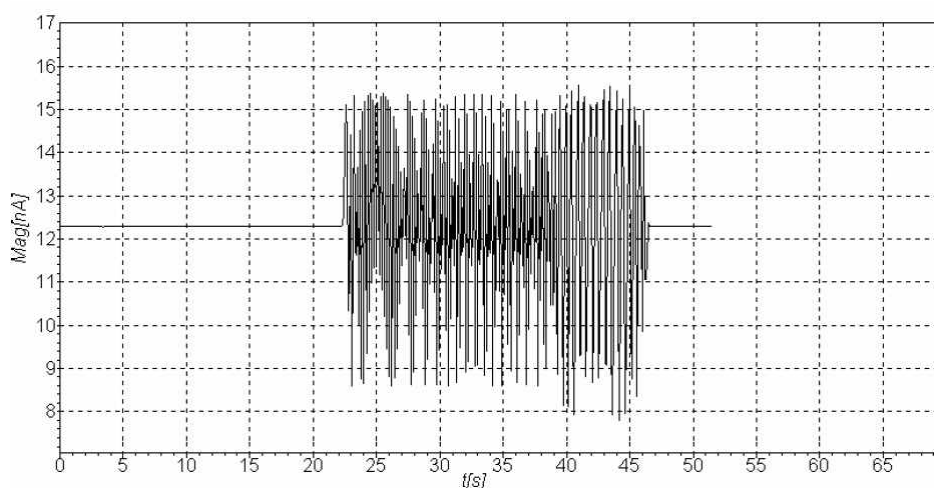


Рисунок 16 – Значение коэффициента **FB Gain**, при котором начинается генерация

- Уменьшая параметр **FB Gain**, установите в качестве рабочей величины значение равное 0.6-0.7 от значения коэффициента усиления **FB Gain**, при котором начинается генерация сигнала **Mag**.

Замечание: Иногда после подвода зонда возникает неустойчивый режим работы системы обратной связи типа «генерации», которую не удастся устранить путем уменьшения величины коэффициента усиления **FB Gain**. Этот тип неустойчивости связан с эффектом «залипания». Данный тип неустойчивости обычно можно устранить в результате увеличения амплитуды колебаний кантилевера. Для этого необходимо выключить обратную связь, увеличить амплитуду колебаний кантилевера (величину параметра **Amplitude**) и величину параметра **Set Point** примерно на 30%, затем вновь включить обратную связь.

Установка параметров сканирования

Откройте окно **SCAN** посредством нажатия на кнопку **Scan** в строке операций.

В верхней части окна **SCAN** находится меню параметров сканирования, состоящее из трех строк. Под ним находится осциллограф, в котором при сканировании будет построчно отражаться измеряемый сигнал. Под осциллографом находится окно, в котором будет отображаться сканируемое изображение.

Установка рабочего СЗМ метода

По умолчанию, в качестве рабочего СЗМ метода автоматически устанавливается полуконтактный метод – **Semicontact Topography**, что отображается в окне **Mode** (рисунок 17), расположенном в первой строке окна **SCAN**.

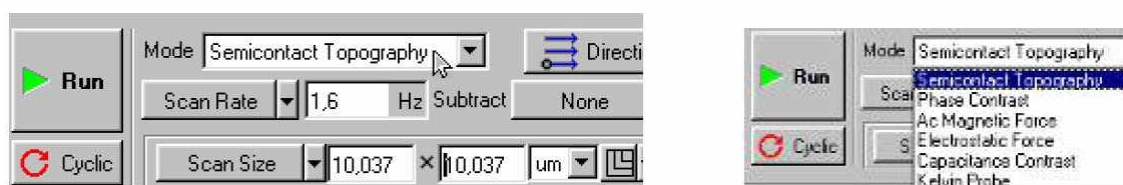


Рисунок 17 – Панель управления

ПРИМЕЧАНИЕ: При необходимости можно установить любой СЗМ метод, совместимый с поддержанием системой обратной связи амплитуды полуконтактных колебаний зондового датчика, например, Метод Отображения Фазы – *Phase Contrast*. Для этого необходимо нажать на окно-индикатор выбора СЗМ методов (рисунок 17) и в открывшемся меню выбрать необходимый рабочий метод. Соответственно, при этом автоматически будут выполнены соответствующие переключения в приборе, необходимые для реализации выбранного метода.

Установка размера сканированного изображения, числа точек, шага сканирования

Параметры **Scan Size** (размер сканированного изображения), **Point Number** (число точек по осям *X* и *Y*), **Step Size** (шаг сканирования) можно изменять при помощи кнопки выбора параметра, на которой отображается выбранный параметр, и расположенных рядом окон-индикаторов, в которых отображается текущее значение установленного параметра (рисунок 18, на приведенном примере выбран параметр **Scan Size**).



Рисунок 18 – Панель управления

Для установки необходимого параметра следует нажать на кнопку выбора параметра и в открывшемся меню выбрать соответствующий параметр. Для изменения величины параметра необходимо дважды нажать на соответствующее окно-индикатор и при помощи открывшегося окна-регулятора установить необходимое значение. Значение параметра можно также изменять непосредственно в окне индикатора, вводя и редактируя необходимые цифры при помощи клавиатуры.

Установка размера области сканирования (параметр *Scan Size*)

По умолчанию, автоматически устанавливается максимальное значение параметра ***Scan Size*** (соответственно, в случае 10 – микронного сканера – 10×10 мкм², как это показано на примере рисунке 18; в случае 50 – микронного сканера – 50×50 мкм²; для 3-х микронного сканера – 3×3 мкм²).

Отличный от максимального размер области сканирования устанавливается при помощи кнопки выбора соответствующего параметра и окна индикатора его величины, как это изложено выше.

ПРИМЕЧАНИЕ: Относительно выбора начального размера скана:

Каким следует установить начальный размер скана? Ответ на этот вопрос зависит от свойств образца, а также от целей и задач, которые необходимо решить:

- Если о свойствах поверхности образца имеется некоторая предварительная информация, и есть уверенность в том, что перепад высот ожидаемого рельефа не выходит за пределы z – диапазона сканера, можно установить максимальное поле сканирования.

- В случае образца, о свойствах поверхности которого ничего не известно, рекомендуется начинать сканирование с области, имеющей небольшие размеры, например, около $0.5 \div 1$ мкм. По результатам сканирования небольшой области можно подобрать и установить оптимальные значения таких параметров, как скорость сканирования, ***Set Point, FB Gain***. Затем можно увеличить область сканирования.

Установка параметра *Point Number* (число точек по осям X и Y)

По умолчанию значение параметра ***Point Number*** (число точек по осям *X* и *Y*) автоматически устанавливается равным 256×256 .

При необходимости эта величина, как и размер области сканирования, может быть изменена.

Шаг сканирования (параметр *Step Size*)

При установленных размерах области сканирования (параметр ***Scan Size***) и числе точек сканирования (параметр ***Point Number***) шаг сканирования (параметр ***Step Size***) устанавливается автоматически в соответствии с заданными параметрами ***Scan Size*** и ***Point Number***.

При изменении параметра ***Step Size*** в соответствии с этим изменением, автоматически изменится величина параметра ***Scan Size***, а величина параметра ***Point Number*** останется той же самой.

Установка параметров сканирования: скорость сканирования

Рекомендуется установить частоту сканирования строк (параметр ***Scan Rate***) в пределах 0.5 – 2 Гц. Именно в этих пределах частота сканирования устанавливается автоматически при запуске программы и происходящей при этом загрузке стандартных параметров.

При необходимости частоту сканирования (скорость сканирования) можно изменять при помощи кнопки выбора параметра сканирования и расположенного рядом окна-индикатора

ПРИМЕЧАНИЕ: Каким образом изменять скорость сканирования:

- Скорость сканирования можно изменять посредством изменения любого из четырех временных параметров: ***Scan Rate*** – частоты сканирования строк, ***Velocity*** – скорости сканирования строки, ***Scan time*** – времени сканирования скана и ***Time/point*** – времени, приходящегося на одну точку скана;
- Кнопка выбора временного параметра находится в третьей строке окна ***SCAN***, рядом с кнопкой ***Cyclic***, соответственно, на ней отображается выбранный параметр. Для установки необходимого параметра следует нажать на данную кнопку и в открывшемся меню выбрать необходимый параметр.

Рядом с кнопкой выбора находится окно-индикатор, в котором отображается текущее значение установленного параметра. При двукратном нажатии на это окно-индикатор открывается окно-регулятор, при помощи которого можно изменять значение выбранного параметра. Значение параметра можно также изменять

непосредственно в окне-индикаторе, вводя и редактируя необходимые цифры при помощи клавиатуры.

Сканирование

В качестве примера рассмотрим процесс сканирования на образце типа прямоугольной решетки (стандартная решетка *TGZ-1*, шаг 3 мкм, высота ступенек 19 нм).

Запуск сканирования

После того как выполнены подготовительные операции, произведен подвод зонда к образцу, выбрана рабочая точка, установлены параметры сканирования, можно начинать сканирование поверхности образца.

Для запуска сканирования необходимо нажать кнопку **Run**, расположенную в окне **SCAN** слева вверху.

После нажатия кнопки **Run**:

- Начнется построчное сканирование зондом поверхности образца и в окне изображения, строчка за строчкой, начнет появляться изображение сканируемой поверхности (рисунок 19), на нашем примере изображение прямоугольной решетки;

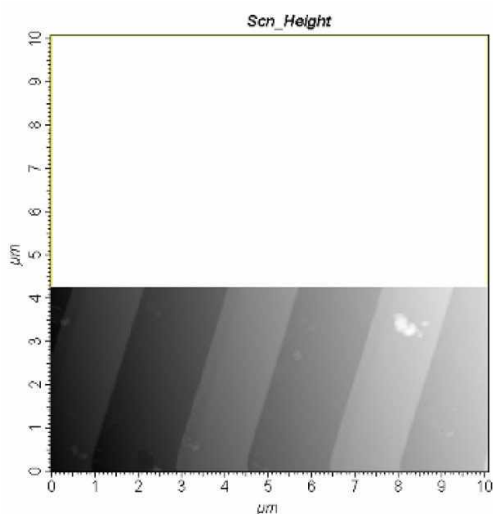


Рисунок 19 – Изображение сканируемой поверхности

- В окне осциллографа будет отображаться поочередно рельеф каждой сканируемой линии (рисунок 20).

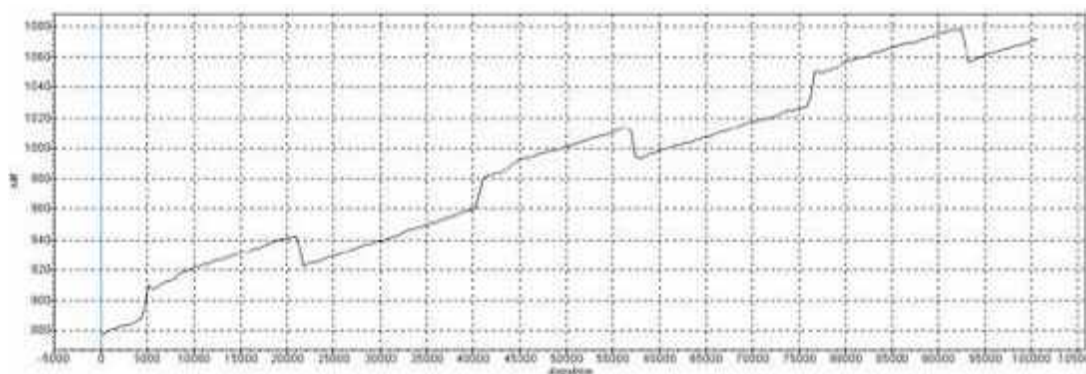


Рисунок 20 – Окно осциллографа отображающие поочередно рельеф каждой сканируемой линии

- В меню окна *SCAN* некоторые кнопки исчезнут, и появится ряд новых кнопок: *Pause, Restart, Stop*.

Если по какой-либо причине необходимо прекратить сканирование, достаточно нажать на кнопку *Stop*.

Изменение параметров в процессе сканирования

Вычитание наклона

На приведенном выше примере видно, что образец имеет некоторый наклон по оси *X*.

Наклон можно вычесть непосредственно в процессе сканирования, используя кнопку *Subtract*. По умолчанию она находится в состоянии *None*.

Если нажать на эту кнопку и установить ее в положение *Plane*, то будет выполнено вычитание средней плоскости из всей отсканированной области и изображение, которое до этой процедуры имело вид как на рисунке 19, будет иметь вид примерно как на рисунке 21.

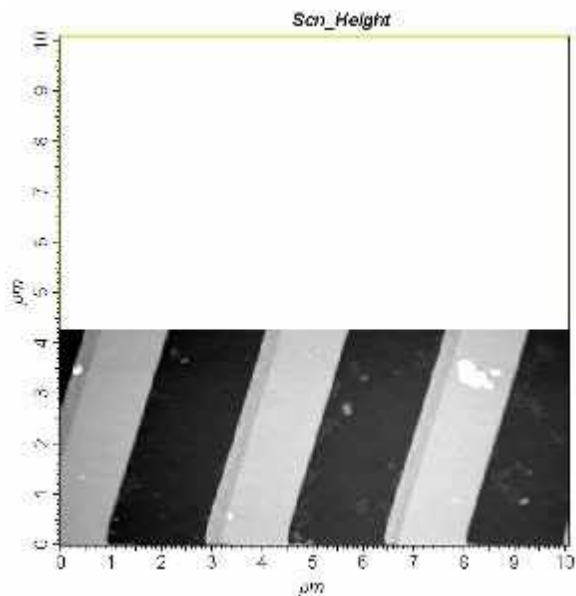


Рисунок 21 – Изображение сканируемой поверхности

Соответственно, в окне осциллографа тоже будет отображаться профиль текущей строки с учетом вычитания наклона. Вместо профиля как на рисунке 20 будет отображаться профиль подобный рисунку 22.

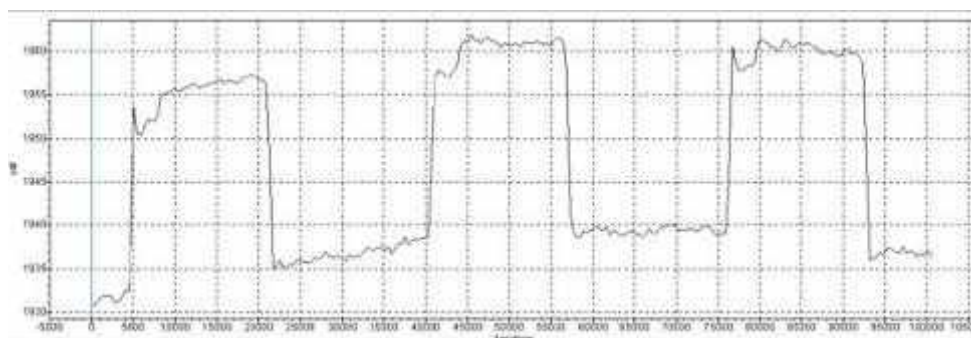


Рисунок 22 – Окно осциллографа с отображением профиля текущей строки с учетом вычитания наклона

Кнопка **Subtract** может иметь еще два состояния: *1st-order*, *2nd-order*. Соответственно, в первом случае из каждой строки производится вычитание средней кривой первого порядка (вычитание наклона), а во втором производится вычитание кривой второго порядка. В качестве примера на рисунке 23 приведем результат применения вычитания *2nd-order* для профиля той же самой строки, что и на рисунке 19 (без вычитания) и рисунке 22 (вычитание плоскости).

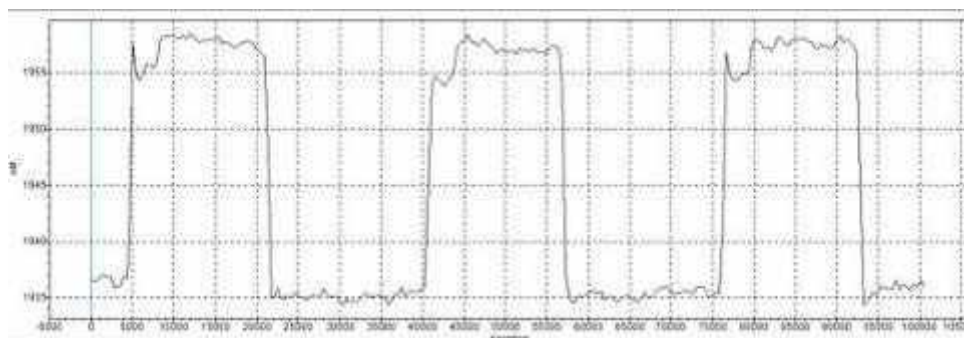


Рисунок 23 – Окно осциллографа с отображением профиля текущей строки с учетом вычета кривой второго порядка

Настройка параметров в процессе сканирования

Качество получаемого изображения поверхности существенно зависит от таких параметров, как скорость сканирования ***Velocity*** (частота сканирования ***Frequency***), величина рабочей точки ***Set Point***, коэффициент усиления обратной связи ***FB Gain***. Любой из этих параметров можно изменять непосредственно в процессе сканирования.

Специально для подстройки параметров сканирования имеется кнопка ***Pause***. При включении этой кнопки развертка по медленной оси останавливается, а сканирование вдоль быстрой оси продолжается и происходит вдоль одной и той же линии. Этот режим работы можно использовать для подбора оптимальных параметров. При этом можно визуально наблюдать, как изменяется профиль сканируемой строки при изменении соответствующего параметра, например скорости сканирования (или величины ***Set Point*** или коэффициента усиления обратной связи ***FB Gain***).

Имеется специальная кнопка ***Restart*** для повторного запуска сканирования.

Некоторые рекомендации по оптимизации параметров сканирования

Выбор оптимального значения скорости сканирования зависит от свойств поверхности исследуемого объекта, размеров области сканирования, внешних условий.

Поверхность с гладким рельефом можно сканировать с более высокой скоростью, чем поверхность, имеющую более резкий рельеф и значительные перепады по высоте.

Скорость сканирования следует уменьшить, когда не прописывается склон выступа или впадины в направлении сканирования.

При работе с мягкими материалами в сканированном изображении могут возникнуть «затяжки» в направлении сканирования на выступах поверхности. В этом случае рекомендуется уменьшить скорость сканирования, а также увеличить значение **Set Point** для того, чтобы уменьшить величину воздействия на образец.

Сохранение полученных данных

Для записи полученных данных на жесткий диск необходимо:

1. Нажать на кнопку **File** (первая кнопка в верхней строке окна программы).
2. В открывшемся меню нажать на **Save** и записать в виде файла с произвольным именем, имеющего расширение ***.mdt**.

Замечание: После завершения сканирования поверхности образца, полученные данные хранятся в оперативной памяти. Каждому сканированному изображению поверхности соответствует отдельный кадр (фрейм). Нумерация кадров (фреймов) соответствует порядку их получения.

Завершение работы

Для завершения работы необходимо:

1. Отвести образец от зонда примерно на 2 – 3 мм;
Чтобы сделать это необходимо:
 - a. открыть окно **Approach** путем нажатия на кнопку **Approach** в строке операций;
 - b. кликнуть дважды на окно-индикатор параметра **Moving** для Backward
 - c. при помощи регулятора установить значение, равное 2 – 3 мм,
 - d. нажать на кнопку **Fast** для **Backward**.
2. Отключить обратную связь посредством выключения (установки в отжатое положение) кнопки **FB**.

Содержание отчета

1. Отчет должен иметь титульный лист с указанием ФИО студента, номера группы и даты выполнения работы.
2. Название и цель работы.
3. Теория метода
4. Кратко, ход выполнения работы.
4. Описание полученных данных в ходе выполнения работы.
5. Выводы.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Использование колеблющегося кантилевера в сканирующей силовой

микроскопии

2. Преимущества прерывисто-контактных методов
3. Основные операции при работе по методу полуконтактной микроскопии
4. Изменение параметров в процессе сканирования (вычитание наклона)
 5. Каким следует установить начальный размер скана
 6. Каким образом изменять скорость сканирования

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. Филимонова, Н.И. Методы исследования микроэлектронных и нанoeлектронных материалов и структур: сканирующая зондовая микроскопия : учебное пособие / Н.И. Филимонова, Б.Б. Кольцов. - Новосибирск : НГТУ, 2013. - Ч. I. - 134 с. - ISBN 978-5-7782-2158-1 ; То же [Электронный ресурс]. - URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=228943>
2. Диагностика физико-механических характеристик наноматериалов : учебное пособие : в 2 ч. / И.Н. Шубин, С.В. Блинов, Т.В. Пасько и др. ; Министерство образования и науки Российской Федерации, Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Тамбовский государственный технический университет». - Тамбов : Издательство ФГБОУ ВПО «ТГТУ», 2015. - Ч. 2. - 81 с. : ил. - Библ. в кн. - ISBN 978-5-8265-1263-0. - ISBN 978-5-8265-1468-9 (ч. 2) ; То же [Электронный ресурс]. - URL: <http://biblioclub.ru/index.php?page=book&id=445050>
3. Миронов В. Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии / Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. Российская академия наук, Институт физики микроструктур. Нижний Новгород, 2007 – 110 с.
4. Маслова Н.С., Панов В.И.. Сканирующая туннельная микроскопия атомной структуры, электронных свойств и поверхностных химических реакций. УФН, 1989, т.157, вып.1, с.185.

Лабораторная работа №4

Технология получения изображения в атомно-силовой микроскопии с помощью учебно-научного комплекса НАНОЭДЮКАТОР II

Цель работы: изучение основ зондовой микроскопии, получение навыков работы с методами сканирующего зондового микроскопа СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: основы сканирующей зондовой микроскопии, основные компоненты сканирующего зондового микроскопа, виды датчиков, сканеры, Систему обратной связи и конструкцию СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Владеть: навыками работы с методами сканирующего зондового микроскопа.

Образец: фрагмент *DVD* (образец для АСМ из комплекта образцов для НАНОЭДЮКАТОРА).

Теоретический материал

В СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II используется принцип, схожий с полуконтактной АСМ, но при этом используется другой, отличный от классического, датчик (см. далее разделы «Виды датчиков» и «Конструкция СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II»).

Еще одной особенностью СЗМ является измерение других сигналов с датчиков. Такие сигналы, в отличие от сигнала, используемого в обратной связи, не поддерживаются постоянными во время сканирования, а их изменение отражает изменение свойств поверхности. Такие методы можно назвать измерительными. Например, МСМ (магнитно-силовая микроскопия), СЕМ (сканирующая емкостная микроскопия), модуляционная силовая микроскопия, сканирующая ближнепольная оптическая микроскопия (СБОМ) и т.п.

Каждый такой метод может быть реализован только при использовании одной из базовых методик, которая обеспечивает взаимодействие зонда и образца или нахождение зонда на очень близком, строго контролируемом расстоянии от поверхности.

Описание основных компонентов СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.

Основные компоненты сканирующего зондового микроскопа

СЗМ состоит из следующих основных компонентов:

- зонд;
- образец;
- электронный датчик, детектирующий величину локального взаимодействия между зондом и образцом;
- сканер по осям X , Y , Z для прецизионного перемещения образца (зонда);
- электронная цепь обратной связи, поддерживающая постоянным среднее значение величины взаимодействия зонд-образец;
- генератор развертки, подающий напряжения на пьезопроводы X и Y , обеспечивающие перемещение образца в горизонтальной плоскости при сканировании;
- компьютер, управляющий процессом сканирования и получением изображения.

Виды датчиков

В основе сканирующей зондовой микроскопии лежит детектирование и поддержание постоянным локального взаимодействия, возникающего между зондом и поверхностью исследуемого образца при их взаимном сближении до расстояния $\sim X$, где X - характерная длина затухания взаимодействия «зонд-образец».

В зависимости от природы взаимодействия «зонд-образец» различают: сканирующий туннельный микроскоп (СТМ, детектируется туннельный ток), атомно-силовой микроскоп (АСМ, детектируется силовое взаимодействие) и т.п.

СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II позволяет реализовывать некоторые методы измерений туннельной микроскопии и полуконтактной атомно-силовой микроскопии.

Для регистрации туннельного тока (рисунок 1) используется преобразователь ток-напряжение (ПТН), включенный в цепь протекания тока между зондом и образцом. Возможны два варианта включения: с заземленным зондом, когда напряжение смещения подается на образец или с заземленным образцом, когда напряжение смещения прикладывается к зонду.

В СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II напряжение смещения подается на образец относительно заземленного зонда.

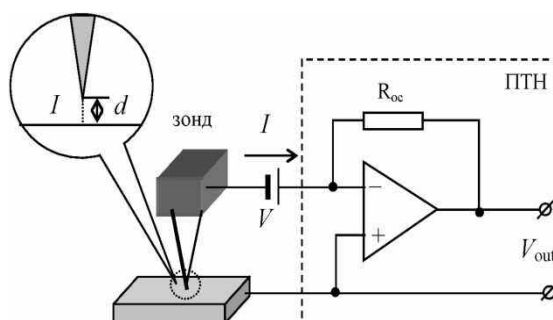


Рисунок 1 – Схема регистрации туннельного тока

Традиционным датчиком силового взаимодействия в АСМ является кремниевая консоль или кантилевер (от англ. cantilever - консоль) с оптической схемой регистрации величины изгиба кантилевера, возникающего вследствие силового взаимодействия между образцом и расположенным на конце кантилевера зондом рисунок 2.

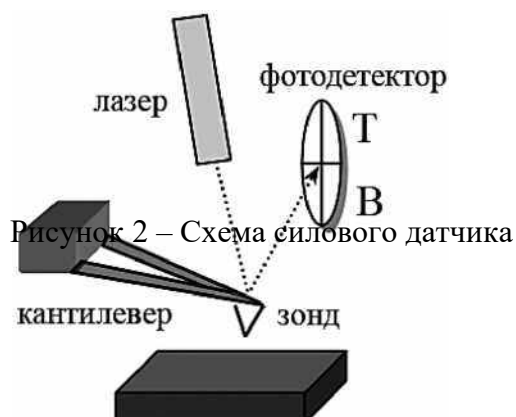


Рисунок 2 – Схема силового датчика

Широко используются контактный и полуконтактный способы проведения силовой микроскопии.

Использование контактного способа предполагает, что зонд касается образца. При изгибе кантилевера под действием контактных сил, отраженный от него луч лазера смещается относительно центра фотодетектора. Таким образом, отклонение кантилевера может быть определено по относительному изменению освещенности верхней и нижней половинок фотодетектора. Это отклонение поддерживается постоянным.

В полуконтактной АСМ используется модуляционная методика. Для этого с помощью пьезодрайвера кантилевер раскачивается на резонансной частоте. Вдали от поверхности амплитуда колебаний кантилевера имеет максимальную величину. При

приближении к поверхности, вследствие взаимодействия зонда с образцом, амплитуда колебаний кантилевера уменьшается. Амплитуда колебаний кантилевера регистрируется с помощью оптической системы по разностному сигналу между верхней и нижней половинами фотодиода. Поддержание этой амплитуды постоянной и является сутью полуконтактного метода.

Сканеры

Для контролируемого перемещения зонда на сверхмалые расстояния в СЗМ используются специальные пьезоэлектрические устройства – сканеры. Их задача – обеспечить прецизионное механическое сканирование зондом поверхности образца путем перемещения зонда относительно неподвижного образца или перемещения образца относительно неподвижного зонда.

Работа большинства пьезоэлектрических сканеров, применяемых в современных СЗМ, основана на использовании обратного пьезоэффекта, который заключается в изменении размеров пьезоматериала под действием электрического поля. Основой большинства применяемых в СЗМ пьезокерамик является состав $Pb(ZrTi)O_3$ (цирконат-титанат свинца, ЦТС) с различными добавками.

Существует много типов и форм, в которых выпускаются пьезокерамические сканеры. Каждый сканер имеет свой уникальный коэффициент чувствительности (от 0.1 до 300 нм/В), который определяется материалом и конструкцией. Так, сканер с коэффициентом чувствительности 0.1 нм/В позволяет получить перемещение 0.1 А при приложении напряжения 100 мВ, что достаточно для получения атомного разрешения. Для получения больших диапазонов сканирования (до нескольких сотен микрон) используется пьезокерамика с большими значениями пьезомодуля.

Существует несколько типов сканеров, наиболее распространенными из которых являются трипод и трубчатый. Такие сканеры обеспечивают перемещение по трем координатам: x , y (в латеральной плоскости образца) и z (по вертикали).

В триподе (рисунок 3) три независимых бруска пьезокерамики, расположенные во взаимно перпендикулярных направлениях, соединены в один узел. Недостатками такого сканера являются сложность изготовления и сильная асимметрия конструкции.

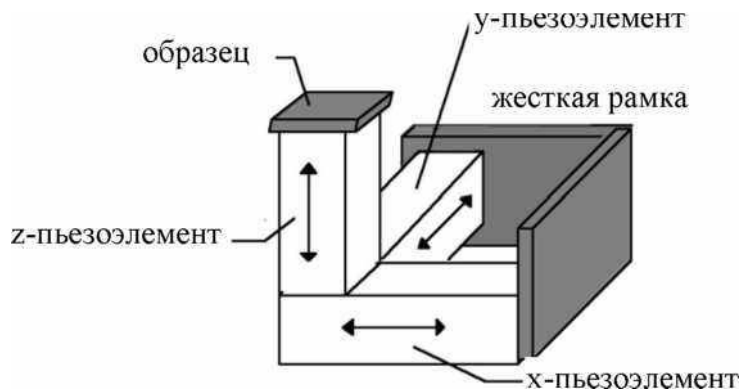


Рисунок 3 – Сканер в виде трипода

На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии наиболее широко используются сканеры, изготовленные на основе одного трубчатого элемента. Общий вид трубчатого сканера и один из вариантов расположения электродов представлены на рисунки 4. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации.

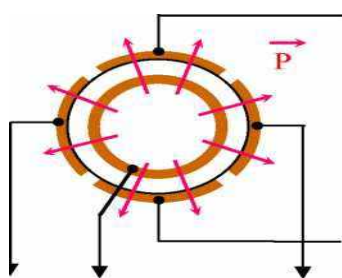


Рисунок 4 – Трубчатый пьезосканер

Трубчатые сканеры позволяют совершать достаточно большие перемещения объектов при относительно небольших управляющих напряжениях. Трубчатые пьезоэлементы представляют собой полые тонкостенные цилиндры, изготовленные из пьезокерамических материалов. Обычно электроды в виде тонких слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы трубки остаются непокрытыми.

Трубчатые сканеры работают посредством изгиба полой пьезоэлектрической трубки в латеральной плоскости и удлинения или сжатия трубки по оси Z .

Электроды, управляющие перемещениями торца трубки в X и Y направлениях, размещаются в виде четырех сегментов по наружной поверхности трубки. При подаче противофазных напряжений на противоположные электроды внешней поверхности трубки (относительно внутренней) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение в том месте, где они направлены в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Тот же самый принцип используется для задания движения в направлении Y . Смещения в X и Y направлениях пропорциональны

приложенному напряжению и квадрату длины трубки. Подача напряжения на внутренний электрод трубки приводит к удлинению всей трубки в Z направлении пропорционально ее длине и приложенному напряжению.

Процесс сканирования поверхности в СЗМ имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (быстрое направление сканирования), затем переходит на следующую строку (медленное направление сканирования). Перемещение зонда относительно образца осуществляется с помощью сканера под действием пилообразного напряжения, подаваемого с генератора развертки (обычно, цифро-аналогового преобразователя). Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе.

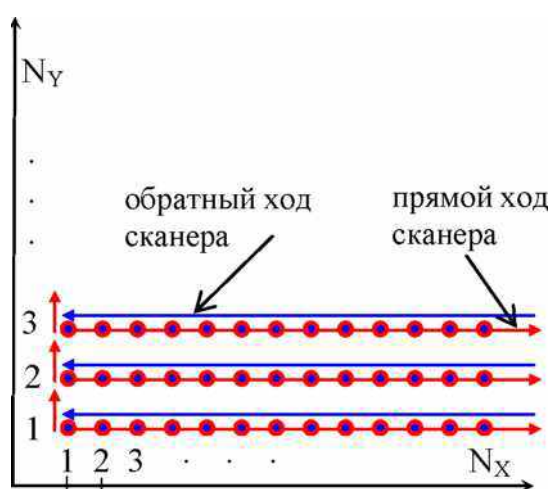


Рисунок 5 – Схематическое изображение процесса OX – ось быстрого сканирования, OY – ось медленного сканирования.

К числу основных параметров, выбираемых перед началом сканирования относятся:

- размер области сканирования;
 - число точек на линии N_X и линий в скане N_Y , определяющие шаг сканирования A ;
- скорость сканирования.

Параметры сканирования выбираются исходя из предварительных данных (размера характерных поверхностных особенностей), которые имеются у исследователя об объекте исследования.

При выборе размера области сканирования необходимо получить наиболее полную информацию о поверхности образца, т.е. отобразить наиболее характерные особенности его поверхности. Например, при сканировании дифракционной решетки с периодом 3 мкм необходимо отобразить хотя бы несколько периодов, т.е. размер области сканирования должен составлять 10 – 15 мкм. В случае если расположение особенностей на поверхности исследуемого объекта неоднородно, то для достоверной оценки необходимо провести сканирование в нескольких отстоящих друг от друга точках на поверхности образца. При отсутствии информации об объекте исследования, сначала, как правило, проводят сканирование по максимальной области с целью получения обзорной информации о характере поверхности. Выбор размера области сканирования при повторном сканировании осуществляют исходя из данных, полученных на обзорном скане.

Число точек сканирования (N_x , N_y) выбирается таким образом, чтобы шаг сканирования A (расстояние между точками, в которых производится считывание информации о поверхности) был меньше ее характерных особенностей, иначе произойдет потеря части информации, заключенной между точками сканирования. С другой стороны, выбор излишнего количества точек сканирования приведет к увеличению времени получения изображения.

Скорость сканирования определяет скорость движения зонда между точками, в которых производится считывание информации. Излишне большая скорость может привести к тому, что система обратной связи не будет успевать держать зонд у поверхности, что приведет к неправильному воспроизведению вертикальных размеров, а также к повреждению зонда и поверхности образца. Малая скорость сканирования приведет к увеличению времени получения изображения.

Система обратной связи

Предварительный подвод зонда к образцу производится с помощью шагового двигателя, в дальнейшем взаимное перемещение зонда и образца осуществляется пьезокерамическим сканером. Обеспечивает это перемещение отрицательная обратная связь. Считается, что в системе есть отрицательная обратная связь, если при выведении системы из положения равновесия возникает сила (воздействие), возвращающая систему в положение равновесия.

В СЗМ обратная связь работает следующим образом. В процессе взаимодействия зонда и образца степень этого взаимодействия изменяется вследствие флуктуаций, дрейфов или во время сканирования. Входной сигнал обратной связи

сравнивается с заданным значением (рабочая точка), и разница подается на усилитель обратной связи. После усиления, и, далее, высоковольтного усиления, напряжение подается на z-обкладку сканера. Перемещение зонда (образца) компенсирует изменение входного сигнала. Таким образом, обратная связь постоянно поддерживает входной сигнал цепи обратной связи постоянным и равным заданному значению рабочей точки. Соответственно, степень взаимодействия между зондом и образцом (сила для АСМ и туннельный ток для СТМ) также поддерживаются постоянными путем перемещения зонда (образца). Во время сканирования изменение степени взаимодействия обусловлено в первую очередь неровностями рельефа, поэтому напряжение, прикладываемое к сканеру для поддержания взаимодействия постоянным, интерпретируется как рельеф.

Основными параметрам обратной связи являются: входной сигнал обратной связи (его природа и степень его зависимости от перемещения зонда (образца)), рабочая точка, которая определяет силу (степень) взаимодействия, и коэффициент усиления обратной связи.

Чем больше коэффициент усиления обратной связи, тем точнее цепь обратной связи отрабатывает рельеф сканируемой поверхности, и тем достовернее данные рельефа. Однако, при превышении некоторого критического значения, система обратной связи самовозбуждается, что приводит к появлению шума на измеряемых сигналах (генерации).

Оборудование и материалы

Конструкция СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II

На рисунке 6 представлена функциональная схема прибора. СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II состоит из измерительной головки, базового блока, СЗМ контроллера, соединительных кабелей, а также ПК. Сигнал от датчика взаимодействия поступает в предусилитель. Преобразованный сигнал через базовый блок поступает в СЗМ контроллер. Далее управляющие сигналы от СЗМ контроллера поступают в базовый блок. Управление СЗМ контроллером осуществляется с помощью компьютера через контроллер связи с ПК.



Рисунок 6 – Схематическое изображение управления СЗМ **НАНОЭДЮКАТОР II**

Измерительная головка

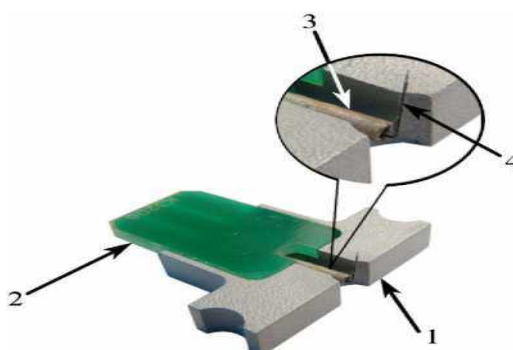
Общий вид измерительной головки представлен на рисунке 7. В гнездо на измерительной головке устанавливается вкладыш с зондом.



Рисунок 7 – Измерительная головка с установленным вкладышем

Измерительный вкладыш (рисунок 8) представляет собой основание 1 на котором закреплена плата 2, а также пьезотрубчатый держатель зонда 3.

Данный вкладыш позволяет проводить измерения как по методам АСМ, так и по методам СТМ.



1 – основание; 2 – плата; 3 – пьезотрубчатый держатель; 4 – зонд

Рисунок 8 – Измерительный вкладыш с установленным зондом

Пьезотрубчатый держатель выполнен в виде пьезокерамической трубки длиной $l = 7$ мм, диаметром $d = 1.2$ мм и толщиной стенки $h = 0.25$ мм, жестко закрепленной с одного конца на основании 3 вкладыша. На внутреннюю поверхность трубки нанесен проводящий электрод. На внешнюю поверхность трубки нанесены два электрически изолированных полуцилиндрических электрода.

Свободный конец трубки используется как держатель зонда, изготовленного методом электрохимического травления. Радиус закругления кончика зонда - 0.2 ± 0.05 мкм.

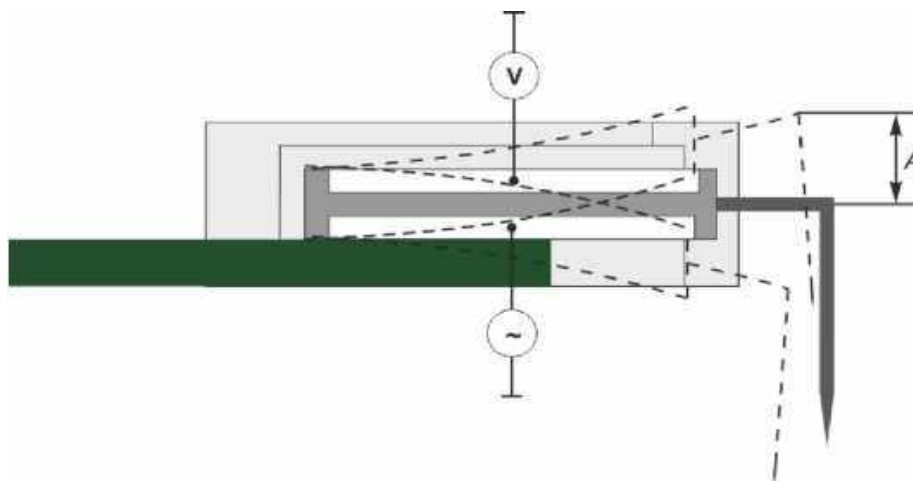


Рисунок 9 – Принцип работы измерительного вкладыша

Одна часть пьезокерамической трубки используется как пьезовибратор, а другая – как датчик механических колебаний рисунок 9.

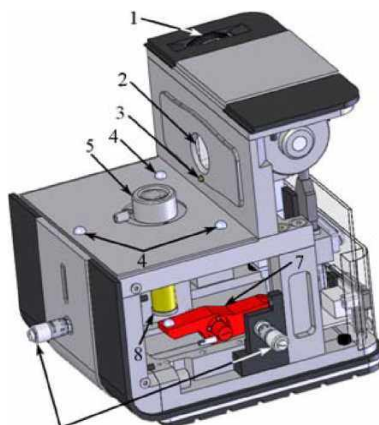
К нижней части пьезокерамической трубки (пьезовибратору) подводится переменное электрическое напряжение с частотой, равной резонансной частоте электромеханической системы держатель-зонд. В результате зонд начинает колебаться вокруг равновесного положения, при этом амплитуда колебаний максимальна. В процессе колебаний зонд отклоняется от равновесного положения на величину A ,

равную амплитуде его вынужденных механических колебаний (она составляет доли микрона), при этом на верхней части держателя (датчике колебаний) возникает переменное электрическое напряжение, пропорциональное смещению зонда.

Базовый блок

Основные элементы показаны на рисунке 10:

Внутри базового блока расположены: сканер 8, механизм подвода 7, цифровая видеокамера 4. Фокусировка видеокамеры осуществляется с помощью колёсика 1.



1 – колесо фокусировки видеокамеры; 2 – видеокамера; 3 – светодиод; 4 – опорные шарики; 5 – предметный столик; 6 – винты XY позиционирования сканера; 7 – механизм подвода; 8 – сканер

Рисунок 10 – Конструкция базового блока

Образец, предварительно закрепленный на специальном держателе, устанавливается на предметный столик 5.

Измерительная головка устанавливается на базовый блок таким образом, чтобы посадочные гнезда, расположенные на основании головки, встали на опорные шарики 4 базового блока. После установки измерительной головки автоматически включается светодиод 3, предназначенный для освещения образца и зонда, что позволяет

наблюдать за процессом подвода, а также за выбором участка исследования по видеоизображению.

Выбор участка исследования производится с помощью винтов 6, перемещающих сканер по осям XU . Подвод образца к зонду осуществляется с помощью механизма подвода 7. Управление процессом подвода выполняется из программы управления.

Сканер СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II

Способ организации микроперемещений, использующийся в СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II, основан на использовании трубчатого пьезосканера. Такой сканер выполнен в виде пьезокерамической пластины, согнутой в трубку. На внутреннюю и внешнюю поверхности трубки наносят электроды, на которые подаются напряжения. Таким образом, в каждой точке пьезокерамической трубки, где нанесены электроды, появляется радиально направленное электрическое поле. Под действием разности потенциалов между внутренним и внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры.

Трубчатый пьезосканер, расположенный в СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II позволяет осуществлять перемещение образца с точностью в доли ангстрем, максимальное перемещение образца составляет около 100 мкм, что и определяет максимальную площадь сканирования.

Трубчатые сканеры работают посредством изгиба полой пьезоэлектрической трубки в латеральной плоскости и удлинения или сжатия трубки по оси Z . Электроды, управляющие перемещениями трубки в X и Y направлениях, размещаются в виде четырех сегментов по наружной поверхности трубки. При подаче противофазных напряжений на противоположные электроды внешней поверхности трубки (относительно внутренней) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Тот же самый принцип используется для задания движения в направлении Y . Смещения в X и Y направлениях пропорциональны приложенному напряжению и квадрату длины трубки. Движение в Z направлении генерируется подачей напряжения на внутренний электрод трубки. Это приводит к удлинению всей трубки пропорционально ее длине и приложенному напряжению.

Механизм подвода образца к зонду

Диапазон перемещений сканера по оси Z составляет около 10 мкм, поэтому перед началом сканирования необходимо приблизить образец к зонду на меньшее расстояние. Для перемещения образца предназначен автоматизированный механизм подвода. Шаговый двигатель при подаче на него напряжения питания двигает в вертикальном направлении ходовой винт, который с помощью рычага поднимает или опускает сканер.

Задания для выполнения лабораторной работы

1. ***Изучить на практике общую конструкцию СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II***
2. Подготовить к работе СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II
3. Получить АСМ изображение исследуемого образца
4. Провести первичную обработку полученного АСМ изображения

Методика и порядок выполнения лабораторной работы

Перед проведением лабораторной работы рекомендуется ознакомиться с руководством по эксплуатации «СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II».

Подготовка СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II к работе

Установка образца

Установите образец для АСМ измерений на магнитный держатель. Держатель установите на предметный столик, расположенный на базовом блоке. При установке опорные шарики предметного столика должны попасть в V -образные канавки на основании держателя.

ВНИМАНИЕ! Не прикладывайте чрезмерного усилия при установке образца во избежание повреждения сканера.

Включение

1. Включите компьютер.
2. Включите виброизолирующую платформу.
3. Включите СЗМ контроллер.

ВНИМАНИЕ! Перед включением контроллера необходимо зафиксировать все разъёмы. Отсоединение разъёмов во время работы может привести к повреждению электронных элементов.

4. Запустите программу *Nova Pх*. На мониторе появится Главное окно программы.

5. После запуска программы начнется процесс инициализации измерительного комплекса. в случае успешной инициализации, индикатор **Power Off**, отображаемый на панели инициализации, перейдет в состояние *Initializing*, и затем примет вид **SPM Ok** (НАНОЭДЮКАТОР II готов к работе). Если инициализация не началась автоматически, запустите её кнопкой **SPM Init**.

Установка зонда

ВНИМАНИЕ! Не допускайте соприкосновения острия зонда с какими-либо поверхностями во избежание повреждения острия.

1. Поместите измерительную головку на ровную поверхность.
2. Возьмите вкладыш с установленным зондом за выступы, при этом острие зонда должно быть направлено вниз. Вставьте вкладыш до упора в гнездо, расположенное на измерительной головке (рисунок 11).



Рисунок 11 – Установка АСМ вкладыша

ВНИМАНИЕ! Во избежание поломки зонда перед установкой измерительной головки на базовый блок убедитесь, что образец переведен в крайнее нижнее положение. В противном случае зонд может сломаться о поверхность образца.

1. Откройте окно **Approach**, кнопкой расположенной на панели основных операций.
2. Нажмите кнопку **Remove**. Магнитный фиксатор с образцом начнет опускаться, по достижении крайнего нижнего положения перемещение фиксатора остановится, в журнале окна **Approach** появится сообщение «*Stopped by Backward Limiter*».

3. Установите измерительную головку на базовый блок таким образом, чтобы посадочные гнезда измерительной головки встали на опорные шарики базового блока.

Постарение резонансной кривой

1. Переключите СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II для работы по полуконтактным методам АСМ. Для этого выберите **Semicontact** в списке выбора конфигурации контролера на панели основных параметров.

2. Проверьте, что обратная связь по X, Y датчикам перемещения включена.

ПРИМЕЧАНИЕ. Построение резонансной кривой рекомендуется выполнять каждый раз перед подводом образца к зонду.

3. Откройте окно **Resonance** кнопкой **Resonance**, расположенной на Панели основных операций.

4. Запустите процедуру автоматического построения резонансной кривой кнопкой **Auto**.

В результате вблизи резонансной частоты будут построены частотные зависимости сигналов **Mag** и **Phase** (рисунок 12).

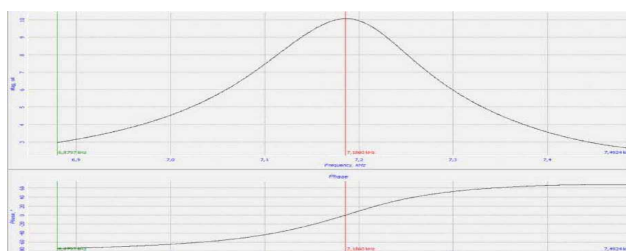


Рисунок 12 – Частотные зависимости сигналов **Mag** и **Phase**

Если резонансный пик недостаточно ярко выражен или амплитуда при частоте резонанса мала (< 4 нА), то необходимо изменить параметры построения резонансной кривой.

Подвод

1. Откройте окно **Optical microscope** кнопкой **Camera**. Панели основных операций. В окне должно появиться изображение с видеокамеры СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II. Запустите видеоизображение с помощью кнопки **Пуск**, рисунок 13.



Рисунок 13 – Видеоизображение, 1 – зонд; 2 – отражение зонда

2. При необходимости сфокусируйте видеокамеру на кончике зонда с помощью колеса.

3. Откройте окно **Approach** кнопкой **Approach**, расположенной на панели основных операций.

4. Нажмите кнопку Плюс, расположенной на панели управления окна **Approach**. В результате откроется панель дополнительных операций.

5. Запустите подвод кнопкой **Move**, в результате появится окно сообщения (рисунок 14), для продолжения подвода нажмите **Да**. Образец начнет подниматься. Наблюдайте за процессом подвода по изображению, выводимому с видеокамеры. Как только на поверхности образца появится отражение зонда, остановите подвод повторным нажатием кнопки **Move**.

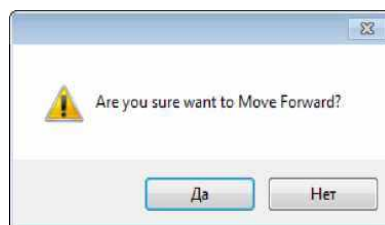


Рисунок 14 – Окно сообщения

6. Замкните цепь обратной связи, нажав кнопку **Off** в Главном окне программы. В результате кнопка перейдет в положение **On**, Z-секция сканера выдвинется на максимальную длину, что отобразится на индикаторе удлинения сканера (рисунок 15). Степень выдвижения сканера характеризуется длиной цветной полосы.



Рисунок 15 – Цепь обратной связи замкнута. Сканер максимально выдвинут

7. Задайте значение параметра **SetPoint** в поле ввода, расположенном в Главном окне программы. В качестве начального рекомендуется установить значение параметра **SetPoint** равным 80 % от амплитуды свободных колебаний зонда. (т.е. $\text{SetPoint} = 0,8 * \text{Mag}$).

8. Задайте начальное значение коэффициента цепи обратной связи в поле ввода **Gain**. Рекомендуется задавать начальное значение **Gain** в диапазоне 0.5 – 2.

9. Запустите процедуру подвода кнопкой **Landing**, расположенной на панели управления окна **Approach** (рисунок 16).

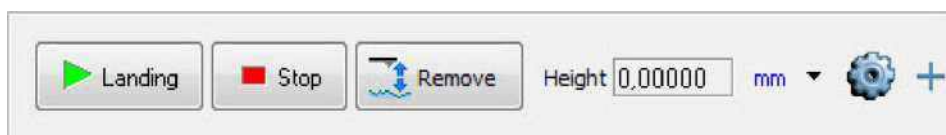


Рисунок 16 – Панель управления окна **Approach**

В процессе подвода следите за изменениями сигнала **Mag** по программному осциллографу, а также за состоянием индикатора выдвижения сканера и ждите окончания процесса подвода.

Через 10 – 30 секунд, при правильной настройке параметров, подвод закончится и произойдет следующее рисунок 17.

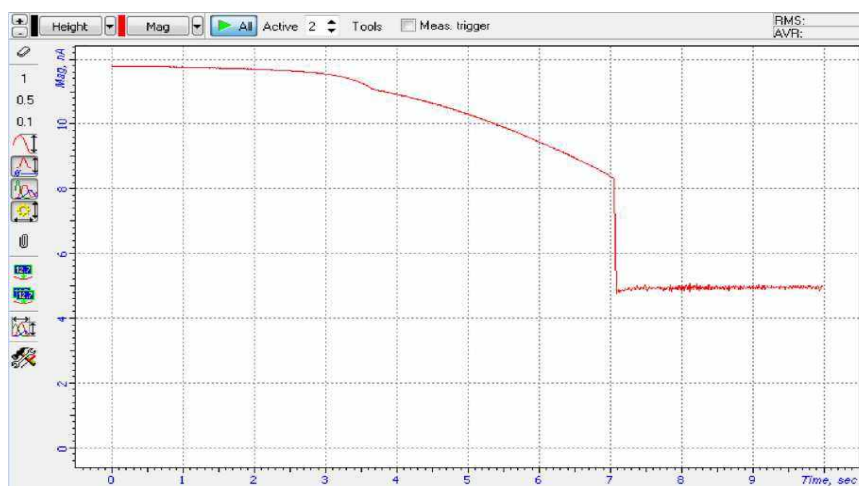


Рисунок 17 – Окончательный процесс подвода

- сигнал **Mag** уменьшится до значения параметра **SetPoint**, цепь обратной связи будет поддерживать Z-секцию сканера в положении, при котором сигнал **Mag** равен **SetPoint**, причем это положение сканера будет соответствовать примерно

половине диапазона выдвижения сканера;

- в журнале, в правом верхнем углу окна *Approach*, появится сообщение «*Operation Completed*»;
- шаговый двигатель отключится;

- длина линии индикатора уменьшится и займет некоторое промежуточное положение.

10. По завершении подвода может оказаться, что на зависимости *Mag(t)* наблюдается значительное увеличение переменной составляющей сигнала *Mag*. Это означает, что имеет место генерация в системе обратной связи из-за слишком большого коэффициента усиления (параметр *Gain*). В этом случае необходимо уменьшить величину параметра *Gain* до 0.5 – 0.7 от значения, при котором начинается генерация (подробнее см. в Руководстве по эксплуатации «СЗМ НАНОЭДЮКАТОР П»). Если при уменьшении значения усиления до 0.3 генерация не пропадает, смените зонд.

Сканирование

Выбор АСМ метода

1. Откройте окно *ScanForm* кнопкой *scanning* расположенной на Панели основных операций. В верхней части окна *ScanForm* находится Панель управления сканированием. Под Панелью управления сканированием находится Панель отображения 2В-данных, на которой при сканировании будет отображаться сканируемая поверхность.

2. На Панели управления окна *ScanForm* в раскрывающемся списке *Mode* выберите метод *Topography*. При этом в качестве регистрируемого сигнала установится сигнал *Height*.

Выбор области сканирования

1. Откройте Панель параметров сканирования кнопкой *Area*, расположенной на панели управления сканированием.

2. В полях ввода **Size** установите размер области сканирования (10 × 10 мкм).

3. Включите функцию выбора области сканирования, на Панели инструментов. При помощи мыши задайте положение области сканирования.

4. Проверьте, что в пределах выбранной области сканирования зонд всюду достает до поверхности и нигде не «врезается» в нее. Для это нажмите кнопку **Плюс**. Затем, нажав левую клавишу мыши и удерживая ее, перемещайте курсор в пределах выбранной области сканирования. Перемещение курсора отражает реальное перемещение зонда относительно поверхности образца. Степень выдвижения пьезосканера контролируйте по индикатору в верхней строке Главного окна программы.

Выбор направления сканирования

Выбор направления сканирования осуществляется из раскрывающегося списка **Direction**, расположенного на панели управления окна сканирования.

Запуск сканирования

1. Нажмите кнопку **Ru**, расположенную на Панели управления окна **ScanForm**. В результате начнется построчное сканирование поверхности образца и в области отображения 2В-данных, строчка за строчкой, начнет появляться изображение сканируемой поверхности (рисунок 18).

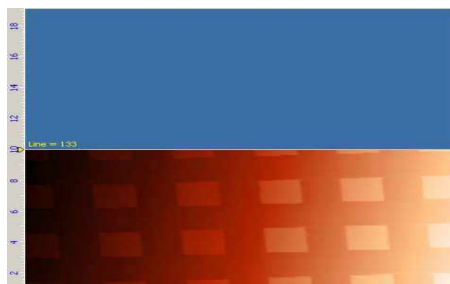


Рисунок 18 – Пример изображение рельефа поверхности прямоугольной решетки

2. Нажмите кнопку **s** в левом нижнем углу Панели отображения 2D-данных сканирования. В результате в области отображения **ID**-данных при сканировании будет построчно отображаться измеряемый сигнал (рисунок 19).

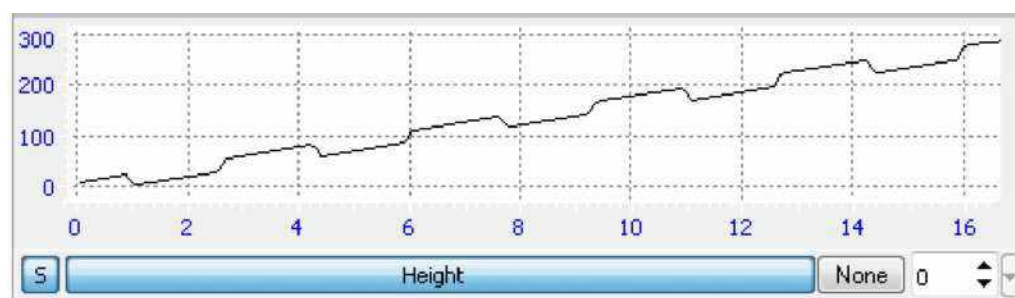


Рисунок 19 – Измеряемый сигнал *Height***Вычитание наклона**

Как правило, образец имеет некоторый наклон. Наклон можно вычесть либо непосредственно в процессе сканирования, либо по окончании сканирования.

Для вычитания наклона непосредственно в процессе сканирования используется кнопка, расположенная в правом нижнем углу окна **ScanForm** (по умолчанию она находится в состоянии **None**, см. рисунок 19). Нажмите эту кнопку и выберите из раскрывшегося списка **Plane**. В результате будет выполнено вычитание плоскости.

Настройка параметров сканирования. Улучшение изображения

1. В процессе сканирования, контролируя качество получаемого изображения, подберите значения параметров сканирования таким образом, чтобы изображение получилось максимально четким. Подбираемые параметры и пределы их изменения приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Значение параметров сканирования

Скорость сканирования (частота сканирования строк)	0.1 - 2 Гц
Коэффициент усиления цепи обратной связи	0.3 - 10
Рабочую точку	5 - 9.9 $((0.5 - 0.99) * Mag)$

Для улучшения качества изображения можно также:

- изменить направление сканирования;
- изменить положение участка сканирования.

2. Просканируйте заново выбранный участок с подобранными параметрами сканирования.

3. Измените положение участка сканирования, получите сканированное изображение нового участка.

Завершение измерений

1. Разомкните цепь обратной связи, нажав кнопку **On**, (кнопка перейдет в положения **Off**).

2. Во избежание поломки зонда об поверхность образца, при снятии измерительной головки, отведите образец от зонда, нажав кнопку **Remove**, расположенную в окне **Approach**. В результате магнитный фиксатор с образцом начнут опускаться. Наблюдайте за процессом отвода по изображению выводимому с видеокамеры. Как только образец отведется на достаточное расстояние, повторно нажмите кнопку **Remove**.

Обработка АСМ изображения

1. Откройте окно **Image Analysis** кнопкой Панели **Data**, расположенная на панели основных операций.

2. Из дерева фреймов, расположенного в левой части окна **Image Analysis** выберите изображение для обработки.

Вычитание наклона

Для вычитания наклона поверхности предназначены метод **Fit Lines** (построчное вычитание аппроксимирующей кривой заданного порядка) и метод **Subtract Surface** (вычитание поверхности заданного порядка). Подберите тип вычитания, при котором наклон и неплоскостность изображения устраняются наиболее эффективно.

Для реализации метода **Fit Lines**:

1. Откройте окно **Fit Lines** посредством двойного щелчка на **Flatten Correction 1D – Fit Lines** (дерево методов, в правой части окна **Image Analysis**).
2. Задайте порядок вычитаемой кривой в поле ввода **Order**.
3. В поле ввода **Fit Lines** задайте направление вычитания строк (ось *X* или ось *Y*).

ПРИМЕЧАНИЕ. Выходное изображение (после вычитания) отображается справа в окне **Fit Lines**. При изменении порядка вычитаемой кривой и направления строк в интерактивном режиме происходит изменение выходного изображения.

4. Нажмите кнопку **ok**. В результате обработанное изображение будет сохранено в дереве фреймов.

Для реализации метода **Subtract Surface**:

1. Откройте окно **Subtract Surface** посредством двойного щелчка на **Flatten Correction 2D – Subtract Surface** (дерево методов, в правой части окна **Image Analysis**).
2. Задайте порядок вычитаемой поверхности в поле ввода **Order**.

ПРИМЕЧАНИЕ. Выходное изображение (после вычитания) отображается справа в окне **Subtract Surface**. При изменении параметра **Order** в интерактивном

режиме происходит изменение выходного изображения.

3. Нажмите кнопку **ок**. В результате обработанное изображение будет сохранено в дереве фреймов.

Трехмерное представление изображения

Для отображения данных в трехмерном представлении нажмите кнопку **3D**, расположенную в нижнем левом углу области анализа фреймов.

Масштабирование изображения осуществляется с нажатыми клавишей **<Ctrl>** и левой клавишей мыши.

Обработайте изображение, подобрав угол обзора, палитру. Вращение изображения осуществляется с нажатой левой клавишей мыши.

Для настройки палитры щелкните правой кнопкой мыши в области анализа фреймов. В открывшемся меню выберите пункт **Z Coloration**. Выберите на СЗМ изображении прямоугольную область, в соответствии с которой будет настроена цветовая палитра.

Сохраните изображение в виде рисунка, нажав кнопку **фото** (на Панели инструментов).

Измерение расстояний

С помощью линейки (кнопка **линейка**, расположенная на Панели инструментов) измерьте расстояния между отдельными дорожками DVD-диска.

Сохранения результатов измерений

1. Откройте окно **Image Analysis** кнопкой **Data**, расположенной на панели основных операций.

2. В главном меню окна **Image Analysis** выбираем команду **File – Save All Frames**.

3. В открывшемся диалоговом окне выберите каталог, в котором будут храниться полученные данные.

4. Введите название файла и сохраните его с расширением ***.mdt**.

Завершение работы

1. Закройте программу *Nova Px*.
2. Выключите СЗМ контроллер.
3. Выключите виброзащиту.
4. Выключите компьютер.

Содержание отчета

1. Отчет должен иметь титульный лист с указанием ФИО студента, номера группы и даты выполнения работы.
2. Название и цель работы.
3. Теория метода
4. Кратко, ход выполнения работы.
4. Описание полученных данных в ходе выполнения работы.
5. Выводы.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Назовите основные компоненты сканирующего зондового микроскопа и их назначение.
2. Назовите виды датчиков и принципы их действия.
3. В чем заключается пьезоэлектрический эффект.
4. Опишите конструкцию СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.
5. Опишите конструкцию зондового датчика СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II и принцип его действия.
6. Опишите механизм подвода зонда к образцу в СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II. Поясните параметры, определяющие силу взаимодействия зонда с образцом.
7. Объясните принцип сканирования и работы системы обратной связи. Расскажите о критериях выбора параметров сканирования.

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. Борн М., Вольф Э.. Основы оптики. М.: Наука, 1973.
2. Руска. Э. Развитие электронного микроскопа и электронной микроскопии - Нобелевские лекции по физике - 1996. УФН, т. 154 (1988), вып.2, с. 243.
3. Бинниг Г., Рорер Г. Сканирующая туннельная микроскопия - от рождения к юности - Нобелевские лекции по физике - 1996. УФН, т. 154 (1988), вып.2, с. 261.
4. Эдельман В.С. Сканирующая туннельная микроскопия (обзор). Приборы и техника эксперимента, 1989, №5, с.25.
5. Миронов В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии. Учебное пособие для студентов старших курсов высших учебных заведений. ИФМ РАН - г. Н. Новгород, 2004 г. 110 с.
6. Руководство по эксплуатации «СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II».

Лабораторная работа № 5

Количественный анализ и обработка полученного СЗМ изображения с помощью программного обеспечения атомно-силового микроскопа НАНОЭДЮКАТОР II

Цель работы: получить практические навыки в области обработки и количественного анализа СЗМ изображений.

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: основы сканирующей зондовой микроскопии, основные компоненты сканирующего зондового микроскопа, виды датчиков, сканеры, Систему обратной связи и конструкцию СЗМ НАНОЭДЮКАТОР II.

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Владеть: навыками работы с методами сканирующего зондового микроскопа.

Теоретический материал

Процесс сканирования поверхности в сканирующем зондовом микроскопе имеет сходство с движением электронного луча по экрану в электроннолучевой трубке телевизора. Зонд движется вдоль линии (строки) сначала в прямом, а потом в обратном направлении (строчная развертка), затем переходит на следующую строку (кадровая развертка). Движение зонда осуществляется с помощью сканера небольшими шагами под действием пилообразных напряжений, формируемых цифро-аналоговыми преобразователями. Регистрация информации о рельефе поверхности производится, как правило, на прямом проходе (рисунок 1).

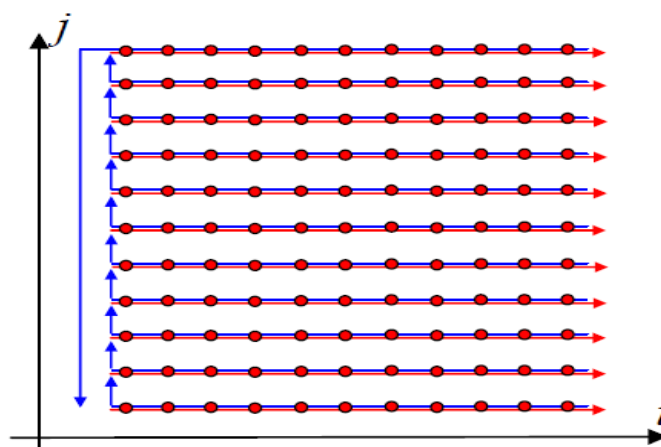


Рисунок 1 – Схематическое изображение процесса сканирования. Направление прямого хода сканера обозначено стрелками красного цвета, обратный ход сканера обозначен стрелками синего цвета. Регистрация информации производится в точках на прямом проходе

Информация, полученная с помощью сканирующего зондового микроскопа, хранится в виде СЗМ кадра - двумерного массива целых чисел a_{ij} (матрицы).

Физический смысл данных чисел определяется той величиной, которая оцифровывалась в процессе сканирования. Каждому значению пары индексов ij соответствует определенная точка поверхности в пределах поля сканирования. Координаты точек поверхности вычисляются с помощью простого умножения соответствующего индекса на величину расстояния между точками, в которых производилась запись информации:

$$x_i = x_0 \cdot i, \quad y_j = y_0 \cdot j.$$

Здесь x_0 и y_0 – расстояния между соседними точками вдоль оси X и Y , в которых производилась запись информации. Как правило, СЗМ кадры представляют собой квадратные матрицы, имеющие размер $2n$ (в основном 256×256 и 512×512 элементов). Визуализация СЗМ кадров производится средствами компьютерной графики, в основном, в виде трехмерных ($3D$) и двумерных яркостных ($2D$) изображений. При $3D$ визуализации изображение поверхности $Z = f(x,y)$, соответствующей СЗМ данным, строится в аксонометрической перспективе с помощью пикселей или линий. В дополнение к этому используются различные способы подсвечивания пикселей, соответствующих различной высоте рельефа поверхности. Наиболее эффективным способом раскраски $3D$ изображений является моделирование условий подсветки поверхности точечным источником, расположенным в некоторой точке пространства над поверхностью (рисунок 2). При этом удастся подчеркнуть мелкомасштабные неровности рельефа. Также средствами компьютерной обработки и графики реализуются масштабирование и вращение $3D$ СЗМ изображений. При $2D$ визуализации каждой точке поверхности $Z = f(x,y)$ ставится в соответствие цвет.

Наиболее широко используются градиентные палитры, в которых раскраска изображения производится тоном определенного цвета в соответствии с высотой

точки поверхности. На рисунке 3 для примера приведено *2D* изображение участка поверхности.

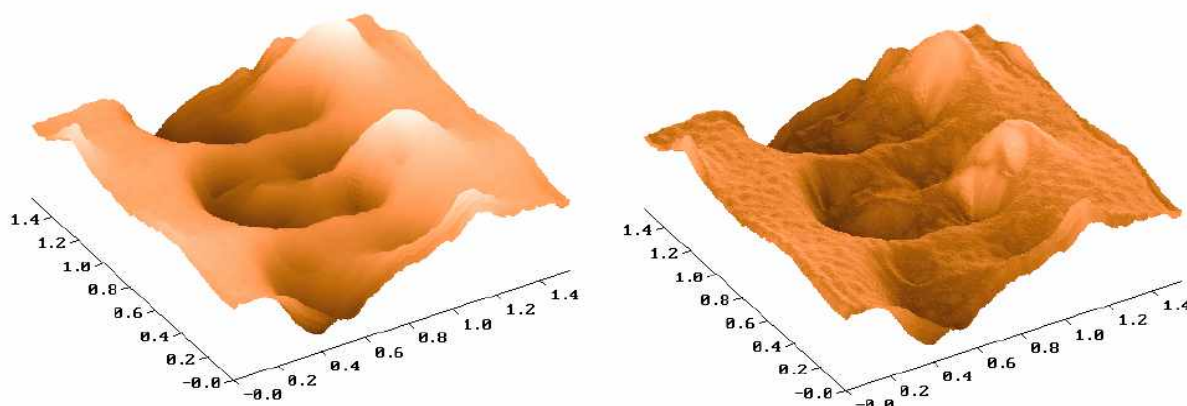


Рисунок 2 – *3D* визуализация рельефа поверхности с подсветкой по высоте и с боковой подсветкой

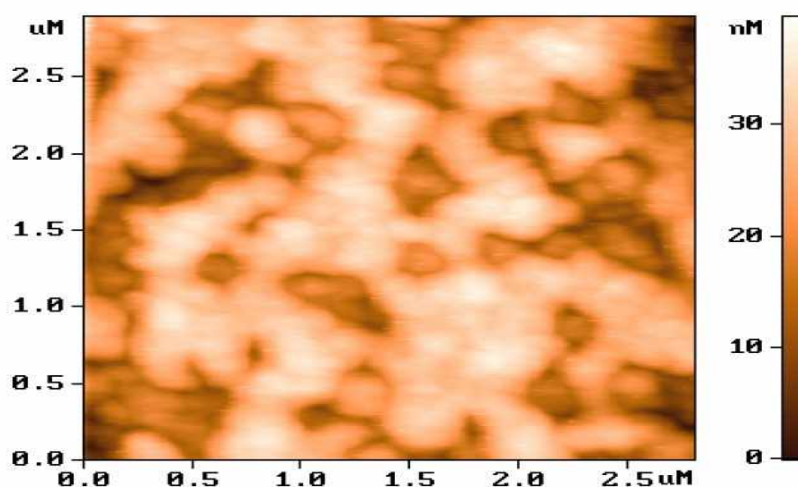


Рисунок 3 – Яркостное *2D* изображение поверхности

Локальные СЗМ измерения, как правило, сопряжены с регистрацией зависимостей исследуемых величин от различных параметров. Например, это зависимости величины электрического тока через контакт зонд-поверхность от приложенного напряжения, зависимости различных параметров силового взаимодействия зонда и поверхности от расстояния зонд-образец и др. Данная информация хранится в виде векторных массивов или в виде матриц размерностью

$2 \times N$. Для их визуализации в программном обеспечении микроскопов предусматривается набор стандартных средств изображения графиков функций.

СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, содержат также много побочной информации, искажающей данные о морфологии и свойствах поверхности. На рисунке 4 схематически представлены возможные искажения в СЗМ изображениях поверхности, обусловленные неидеальностью аппаратуры и внешними паразитными воздействиями.

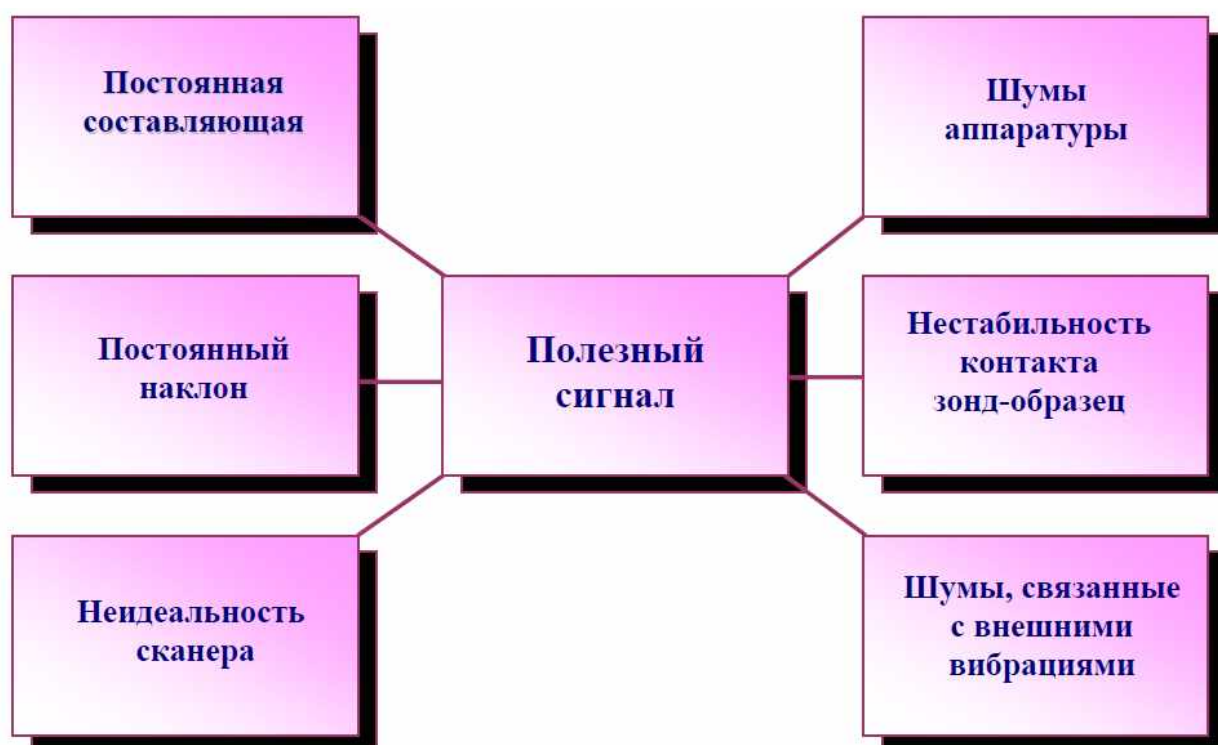


Рисунок 4 – Возможные искажения в СЗМ изображениях

Вычитание постоянной составляющей

СЗМ изображения, как правило, содержат постоянную составляющую, которая не несет полезной информации о рельефе поверхности, а отражает точность подвода образца в середину динамического диапазона перемещений сканера по оси Z . Постоянная составляющая удаляется из СЗМ кадра программным способом, так что новые значения высот рельефа в кадре равны:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - \bar{Z}, \quad \text{где } \bar{Z} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij}.$$

Вычитания постоянного наклона

Изображения поверхности, получаемые с помощью зондовых микроскопов, как правило, имеют общий наклон. Это может быть обусловлено несколькими причинами. Во-первых, наклон может появляться вследствие неточной установки образца относительно зонда; во-вторых, он может быть связан с температурным дрейфом, который приводит к смещению зонда относительно образца; в-третьих, он может быть обусловлен нелинейностью перемещений пьезосканера. На отображение наклона тратится большой объем полезного пространства в СЗМ кадре, так что становятся не видны мелкие детали изображения. Для устранения данного недостатка производят операцию вычитания постоянного наклона.

Для этого на первом этапе методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая плоскость $P(1)(x, y)$, имеющая минимальные отклонения от рельефа поверхности $Z = f(x, y)$ (рисунок 5). Затем производится вычитание данной плоскости из СЗМ изображения. Вычитание целесообразно выполнять различными способами в зависимости от природы наклона. Если наклон в СЗМ изображении обусловлен наклоном образца относительно оси зонда, то целесообразно произвести поворот плоскости на угол, соответствующий углу между нормалью к плоскости n и осью Z ; при этом координаты поверхности $Z = f(x, y)$ преобразуются в соответствии с преобразованиями пространственного поворота. Однако при данном преобразовании возможно получение изображения поверхности в виде многозначной функции $Z = f(x, y)$. Если наклон обусловлен термодрейфом, то процедура вычитания наклона сводится к вычитанию Z – координат плоскости из Z – координат СЗМ изображения:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - P_{ij}^{(1)}.$$

Это позволяет сохранить правильные геометрические соотношения в плоскости X, Y между объектами СЗМ изображения.

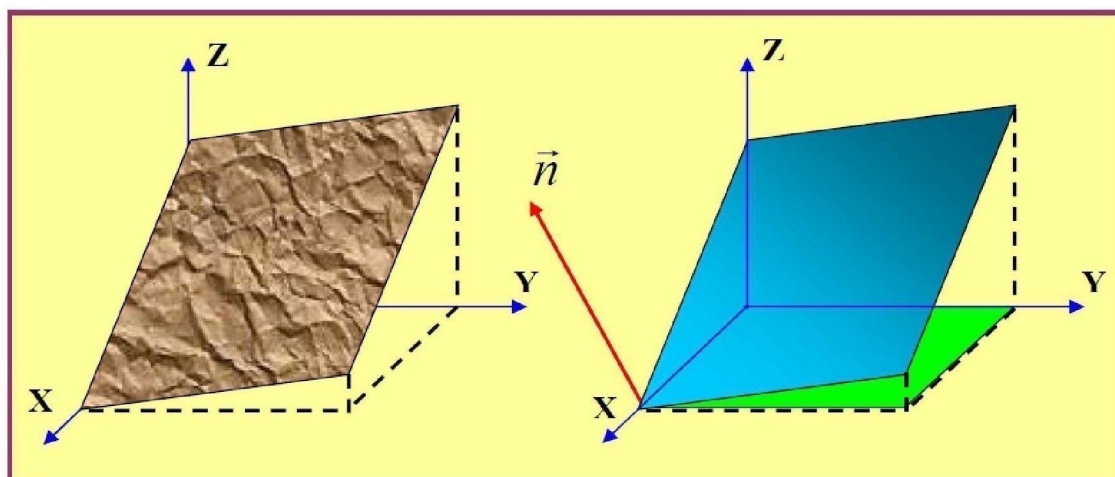


Рисунок 5 – Вычитание постоянной наклонной из СЗМ изображения поверхности

В результате получается массив с меньшим диапазоном значений, и мелкие детали изображения будут отображаться большим количеством цветов, становясь более заметными.

Устранение искажений, связанных с неидеальностью сканера

Для устранения искажений такого рода методом наименьших квадратов находится аппроксимирующая поверхность второго порядка $P(2)(x,y)$, имеющая минимальные отклонения от исходной функции $Z = f(x,y)$, и затем данная поверхность вычитается из исходного СЗМ изображения:

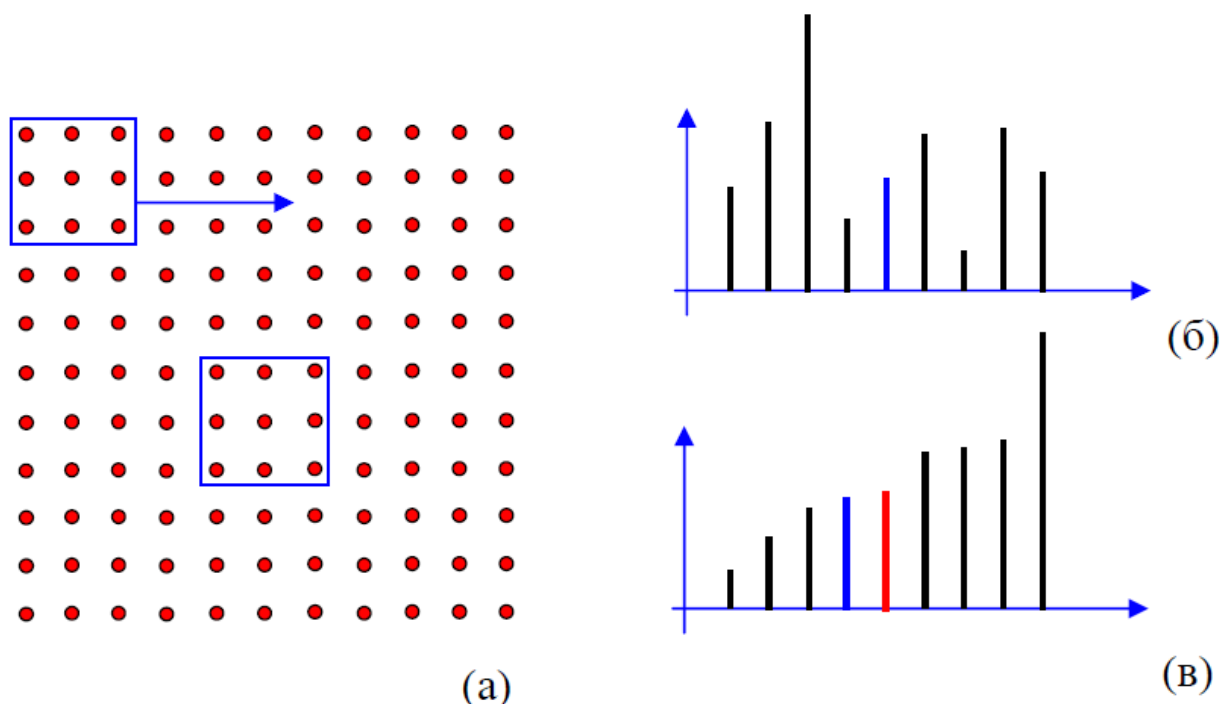
$$Z' = Z_{ij} - P_{ij}^2.$$

Фильтрация СЗМ изображений

Шумы аппаратуры (в основном, это шумы высокочувствительных входных усилителей), нестабильности контакта зонд-образец при сканировании, внешние акустические шумы и вибрации приводят к тому, что СЗМ изображения, наряду с полезной информацией, имеют шумовую составляющую. Частично шумы СЗМ изображений могут быть удалены программными средствами.

Медиальная фильтрация

Хорошие результаты при удалении высокочастотных случайных помех в СЗМ кадрах дает медианная фильтрация. Это нелинейный метод обработки изображений, суть которого можно пояснить следующим образом. Выбирается рабочее окно фильтра, состоящее из $n \times n$ точек (для определенности возьмем окно 3×3 , т.е. содержащее 9 точек (рисунок 6)).



- (а) – смещение окна в процессе фильтрации массива;
 (б) – расположение элементов в неотсортированном массиве
 (синим цветом помечен центральный элемент);
 (в) – расположение элементов в отсортированном массиве
 (новый центральный элемент помечен красным цветом)

Рисунок 6 – Принцип работы медианного фильтра с окном 3×3

В процессе фильтрации это окно перемещается по кадру от точки к точке, и производится следующая процедура. Значения амплитуды СЗМ изображения в точках данного окна выстраиваются по возрастанию, и значение, стоящее в центре отсортированного ряда, заносится в центральную точку окна. Затем окно сдвигается в следующую точку, и процедура сортировки повторяется. Таким образом, мощные случайные выбросы и провалы при такой сортировке всегда оказываются на краю сортируемого массива и не войдут в итоговое (отфильтрованное) изображение. Заметим, что при такой обработке по краям кадра остаются нефильтрованные области, которые отбрасываются в конечном изображении.

Усреднение по строкам

Избавится от дефекта можно с помощью процедуры выравнивания кадра по строкам. В каждой строке сканирования находится среднее значения рельефа:

$$\bar{Z}_j = \frac{1}{N} \sum_i Z_{ij}.$$

А затем из значений в каждой строке кадра вычитаются соответствующее средние значение:

$$Z'_{ij} = Z_{ij} - \bar{Z}_j$$

так что в новом кадре в каждой строке среднее будет равно нулю. Это приводит к тому, что ступеньки, связанные с резкими изменениями среднего значения в строках, будут удалены из кадра.

Фурье - фильтрация СЗМ изображений

Как известно, любая функция может быть представлена в виде интеграла Фурье. В случае СЗМ кадра преобразование Фурье производится над дискретными величинами. Фурье - образ поверхности можно получить по следующим формулам (через v обозначена мнимая единица – $\sqrt{-1}$):

$$F_{\alpha\beta} = \frac{1}{N^2} \sum_{ij} Z_{ij} \exp \left[2\pi v \left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right].$$

Соответственно обратное преобразование Фурье:

$$Z_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \exp \left[-2\pi v \left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right].$$

При Фурье-фильтрации производятся преобразования над пространственным спектром поверхности. Преобразованный Фурье-образ поверхности можно записать в виде:

$$F'_{\alpha\beta} = F_{\alpha\beta} * H_{\alpha\beta},$$

где $H_{\alpha\beta}$ представляет собой спектральную функцию применяемого фильтра. Тогда отфильтрованное изображение получается в результате обратного преобразования Фурье для обработанного спектра поверхности:

$$Z'_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} \cdot H_{\alpha\beta} \exp \left[-2\pi v \left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right].$$

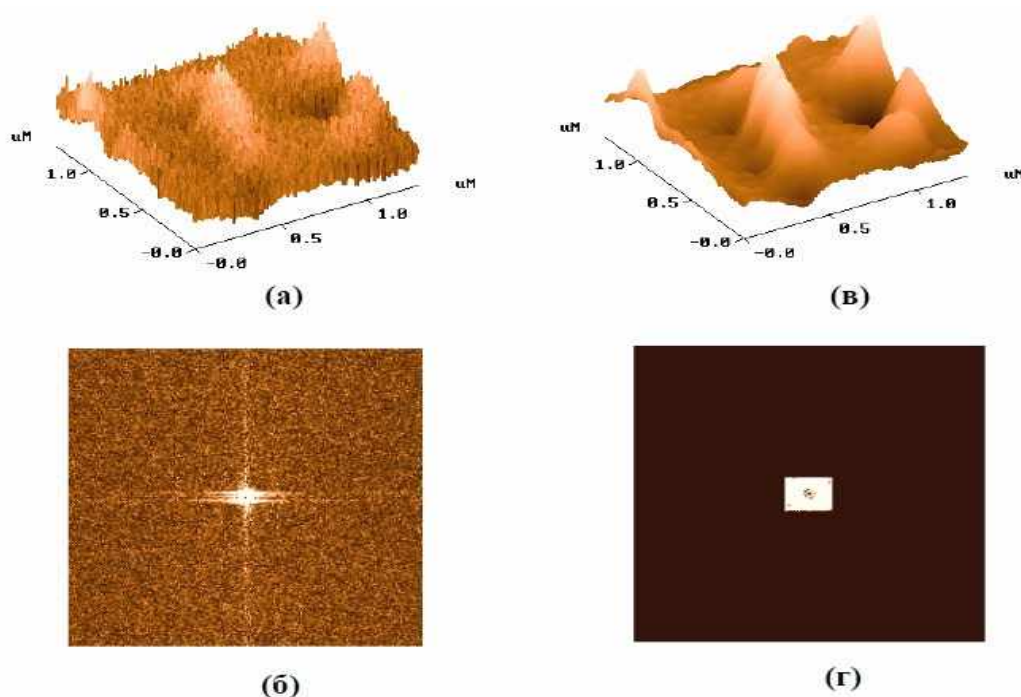
Наиболее распространенными являются фильтры низких и высоких частот с круговыми и квадратными окнами. Для фильтров низких частот спектральные функции фильтров определяются в виде:

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 1 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 0 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases}, \quad H_{\alpha\beta}^{sqtr} = \begin{cases} 1 & \text{для } |\alpha| \leq A; |\beta| \leq A \\ 0 & \text{для } |\alpha| > A; |\beta| > A \end{cases},$$

где величины R и A представляют собой соответственно радиус кругового и размер квадратного окна функции фильтра. По аналогии для фильтра высоких частот имеем:

$$H_{\alpha\beta}^{cir} = \begin{cases} 0 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} \leq R \\ 1 & \text{для } \sqrt{\alpha^2 + \beta^2} > R \end{cases}, \quad H_{\alpha\beta}^{sqtr} = \begin{cases} 0 & \text{для } |\alpha| \leq A; |\beta| \leq A \\ 1 & \text{для } |\alpha| > A; |\beta| > A \end{cases}.$$

На рисунки 7 показаны результаты Фурье-фильтрации из АСМ изображения реальной поверхности.



а – исходное АСМ изображения; б – спектр исходного изображения; в – отфильтрованное изображение; г – обработка спектра фильтром низких частот

Рисунок 7 – Пример применения Фурье-фильтрации к АСМ изображению поверхности

Для устранения нежелательных эффектов, связанных с резким изменением спектральной функции на краю фильтра и на границах кадра, применяют фильтры с более сложной спектральной функцией. На основе Фурье-образа можно рассчитать

ряд полезных характеристик поверхности. В частности, спектральная плотность мощности определяется в виде

$$S_{\alpha\beta} = |F_{\alpha\beta}|^2 = F_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta}^*$$

Расчет автокорреляционной функции поверхности:

$$C_{ij} = \sum_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta} F_{\alpha\beta}^* \exp \left[2\pi i \nu \left(\frac{\alpha \cdot i}{N} + \frac{\beta \cdot j}{N} \right) \right]$$

Таким образом, стандартное программное обеспечение зондовых микроскопов включает в себя достаточно широкий набор средств по визуализации и обработке СЗМ данных. Кроме того, изображения, полученные на сканирующем зондовом микроскопе, могут быть сохранены в одном из графических форматов, что позволяет использовать дополнительные возможности, предоставляемые современными пакетами компьютерных программ по обработке и коррекции изображений.

Методика и порядок выполнения лабораторной работы

Для выполнения лабораторной работы по анализу изображений используется *mdt*-файл, содержащий фреймы для демонстрации работы различных методов обработки изображений, реализованных в программе **Image Analysis**.

Откройте окно **Image Analysis** кнопкой **Data**, расположенной на Панели основных операций программы *Nova Pх*. В главном меню окна **Image Analysis** выберите команду **File – Open**. Загрузите *mdt*-файл с примерами сканированных изображений (*Examples.mdt*).

Задание 1. Планаризация изображения

1. Выберите фрейм **1_plane** (рисунок 8). Фрейм представляет собой сканированное изображение поверхности *DVD*-диска.

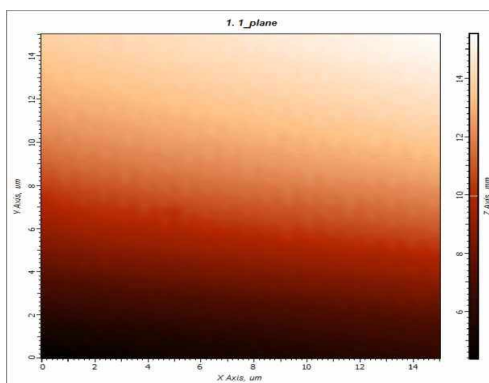


Рисунок 8 – Исходное изображения поверхности *DVD* – диска

2. Определить какого вида искажения, связаны с неидеальностью сканера, присутствуют на изображении (наклон, наличие постоянной составляющей, искажения второго порядка).

3. Проведите сечение изображения по осям X , Y . Сохраните фреймы сечений (кнопка **Ok**).

4. Проведите необходимую обработку изображения с помощью методик, доступных в программе (например, метод **Subtract Surface**, который активируется через главное меню, последовательным выбором пунктов **Analysis – Flatten Correction 2D – Subtract Surface**). Добейтесь максимальной плоскостности изображения. Сохраните полученный фрейм.

5. Проведите сечение изображения после обработки и сравните с сечением исходного изображения. Убедитесь в том, что искажения устранены. Сохраните фрейм сечения.

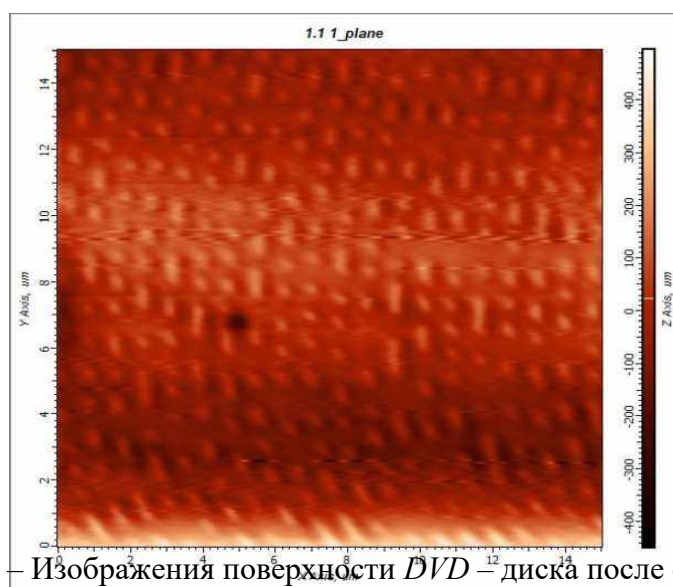


Рисунок 9 – Изображения поверхности DVD-диска после обработки

Задание 2. Применение фильтров

1. Выберите фрейм **2_filter** (рисунок 10).

2. Из набора фильтров, доступных в программе (меню **Filters** в окне **Image Analysis**), подберите один или несколько фильтров таким образом, чтобы на полученном изображении отдельные детали были выделены наиболее четко. Примерный вид изображения после обработки приведен на рисунке 11.

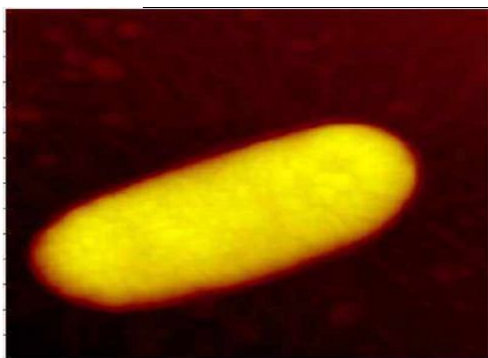


Рисунок 10 – Исходное изображение

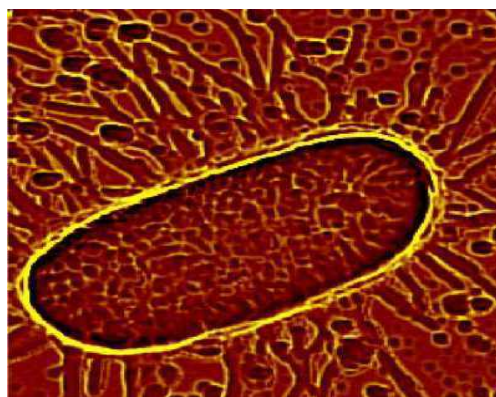


Рисунок 11 – Изображение после применения фильтра

Задание 3. Преобразование Фурье

1. Выберите фрейм **3-1_Fourier** калибровочной решетки *TGZ*).
2. Определите период решетки, используя метод сечения:
 - проведите сечение таким образом, чтобы направление сечения совпадало с направлением периодичности решетки;
 - в окне сечения с помощью двойного маркера измерьте период решетки.
 Для получения более достоверных результатов рекомендуется провести несколько таких измерений (10 – 20) и усреднить полученные результаты.
3. Определите период решетки, используя преобразование Фурье:
 - откройте окно **FFT Analysis** посредством двойного щелчка на **Fourier – FFT Analysis** (дерево методов, в правой части окна **Image Analysis**).
 - в окне **FFT Analysis** нажмите кнопку расчитан **Calculate**. В результате будет рассчитан Фурье - спектр (рисунок 12);

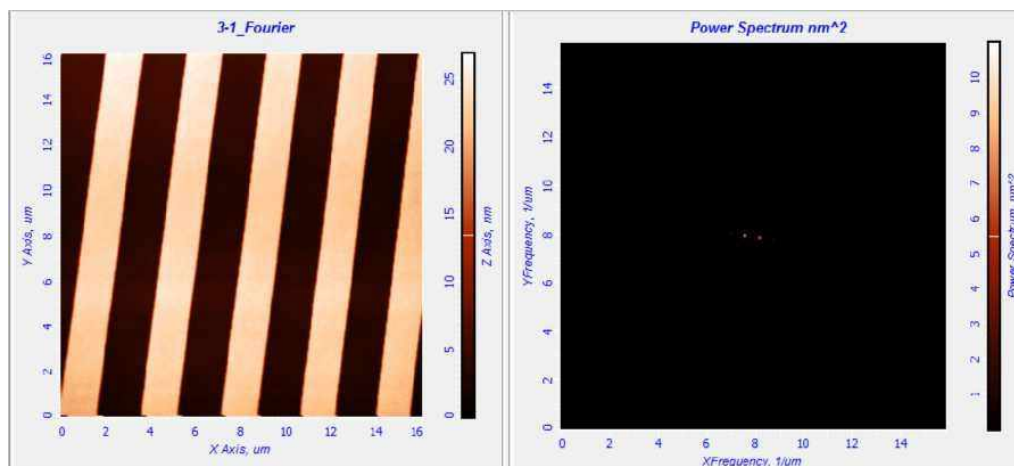


Рисунок 12 – Исходное изображение (слева) и Фурье-спектр (справа)

одномерной периодической структуры – с помощью инструмента лупа увеличить изображения Фурье-спектра, как показано на рисунке 13

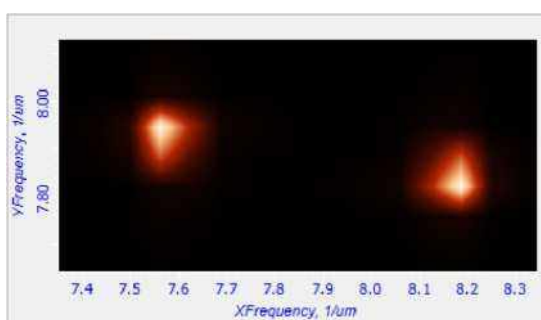


Рисунок 13 – Увеличенные изображения Фурье-спектра

– нажмите кнопку **R**, расположенную в верхнем углу окна *Image Analysis*, и щелкните мышью на области Фурье-плоскости, вносящей небольшой вклад в разложение исходного сигнала по пространственным частотам (светлые пятнышки) (рисунок 14). В результате в нижней части окна *FFT Analysis* появится колонка **FFT Measurement on measuring line**. Величина параметра **Wavelength** в данной колонке соответствует периоду решетки.

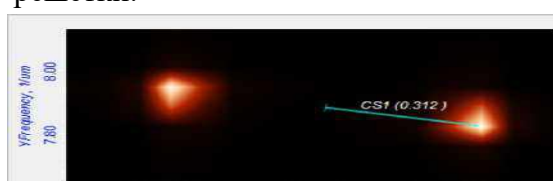


Рисунок 14 – Изображение определения периода решетки

4. Сравните периодичность изображений, измеренную при помощи сечения для исходного изображения, с результатами, полученными с помощью Фурье-образа.

5. Откройте фрейм **3-2_Fourier** (сканированное изображение фрагмента калибровочной решетки *TGQ*). Аналогичным образом определите периоды решетки в направлениях осей *OX* и *OY*. Сравните данные, полученные непосредственным измерением и при помощи Фурье-образа.

Задание 4. Фурье-фильтрация

1. Выберите фрейм **4_Fourier-filter**. Данный фрейм является изображением поверхности графита с наложенным внешним периодическим сигналом (рисунок 15).
2. Откройте окно **FFT Filtration** посредством двойного щелчка **Fourier – FFT Filtration** (дерево методов, в правой части окна **Image Analysis**).
3. В нижней части окна перейдите на вкладку **Rect Filter**.
4. Выберите **Filtration** пункт **Outside Rect**.
5. С помощью инструментов вырезания частот выберите область Фурье-плоскости, вносящую наибольший вклад в разложение исходного сигнала по пространственным частотам (светлые пятнышки).
6. В окне **FFT Analysis** нажмите кнопку **Calculate**. В результате будут удалены фурье-компоненты, соответствующие паразитным периодическим сигналам и результирующее изображение будет иметь вид как на рисунке 16.
7. Сохранить полученный фрейм (кнопка **Ok**).

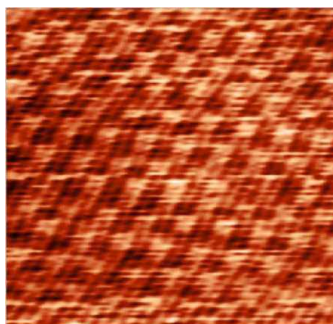


Рисунок 15 – Исходное АСМ изображения

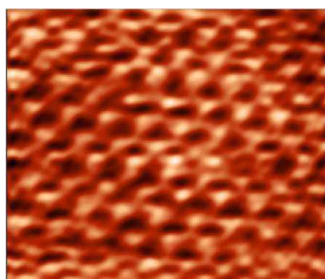


Рисунок 16 – АСМ изображение после применения Фурье- фильтрации

Содержание отчета

1. Отчет должен иметь титульный лист с указанием ФИО студента, номера группы и даты выполнения работы.
2. Название и цель работы.
3. Теория метода
4. Кратко, ход выполнения работы.
4. Описание полученных данных в ходе выполнения работы.
5. Выводы.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Какие типы искажений характерны для СЗМ изображений, и по каким причинам они возникают?
2. Каковы основные методы фильтрации СЗМ изображений?
3. Какие методы определения количественных характеристик СЗМ изображений вы знаете?
4. Для каких изображений следует воспользоваться частотным представлением?
5. Какую информацию об объекте можно получить по Фурье-образу его изображения?

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. Дуда Р., Харт П. Распознавание образов и анализ сцен. - М.: Мир, 1976, 511 стр.
2. Прэтт У. Цифровая обработка изображений - М.: Мир, 1982, книги 1, 2, 790 стр.
3. Ярославский Л.П. Введение в цифровую обработку изображений - М.: Сов.радио, 1979. 312 стр.

Лабораторная работа № 6 Эллипсометрические методы исследования толщины тонких пленок

Цель работы: определить толщину пленок по коэффициенту отражения с помощью методики измерения спектрального эллипсометра.

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: методику измерения толщины и оптических характеристик тонких слоев диэлектриков и полупроводников для одно-, двух- и трехслойных структур с помощью спектрального эллипсометра.

Уметь: моделировать измерения эллипсометрических параметров для оптимизации эксперимента, правильного выбора исходных параметров и оценки погрешности измерений. Провести измерение толщины и показателя преломления пленок SiO_2 и Si_3N_4 на подложке кремния, двухслойных структур $Si-SiO_2-Si_3N_4$ и других.

Владеть: навыками измерения толщины методами спектральной эллипсометрии.

Теоретический материал

Тонкие слои диэлектриков, полупроводников и металлов в различных сочетаниях используются в микро- и нанoeлектронике при создании полупроводниковых структур, или устройств, при нанесении пассивирующих, просветляющих или отражающих покрытий, для создания омических контактов и в целом ряде других случаев. Как правило, толщины таких слоев должны быть выращены с прецизионной точностью. Например, ошибка в толщине просветляющего покрытия, составляющая одну десятую длины волны в материале (т.е. $d \approx 10$ нм), может заметно повлиять на его спектральные характеристики. Особенно актуальной проблема измерения толщин сверхтонких слоев становится в связи с тенденцией миниатюризации электронных устройств и перехода технологических процессов ко все меньшим и меньшим размерам. Измерения оптических постоянных тонких слоев могут иметь как самостоятельное значение (например, при создании оптоэлектронных устройств), так и служить косвенной характеристикой физических и структурных и иных свойств этих слоев. Например, показатель преломления диоксида кремния зависит от его плотности, наличия пор и содержания гидроксильных групп. Показатель преломления нитрида кремния в значительной степени зависит от технологии его изготовления.

Метод эллипсометрии наиболее удобен для измерений оптических характеристик рядом преимуществ: он является бесконтактным, экспрессным, высокочувствительным и технологичным.

Оборудование и материалы

Описание эллипсометрических установок

Эллипсометр включает следующие узлы и компоненты (рисунок 1):

- Источник света: лампа с блоком поджига; источник питания; монохроматор; основание; световолокно
- Плечо поляризатора: коллимационная линза; поляризатор.

Плечо анализатора: два анализатора; светоотделяющий фазосдвигающий элемент; фотодиоды с усилительно-приемными устройствами; основание; гониометр с механизмами установки угла падения света; предметный столик.

Источник света

На основании источника света закреплены: корпус лампы с блоком поджига, источник питания и монохроматор.

Устройство источника света включает ксеноновую дуговую лампу высокого давления мощностью 120Вт. Лампа размещена в специальном термоохлаждаемом корпусе. Лампа закреплена на контактах, жестко связанных с устройством поджига и вместе с устройством поджига имеет возможность вертикального перемещения для настройки.

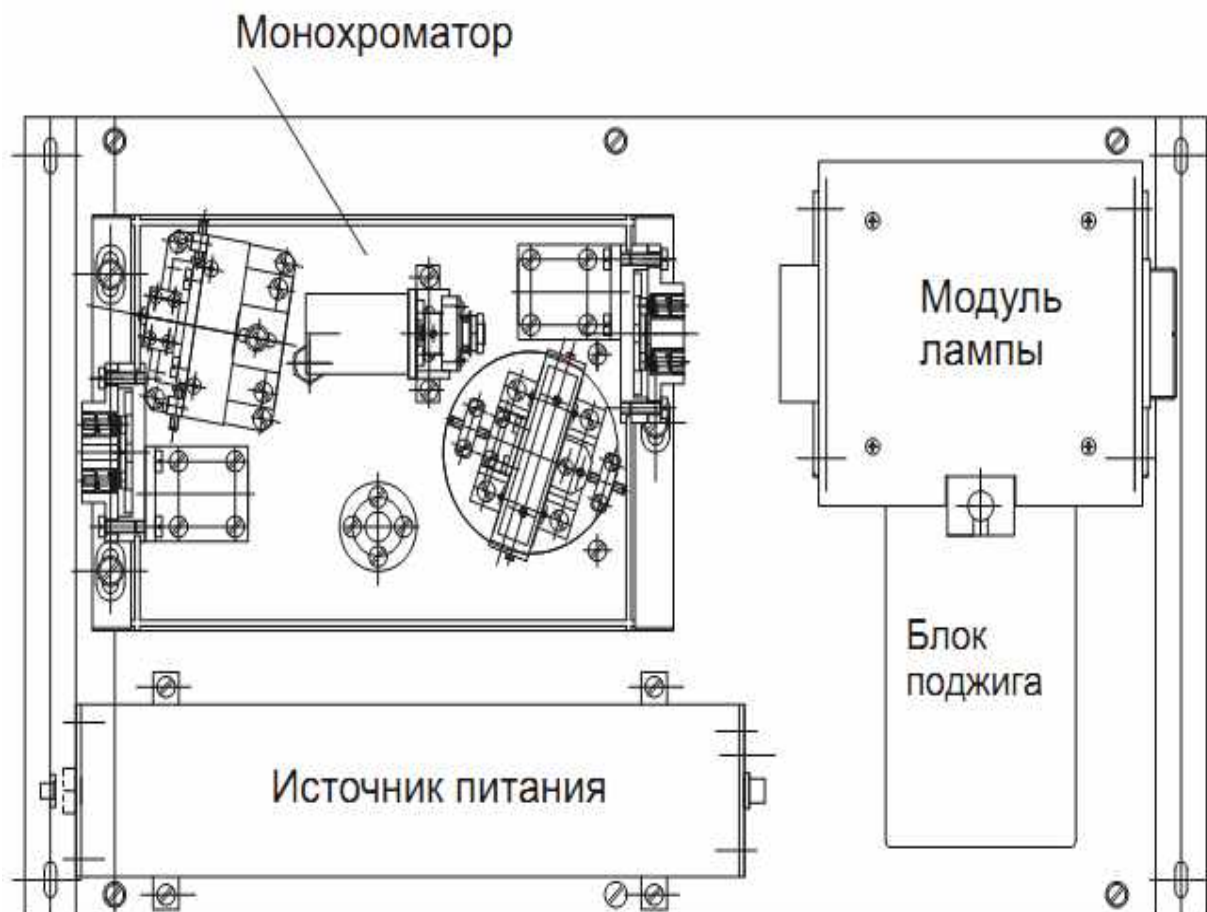


Рисунок 1 – Схема эллипсометрической установки

Стабилизированный источник питания предназначен для питания лампы и монохроматора. Малогабаритный монохроматор управляется от компьютера через контроллер. Плата контроллера расположена в нижней половине монохроматора.

Световое излучение из монохроматора передается в плечо поляризатора через кварцевое световолокно (рисунок 2).

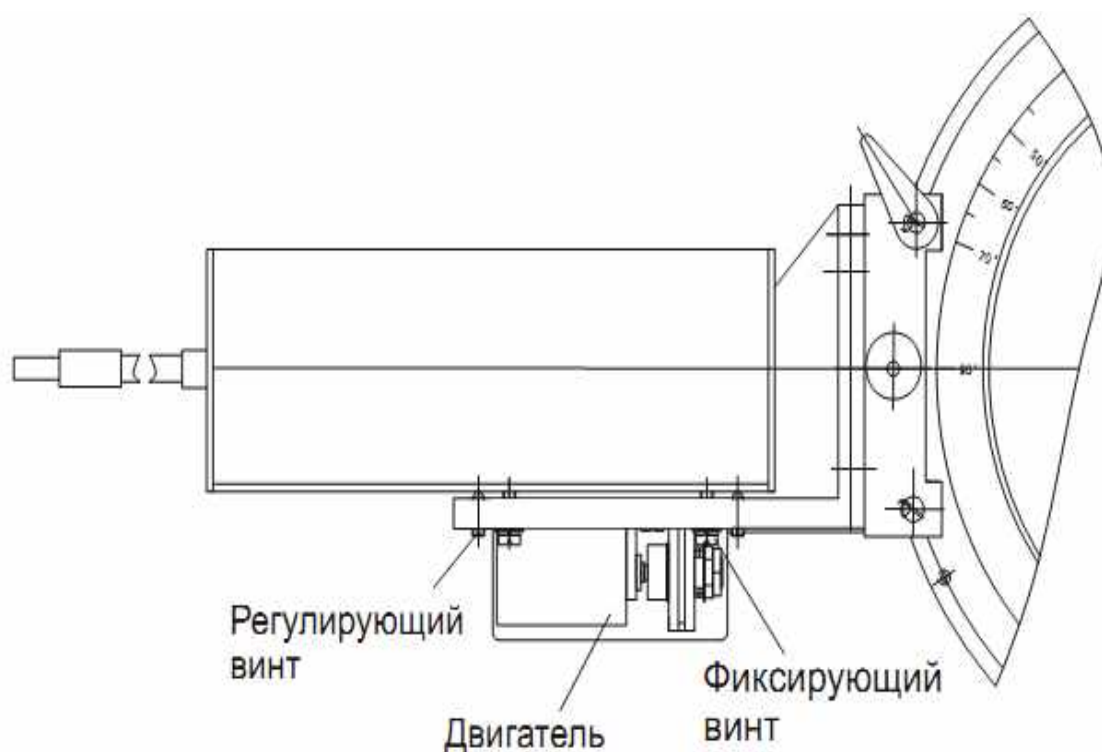


Рисунок 2 – Плечо поляризатора схематическое изображение

Плечо поляризатора фиксируется на кронштейне гониометра крепежными винтами. Регулировочные винты предназначены для настройки положения плеча поляризатора. Поляризационная призма имеет возможность поворота вокруг оси и

фиксации в положении -45° , $+45^\circ$. Переключение положения призмы поляризатора осуществляется мотором от компьютера через контроллер, расположенный под плечом поляризатора.

Плечо анализатора

Плечо анализатора (рисунок 3), так же как плечо поляризатора фиксируется на кронштейне гониометра крепежными винтами. Регулировочные винты предназначены для настройки положения плеча анализатора. В приемном плече анализатора измеряется состояние поляризации света, отраженного от поверхности образца.

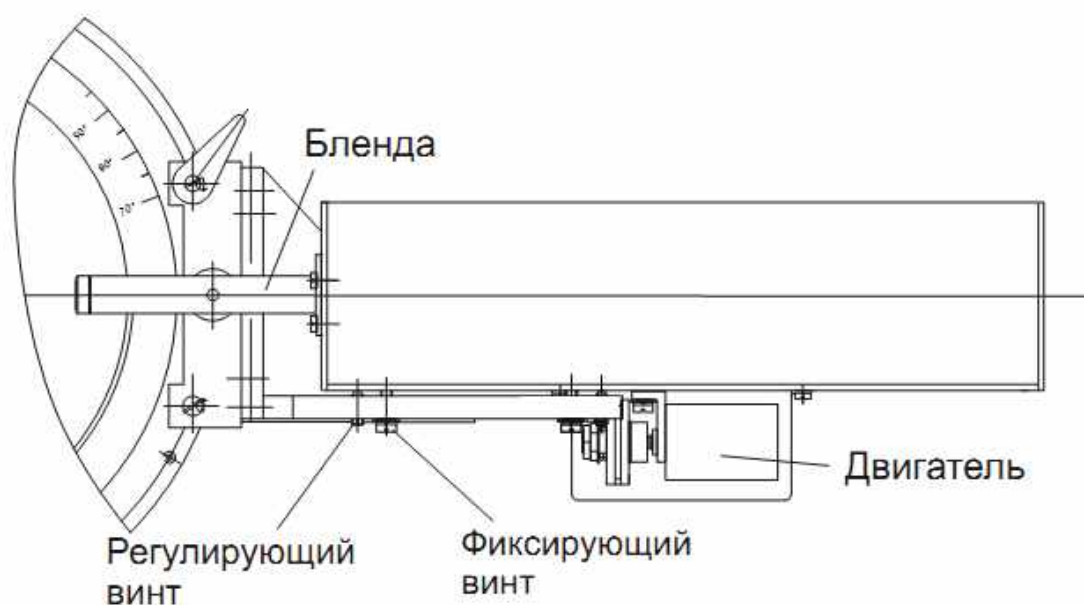


Рисунок 3 – Плечо анализатора схематическое изображение

Анализирующее устройство в фазовом измерительном канале позволяет изменять азимут анализатора вместе с фотоприемником и устанавливать его в положение 0° или 45° относительно плоскости падения в зависимости от условий измерения.

Два положения анализатора предусмотрены для проведения измерений, исключающих неоднозначность определения параметра ψ , а также для выбора наиболее оптимальных условий измерений.

Сигналы I_1 и I_2 , а также I_3 и I_4 , снимаемые с фотоприемников обоих каналов оцифровываются с помощью АЦП и передаются в компьютер для дальнейших расчетов эллипсометрических параметров и оптических характеристик.

Механизм изменения угла падения

Плечи эллипсометра имеют возможность подниматься и фиксироваться в угловых положениях 0, 45, 50, 55, 60, 65, 70 и 90°. Для изменения угла нужно ослабить прижим, оттянуть на себя фиксатор, поднять или опустить плечо поляризатора (или анализатора) до щелчка в нужном положении и затянуть прижим. Совпадение риски со значением на нониусе показывает установленный угол падения (рисунок 4).

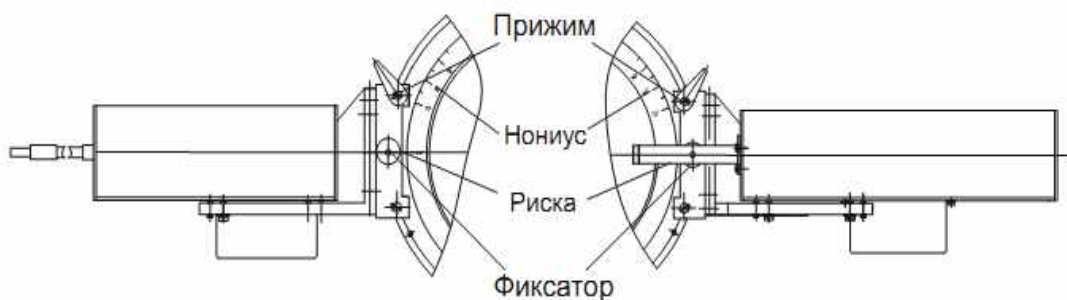


Рисунок 4 – Механизм изменения угла падения

Предметный столик

Предметный столик закреплен на основании эллипсометра. Столик может вертикально перемещаться с помощью гайки вертикального перемещения для компенсации толщины измеряемого образца (рисунок 5).

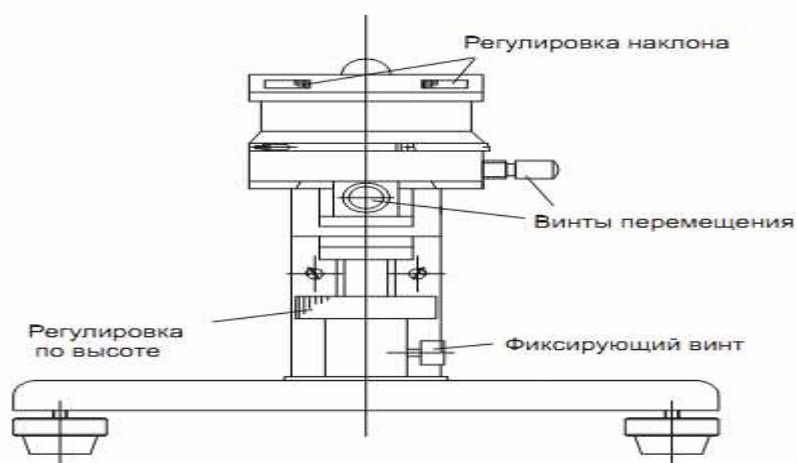


Рисунок 5 – Схематическое изображение предметного столика закрепленного на основании эллипсометра

Кроме того, столик может перемещаться в двух горизонтальных направлениях с помощью микровинтов, а также вращаться вокруг своей оси на 360°. Вертикальное положение столика фиксируется стопорным винтом.

Для настройки углового положения образца верхняя пластина столика регулируется с помощью винтов.

Настройка образца в рабочее положение:

- Поместите образец на предметный столик
- Установите желаемый угол падения
- Вращением гайки подъема столика добейтесь прохождения отраженного от образца светового пучка через центр диафрагмы.

Сканирующий эллипсометр высокого пространственного разрешения

Эллипсометр включает следующие узлы и компоненты:

Плечо поляризатора:

- HeNe лазер;
- узел поляризатора;
- микрофокусирующая насадка.

Плечо анализатора:

- два узла анализатора;
- светоделительный фазосдвигающий элемент;
- фотодиоды с усилительно-приемными устройствами;
- микропроекционная насадка.

Основание:

- гониометр с механизмами установки угла падения света;
- сканирующий предметный столик;
- автоколлиматор/микроскоп.

Плечо поляризатора

Плечо поляризатора фиксируется на кронштейне гониометра крепежными винтами. Регулировочные винты предназначены для настройки положения плеча поляризатора.

Поляризационная призма имеет возможность поворота вокруг оси и фиксации в положении -45° , $+45^\circ$. Переключение положения призмы поляризатора осуществляется от компьютера двигателем постоянного тока через контроллер, расположенный под плечом поляризатора (рисунок 6).

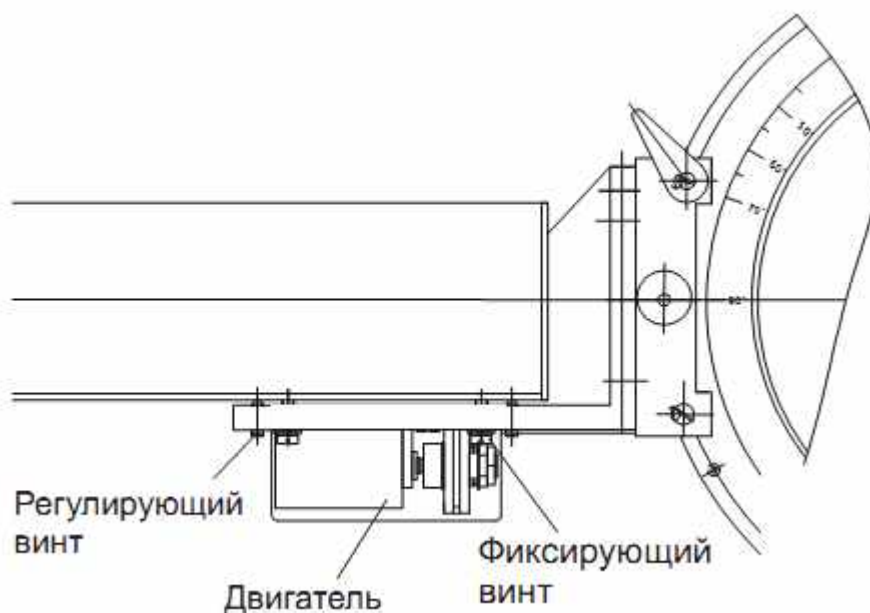


Рисунок 6 – Схема переключения положения призмы поляризатора

Плечо анализатора

Плечо анализатора, так же как плечо поляризатора фиксируется на кронштейне гониометра крепежными винтами. Регулировочные винты предназначены для настройки положения плеча анализатора.

В приемном плече анализатора измеряется состояние поляризации света, отраженного от поверхности образца.

Анализирующее устройство в фазовом измерительном канале позволяет изменять азимут анализатора вместе с фотоприемником и устанавливать его в положение 0° или 45° относительно плоскости падения в зависимости от условий измерения.

Два положения анализатора предусмотрены для проведения измерений, исключающих неоднозначность определения параметра Ψ , а также для выбора оптимальных условий измерений.

Сигналы I_1 и I_2 , а также I_3 и I_4 , снимаемые с фотоприемников обоих каналов оцифровываются с помощью АЦП и передаются в компьютер для дальнейших расчетов эллипсометрических параметров и оптических характеристик.

Механизм изменения угла падения

Плечи эллипсометра имеют возможность подниматься и фиксироваться в непрерывном диапазоне от 45 до 90 град. Для изменения угла падения ослабьте

фиксирующие винты с задней стороны гониометра и, поддерживая плечо, установите его в требуемое положение. Затяните фиксирующие винты. При необходимости произведите тонкую доводку угла падения регулировочным винтом.

Совпадение риски со значением на нониусе показывает установленный угол падения.

Предметный столик

Сканирующий двух-координатный предметный столик (рисунок 8) закреплен на основании эллипсометра. Перемещение по обоим координатам осуществляется от шаговых приводов в пределах 0 – 150 мм. Столик может вертикально перемещаться с помощью винта вертикального перемещения для компенсации толщины измеряемого образца.

Вертикальное положение столика фиксируется стопорным винтом. Угловое положение плоскости образца настраивается наклоном верхней пластины столика с помощью регулировочных винтов.

Микропроеекционная система

Микропроеекционная система предназначена для фокусировки лазерного пучка на поверхности измеряемого локального объекта и контролирования качества наведения. Она включает в себя следующие узлы:

- фокусирующий микрообъектив;
- осветитель микропроеекционной системы, расположенный в плече поляризатора;
- микроскопическая система, расположенная на входе плеча анализатора.

Настройка образца в рабочее положение:

Задания для выполнения лабораторной работы

1. Изучить принципы работы эллипсометра.
2. Установка и подготовка исследуемого образца.
3. Обработка экспериментальных результатов.

Методика и порядок выполнения лабораторных работ

Схема запуска эллипсометра и результаты измерений

Перед началом измерений необходимо включить источник питания лазера и амперметр и прогреть не менее 5 минут. Затем необходимо измерить интенсивность падающего излучения. Для этого проводят Фотоприемник под излучение лазера и измеряют интенсивность падающего излучения, путем измерения тока

фотоприемника. Затем устанавливают образец и проводят измерение интенсивности отраженного света при различных углах падения излучения. Результаты заносятся в таблицу 1.

Таблица 1– Обработка результатов

θ_1	I	I/I_0	R	r_{12}	r_{23}

Обработка экспериментальных результатов

1. Определить коэффициент преломления подложки, используя ФОРМУЛУ коэффициента отражения Френеля.
2. Определить толщину пленки, используя Формулу обобщенного коэффициента отражения Френеля.
3. Построить график зависимости интенсивности отраженного света в зависимости от угла для чистой подложки с пленкой.

Содержание отчета

1. Отчет должен иметь титульный лист с указанием ФИО студента, номера группы и даты выполнения работы.
2. Название и цель работы.
3. Теория метода
4. Кратко, ход выполнения работы.
4. Описание полученных данных в ходе выполнения работы.
5. Выводы.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Как связаны интенсивность и амплитуда волны?
2. Как зависит коэффициент отражения от угла падающего света при заданной толщине пленки?
3. Как зависит коэффициент отражения от толщины пленки при заданном угле падения?

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. Брандон, Д. Микроструктура материалов. Методы исследования и контроля / Б. Брандон, У. Каплан. – М. : Техносфера, 2004. – 384 с.

2. Кобаяси, Н. Введение в нанотехнологию / Н. Кобаяси ; пер. с яп. А. В. Хачояна ; под ред. Л. Н. Патрикеева. – М. : БИНОМ. Лаб. знаний, 2008. – 134 [2] с. : ил. – (нанотехнология). – ISBN 4-492-09151-3(яп.). – ISBN 978-5-94774-841-3(рус.).
3. Пасынков, В. В. Материалы электронной техники. Учебник. / В. В. Пасынков, В. С. Сорокин – СПб.: Издательство «Лань», 2003. – 368 с.
4. Золотухин, И. В. Новые направления физического материаловедения. Учебное пособие / И. В. Золотухин, Ю. Е. Калинин, О. В. Стогней. – Воронеж : Издательство воронежского государственного университета, 2000. – 360 с.
5. ГОСТ Р 12.1.031-2010 НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ Система стандартов безопасности труда. ЛАЗЕРЫ. Методы дозиметрического контроля лазерного излучения.
6. ГОСТ 12.2.003-91 МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ. Система стандартов безопасности труда. ОБОРУДОВАНИЕ ПРОИЗВОДСТВЕННОЕ. Общие требования безопасности
7. ГОСТ 8.605-2011 МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ. Государственная система обеспечения единства измерений. ОСУДАРСТВЕННАЯ ПОВЕРОЧНАЯ СХЕМА ДЛЯ СРЕДСТВ ИЗМЕРЕНИЙ ЭЛЛИПСОМЕТРИЧЕСКИХ УГЛОВ

Лабораторная работа № 7

Методика исследования концентрации связанного водорода с помощью ИК Фурье-спектрометра ФСМ-1201; 1211

Цель работы: освоение методики измерения концентрации водорода по спектрам ИК-пропускания на ИК Фурье-спектрометре ФСМ-1201; 1211.

Измеряемая величина: атомная доля водорода (ат. %).

С помощью данной методики можно измерить концентрацию только связанного с углеродом водорода. Водород, находящийся в порах матрицы материала, не идентифицируется.

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: теоретические основы методики измерения спектра ИК-пропускания на ИК Фурье-спектрометре ФСМ-1201; 1211.

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Владеть: навыками методик измерения спектра ИК-пропускания на ИК Фурье-спектрометре ФСМ-1201; 1211.

Теоретический материал

Принцип работы спектральных приборов

Разложение излучения сложного состава осуществляется двумя методами. Первый метод – пространственное разделение спектра, или селективная фильтрация, второй – селективная модуляция. Несмотря на принципиальное различие обоих методов, можно представить работу спектрального прибора следующим образом.

Пусть имеется исследуемое спектральное распределение (рисунок 1, а), описываемое функцией $f_u(\lambda)$. Спектральный прибор, разлагающий и регистрирующий это распределение, можно характеризовать некоторой функцией $f_a(\lambda - \lambda_i)$, которая описывает способность спектрального прибора выделять узкие участки спектра с шириной $\delta\lambda$ (рисунок 1, б) и называется аппаратной функцией или функцией пропускания спектрального прибора. Из понятия аппаратной функции ясно, что чем меньше ее ширина, тем точнее будет измерена спектральная линия или полоса и тем более тонкая структура спектра может быть исследована.

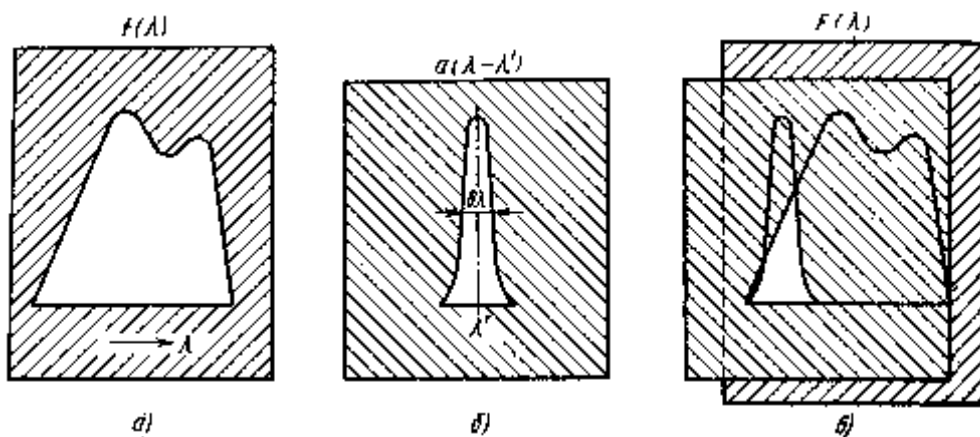


Рисунок 1 – Иллюстрация принципа работы спектрального прибора

Наблюдаемое распределение энергии излучения источника $F(\lambda)$ будет описываться некоторой функцией

$$F(\lambda) = \int_0^{\infty} f_u(\lambda_i) f_a(\lambda - \lambda_i) d\lambda_i. \quad (1)$$

Процесс измерения спектров сводится к следующему. Исследуемое излучение со спектральным распределением $F(\lambda)$ направляется на спектральный селективный фильтр или спектральный селективный модулятор.

В первом случае селективный фильтр выделяет интервал $\delta\lambda$ в окрестности каждой λ_i и перестраивается во времени по закону $\lambda_i(t)$. Это называется сканированием спектра. На приемник приходят спектральные компоненты $(\delta\lambda)$. Электрический сигнал регистрирующего устройства дает функцию $F(t)$ или $F(\lambda)$, т.е. наблюдаемый спектр (рисунок 1, в).

Во втором случае, т.е. в случае со спектральной селективной модуляцией на фотоприемник одновременно приходит излучение на многих длинах волн λ_i . Это излучение модулируется разными частотами f_i (для каждой λ_i своя $f_{\text{модул.}}$). На фотоприемнике потоки Φ_i складываются и образуют сложный электрический сигнал. Спектр электрического сигнала несет информацию о спектре исследуемого излучения. Спектр источника получается при Фурье-преобразовании регистрируемого сигнала [2].

Интерферометр

Примером прибора, в котором разложение сложного спектрального состава происходит методом частотной селективной модуляции, является Фурье-спектрометр. В основе метода Фурье-спектроскопии лежит то, что излучению каждой длины волны

соответствует определенная интерференционная кривая, получаемая с помощью интерферометра при изменении в нем разности хода, например, перемещением подвижного зеркала в интерферометре Майкельсона.

Основной принцип работы всех интерферометров можно суммировать следующим образом (рисунок 2). Падающая световая волна интенсивности I_0 делится на две или более парциальных волн с амплитудами A_k , которые проходят различные оптические пути с длинами $s_k = nx_k$ (n – показатель преломления) и потом снова перекрываются на выходе интерферометра. Поскольку все парциальные волны выходят из одного и того же источника, они когерентны, пока максимальная разность хода не превысит длину когерентности. Результирующая амплитуда прошедшей волны, которая является суперпозицией всех парциальных волн, зависит от амплитуд A_k , и фаз $\varphi_k = \varphi_0 + 2\pi s_k/\lambda$ этих волн. Суммарная амплитуда существенно зависит от длины волны λ .

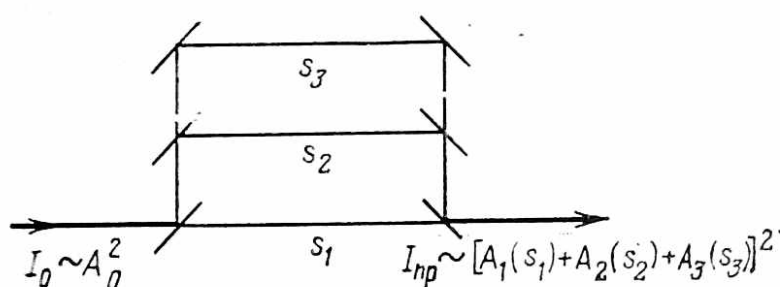


Рисунок 2 – Схематическая иллюстрация принципа действия всех интерферометров

Максимальная интенсивность прошедшей волны достигается в том случае, когда осуществляется усиливающая интерференция всех парциальных волн. Это дает условие для оптической разности хода $\Delta s_{ik} = s_i - s_k$:

$$\Delta s_{ik} = m\lambda \quad (m = 1, 2, 3 \dots). \quad (2)$$

Интенсивность прошедшей волны $I_{пр}$ пропорциональна квадрату результирующей амплитуды:

$$I_{пр} \sim \left| \sum_k A_k \right|^2 \quad (3)$$

Примером прибора, в котором интерферируют только два парциальных пучка, является интерферометр Майкельсона.

Условие (2) для максимума пропускания интерферометра справедливо не только для одной длины волны λ , но и для всех λm , для которых

$$\lambda m = \Delta s / m \quad (m = 1, 2, 3 \dots). \quad (4)$$

Интервал длин волн

$$\delta\lambda = \Delta s / m - \Delta s / (m + 1) = \Delta s / (m^2 + m) \quad (5)$$

называется областью дисперсии интерферометра. Выражая ее как $\nu = c/\lambda$, условие (2) дает $\Delta s = mc/\nu$, и в единицах частоты область дисперсии

$$\delta\lambda = c/\Delta s \quad (6)$$

становится не зависящей от порядка m .

Интерферометр позволяет определить длину волны λ с точностью до $m\delta\lambda$, поскольку $\lambda = \lambda_0 + m\delta\lambda$ – все волны с такими длинами имеют одинаковое пропускание [3].

Интерферометр Майкельсона

В интерферометре Майкельсона (рисунок 3) световой пучок делится светоделительной пластинкой P_1 на два пучка, которые после прохождения оптических путей Z_1 и Z_2 возвращаются на светоделитель и смешиваются.

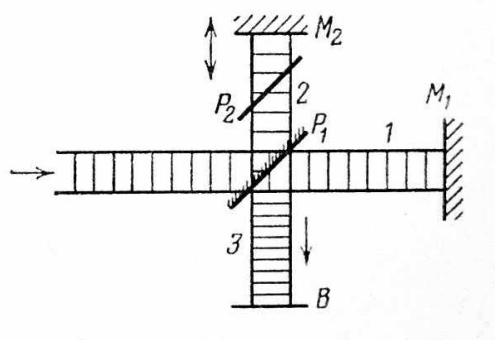


Рисунок 3 – Двухлучевая интерференция в интерферометре Майкельсона

Если свет в светоделительной пластинке $P_1(R, T)$ не поглощается, то $R+T=1$, где R и T – коэффициент отражения и коэффициент пропускания соответственно. Компенсирующая пластинка P_2 служит для компенсации дисперсии для пучка 1 в делительной пластинке P_1 . Разность фаз между двумя волнами в плоскости В:

$$\Delta\varphi_B = \frac{2\pi}{\lambda} 2(P_1 M_1 - P_1 M_2) + \delta\varphi, \quad (7)$$

где $\Delta\varphi$ – дополнительная разность фаз, которая может возникнуть при отражении. Если зеркало M_2 смещать на величину Δy , то оптическая разность хода будет изменяться:

$$\Delta s = 2n\Delta y, \quad (8)$$

где n – показатель преломления среды между пластиной P1 и зеркалом M2. Разность фаз изменится на:

$$\Delta\varphi = \frac{2\pi}{\lambda} \Delta s. \quad (9)$$

На рисунке 4 представлена зависимость интенсивности $I_{\text{пр}}$ в плоскости B от δ для случая падающей плоской монохроматической волны.

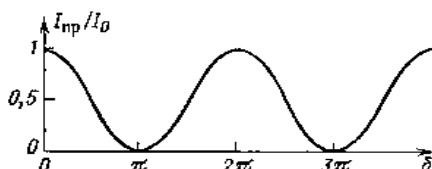


Рисунок 4 – Пропускание интерферометра Майкельсона в зависимости от разности фаз двух парциальных пучков при $T = R = 0.5$

В максимуме при $\delta = 2m\pi$ ($m = 0, 1, 2, \dots$) интенсивность прошедшего света $I_{\text{пр}}$ становится равной интенсивности падающего света I_0 . Это означает, что пропускание интерферометра $Tu = 1$ при $\delta = 2m\pi$. В минимуме при $\delta = (2m + 1)\pi$ интенсивность прошедшего света $I_{\text{пр}}$ равна нулю. Падающая плоская волна отражается назад в источник. Отсюда следует, что интерферометр Майкельсона может служить или фильтром, пропускание которого зависит от длины волны, или селективным по длинам волн отражателем света. В случае расходящегося падающего излучения разность между двумя волнами зависит от угла падения (рисунок 5). В плоскости B возникает интерференционная картина, состоящая из колец, concentричных с осью симметрии системы. Смещение зеркала M_2 приводит к изменению диаметра колец. Интенсивность $I(\theta, \Delta s)$ в пределах малой апертуры еще следует приблизительно за ходом функции $I(\Delta s)$ на рисунок 4. В случае параллельного падающего пучка света, но слегка наклоненных зеркал M_1 или M_2 интерференционная картина состоит из параллельных полос, которые сдвигаются в перпендикулярном к полосам направлении при изменении Δs .

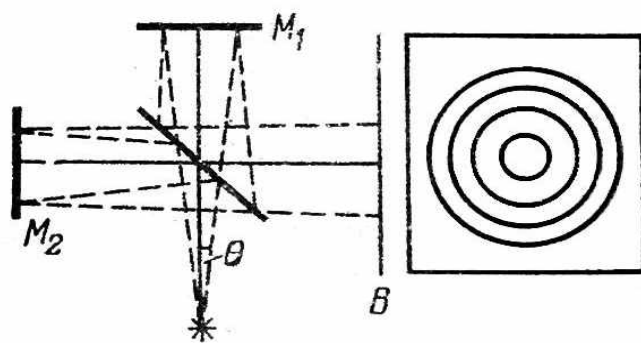


Рисунок 5 – Картина колец, образующихся в интерферометре Майкельсона при расходящемся падающим излучении

Интерферометр Майкельсона, как модулятор света

Интерферометр Майкельсона можно использовать для абсолютных измерений длин волн. Для этого нужно посчитать число N максимумов в плоскости В при смещении зеркала M_2 на известное расстояние Δy .

Тогда длина волны

$$\lambda = 2n\Delta y/N. \quad (10)$$

Если зеркало M_2 смещать на $\frac{1}{4}\lambda_i$, то изменение разности хода будет равно $\frac{1}{2}\lambda_i$ и вместо максимума будет наблюдаться минимум интенсивности для этой длины волны λ_i . Таким образом, интерферометр Майкельсона представляет собой модулятор излучения для данной длины волны. Так как $\Delta y = v\Delta t$ (v – скорость движения зеркала M_2), то изменение фазы записывается:

$$\Delta\varphi_i = \frac{2\pi}{\lambda_i} \Delta s = \frac{2\pi}{\lambda_i} 2\Delta y = 2\omega_i \frac{v}{c} \Delta t = \Omega_i t, \quad (11)$$

Где ω_i – частота сдвига, Ω_i – частота модуляции интенсивности излучения с длиной волны λ_i или частотой ω_i .

Следовательно, частота модуляции Ω_i обратно пропорциональна соответствующей длине волны λ_i (или $\Omega_i = 2\omega_i v/c$). Это означает, что интерферометр Майкельсона с равномерно движущимся зеркалом можно рассматривать как прибор, преобразующий высокую частоту ω ($10^{14} - 10^{15}$ Гц) в легко доступный звуковой диапазон $(v/c)\omega$. Это свойство используется в Фурье-спектроскопии для измерения спектральных линий в инфракрасной области.

Для разности хода $\Delta s=0$ колебания с модуляционными частотами для всех длин волн λ_i находятся в фазе, и образуется наиболее интенсивная полоса интерференции – положение нулевого порядка интерференции. Каждой длине волны соответствует своя несущая модуляционная частота Ω_i с определенной амплитудой. Приемник с постоянной времени $\tau_{np} \gg \omega_i^{-1}$ не реагирует на быстрые осцилляции поля, а дает сигнал, пропорциональный сумме интенсивностей I_i :

$$\bar{I} = \sum_i \left(\frac{\bar{I}_{0i}}{2} \right) (1 + \cos \Omega_i t), \quad (12)$$

где звуковые частоты Ω_i определяются частотами компонент ω_i и скоростью движения зеркала. Измерение этих частот Ω_i позволяет реконструировать спектральные компоненты падающей волны с частотами ω_i [3].

Основное уравнение Фурье-спектроскопии

Пусть на светоделитель падает излучение с амплитудой:

$$E(Z, \tilde{\nu}) = E_0(\tilde{\nu}) e^{i(\omega t - 2\pi Z \tilde{\nu})}, \quad (13)$$

где ν - волновое число. В интерферометре Майкельсона пучок падающего излучения делится светоделителем на два пучка, которые после прохождения оптических путей Z_1 и Z_2 возвращаются на светоделитель и смешиваются. Каждый из пучков один раз отражается и один раз проходит через светоделитель. Если R – коэффициент отражения, а T – коэффициент пропускания светоделителя, то амплитуду, полученную в результате смешивания пучков, можно представить в виде:

$$E(Z_1, Z_2, \tilde{\nu}) = \sqrt{RT} E_0(\tilde{\nu}) \left[e^{i(\omega t - 2\pi Z_1 \tilde{\nu})} + e^{i(\omega t - 2\pi Z_2 \tilde{\nu})} \right]. \quad (14)$$

Тогда выражение для интенсивности записывается в виде:

$$I(Z_1, Z_2, \tilde{\nu}) = E(Z_1, Z_2, \tilde{\nu}) \cdot E^*(Z_1, Z_2, \tilde{\nu}) = 2E_0^2(\tilde{\nu}) RT \left[1 + \cos(2\pi(Z_1 - Z_2)\tilde{\nu}) \right]. \quad (15)$$

Суммарная интенсивность для любой разности хода $\Delta Z = Z_1 - Z_2$, регистрируемая детектором, равна:

$$I(\Delta Z) = \int_0^\infty I(\Delta Z, \tilde{\nu}) d\tilde{\nu} = 2RT \left[\int_0^\infty E_0^2(\tilde{\nu}) d\tilde{\nu} + \int_0^\infty E_0^2(\tilde{\nu}) \cos(2\pi \tilde{\nu} \Delta Z) d\tilde{\nu} \right]. \quad (16)$$

При оптической разности хода $\Delta Z=0$:

$$\frac{I_0}{2} = 2RT \int_0^\infty E_0^2(\tilde{\nu}) d\tilde{\nu}. \quad (17)$$

Подставляя (17) в (16), находим выражение для интерферограммы (формы интерференционной картинки в плоскости В рис. 3), получаемой в приборе:

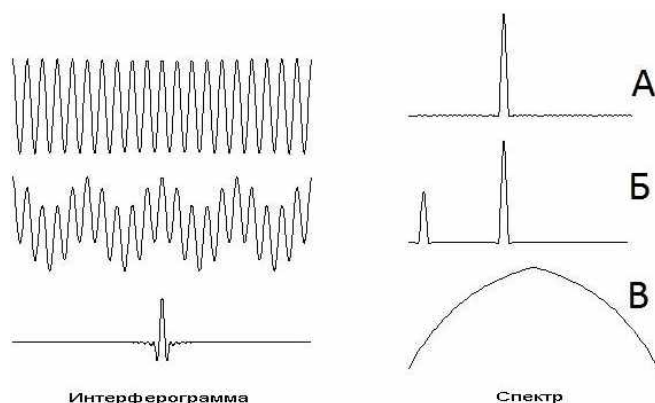
$$\left[I(\Delta Z) - \frac{1}{2} I(0) \right] = 2RT \int_0^\infty E_0^2(\tilde{\nu}) \cos(2\pi \tilde{\nu} \Delta Z) d\tilde{\nu}. \quad (18)$$

Применяя косинусное Фурье-преобразование, находим спектр:

$$I(\tilde{\nu}) \sim E_0^2(\tilde{\nu}) = \frac{1}{\pi RT} \int_0^\infty \left[I(\Delta Z) - \frac{1}{2} I(0) \right] \cos(2\pi \tilde{\nu} \Delta Z) d\Delta Z. \quad (19)$$

Это основное уравнение Фурье-спектроскопии. Оно утверждает, что если измерена полная интенсивность, как функция оптической разности хода, то после косинусного Фурье-преобразования этой функции можно получить спектр $I(\nu)$ падающего излучения [4].

В качестве примера на рисунок 6 приведены интерферограммы и соответствующие им спектры для одночастотного сигнала, сигнала содержащего две частоты с разными амплитудами и широкополосного источника.



А – сигнала, содержащего две частоты с разными амплитудами (Б) и широкополосного сигнала (В)

Рисунок 6 – Интерферограммы и соответствующие спектры монохроматического сигнала

Вычисление спектров

Общий путь получения спектра на интерферометре заключается в следующем:

1. Измеряется зависимость $I(\Delta Z)$ путем регистрации сигнала как функции изменения оптической разности хода в интерферометре ($\Delta Z = 2\Delta y$, Δy – величина перемещения подвижного элемента интерферометра).

2. Экспериментальное определение значения интерферограммы в точке нулевой разности хода $I(0)$.

3. Подстановка выражения:

$$I(\Delta Z) - \frac{1}{2}I(0)$$

в уравнение (19) и вычисление интеграла для определенного ν .

4. Интегрирование уравнения (19) для каждого волнового числа ν .

5. В результате получаем спектр $I(\nu)$.

Интерферограмма представляет собой колебания сигнала относительно величины.

$$\frac{1}{2}I(0)$$

Для примера допустим, что с помощью интерферометра Майкельсона получена интерферограмма

$$I(\Delta Z) - \frac{1}{2}I(0)$$

излучения ртутной лампы в области $10\text{см}^{-1} < \nu < 100\text{см}^{-1}$. Предположим, что интерферограмма имеет вид:

$$\frac{1}{1 + \left(\frac{\Delta Z}{\Delta Z_0} \right)^2}$$

где ΔZ – относительная разность хода между лучами в плечах интерферометра Майкельсона.

Для вычисления спектра возьмем основной интеграл Фурье-спектроскопии (19) и подставим в него выражение интерферограммы:

$$I(\tilde{\nu}) \sim E_0^2(\tilde{\nu}) = \frac{1}{\pi R T} \int_0^\infty \left[\frac{1}{1 + (\Delta Z / \Delta Z_0)^2} \right] \cos(\Delta Z_0 2\pi \tilde{\nu} \frac{\Delta Z}{\Delta Z_0}) d\left(\frac{\Delta Z}{\Delta Z_0} \right). \quad (20)$$

После интегрирования получаем спектр:

$$I(\tilde{\nu}) = (const)' e^{(-2\pi \tilde{\nu} \Delta Z_0)}. \quad (21)$$

Вид интерферограммы представлен на рисунок 7, а спектра – на рисунке 8. Интерферограмма – функция Лоренца, симметричная относительно $\Delta Z=0$, а спектр – экспоненциально спадающая с ростом волнового числа функция [4].

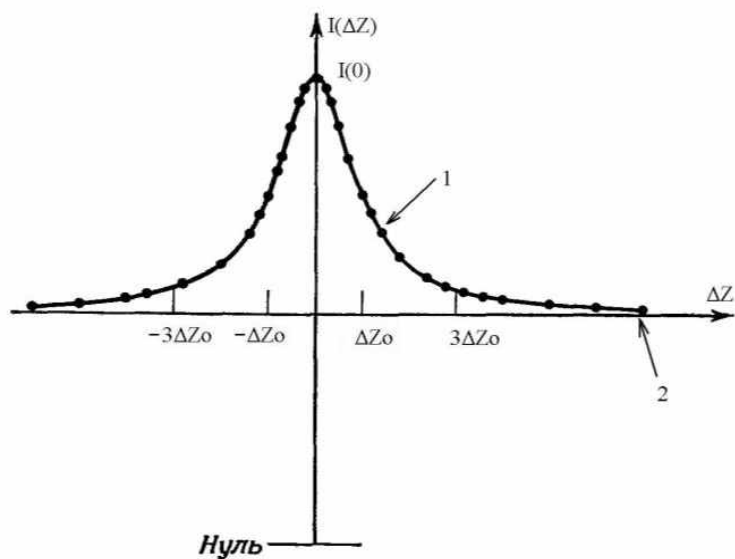


Рисунок 7 – Интерферограмма источника

$$1 - I(\Delta Z) - 1/2I(0) = 1/(1 + (\Delta Z / \Delta Z_0)^2), \quad 2 - I(\infty) = 1/2I(0).$$

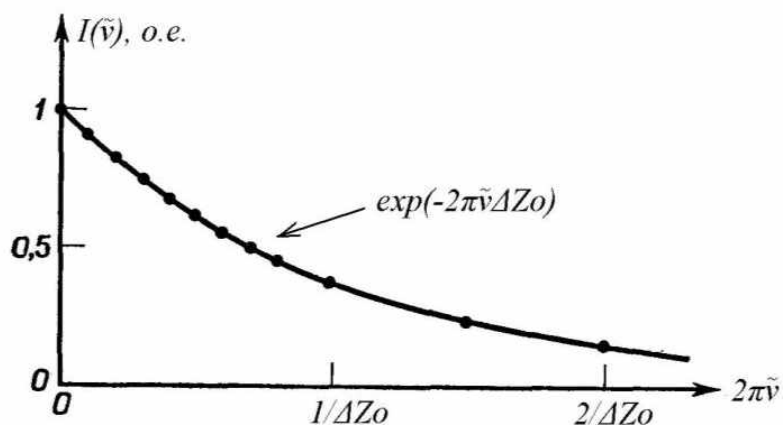


Рисунок 8 – Нормированный спектр источника

Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Методика обеспечивает получение результатов измерений с показателями точности, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 – Показатели точности результатов измерений при вероятности $P=0,95$

Объект измерений	Диапазон измерений, ат. % (ат. % - атомная доля связанного водорода)	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости) σ_r , ат. %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости) σ_R , ат. %	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta_c$, ат. %	Показатель точности (границы погрешности и при вероятности $P=0,95$), $\pm \Delta$, ат. %
Полимероподобный углерод (PLC)	10-50	6,0	6,2	1,9	12,3
Аморфный гидрогенизированный алмазоподобный углерод (a-C:H)		4,1	4,3	1,2	8,6

Оборудование и материалы

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, растворы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

ИК-Фурье-спектрометр – ФСМ-1201 (рисунок 9)



Рисунок 9 – Изображение ИК Фурье-спектрометра ФСМ-1201

Согласно технической документации Фурье-спектрометр имеет следующие характеристики (рисунок 10):

Рабочая область спектра для модификаций 400 – 7800 см^{-1} .

Спектральное разрешение для модификаций, не более 1,0 см^{-1} .

Абсолютная погрешность градуировки шкалы волновых чисел, не более $\pm 0,1 \text{ см}^{-1}$.

Отклонение линии 100 % пропускания от номинального значения
(1950 – 2050 см^{-1} , разрешение 4 см^{-1} , 20 сканов), не более $\pm 0,5$ %.

Среднее квадратическое отклонение линии 100 % пропускания
(1950 – 2050 см^{-1} , разрешение 4 см^{-1} , 20 сканов), не более 0,025 %.

Уровень положительного и отрицательного псевдорассеянного света, не более 0,25 %.

Потребляемая мощность (без ПК), не более 80Вт.

Электрическое питание 220В, 50Гц.

В состав Фурье-спектрометра входят оптический блок и система обработки данных.

Оптический блок включает:

- модуль интерферометра;
- камеру объектива;
- кюветное отделение;
- камеру детектора.

В состав системы обработки данных входят

- персональный компьютер;
- принтер.

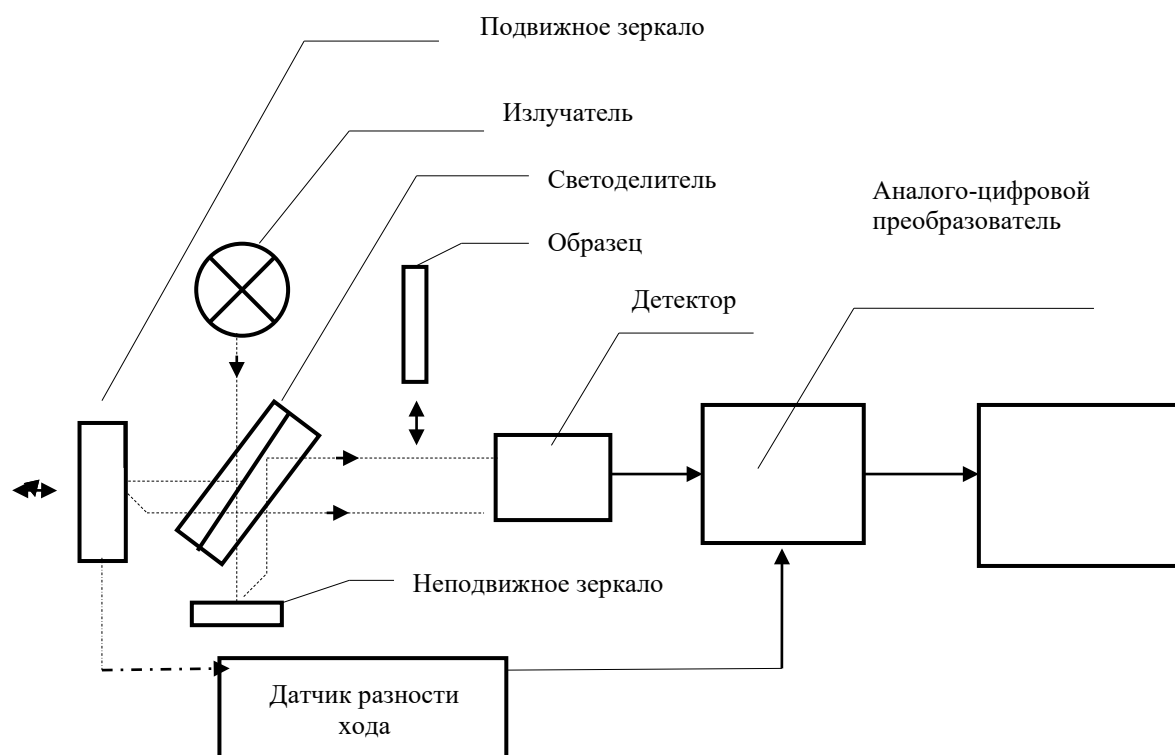


Рисунок 10 – Принципиальная схема ИК Фурье-спектрометра

Вспомогательные материалы:

Пинцет – ТУ 2-0222342.05-86

Перчатки хирургические резиновые ГОСТ 3-88

Воздушная груша – *Giottos Rocket G-AA1900*

ПРИМЕЧАНИЕ: допускается использование аналогичных средств измерений, технических средств, не уступающих указанным по метрологическим, техническим характеристикам.

Задания для выполнения лабораторной работы

1. Подготовка образца.
2. Выполнить соблюдения условий измерения.
3. Провести подготовку к выполнению измерений.
4. Обработка результатов измерений.
5. Определение концентрации водорода в тонких пленках углерода.
6. Контроль погрешности результатов измерений.
7. Оформление результатов измерений.

Методика и порядок выполнения лабораторной работы***Метод измерений***

Определение концентрации связанного водорода в углеродных пленках осуществляется путем получения спектров пропускания исследуемого материала методом ИК Фурье спектроскопии с последующим преобразованием их в спектры поглощения и определения по ним атомной доли связанного водорода (ат. %).

Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений концентрации связанного водорода в тонких углеродных пленках соблюдают требования, приведенные в ГОСТ 12.2.007.0-75, ГОСТ 12.1.018. По способу защиты персонала от поражения электротоком Фурье-спектрометр соответствует классу 1 по ГОСТ 12.2.007.0-75 при питании от внешней электрической сети.

Требования техники безопасности при эксплуатации Фурье-спектрометра соответствует «Правилам эксплуатации электроустановок потребителей и правилам техники безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденных Госэнергонадзором 21 декабря 1984 г.

К эксплуатации Фурье-спектрометра допускается персонал, аттестованный по «Правилам эксплуатации электроустановок потребителей и правилам техники

безопасности при эксплуатации электроустановок потребителей» и имеющий по технике безопасности группу не ниже III.

Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и (или) обработке их результатов допускают лиц, имеющих высшее образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод измерений в процессе обучения.

Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура воздуха 10 – 35 °С;
- атмосферное давление 84,0 – 106,7 кПа 630 – 800 мм. рт.ст.;
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 35 °С;
- напряжение в сети от 220 до 230 В;
- частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений необходимо:

- 1) включить электрическое питание сетевым выключателем, расположенным на правой стенке Фурье-спектрометра;
- 2) прогреть его во включенном состоянии не менее 30 мин;
- 3) включить ПК;
- 4) запустить управляющую программу *FSpec*;

Выполнение измерений

При выполнении измерений атомной доли водорода в тонких углеродных пленках необходимо снять спектр ИК-пропускания. Для этого:

- 1) в программе *FSpec* выбрать режим пропускания;
- 2) установить в панели Измерения основные параметры:
 - спектральное разрешение: 4 см^{-1} ,
 - спектральный диапазон: $400 - 4000 \text{ см}^{-1}$,
 - число сканов: 20;
- 3) нажать кнопку Пуск;
- 4) после запроса программы «Установите образец сравнения» установите в пустой канал пластину кремния марки 1 А2 КЭФ 4,5 (111) 380 изготовленную по ЕТО.

035. 124 – ТУ или 1 А2 КЭФ 4,5 (100) 460 изготовленную по ЕТО. 035. 578 – ТУ в зависимости от подложки исследуемого образца и нажмите кнопку **OK**;

5) после запроса программы «Установите измеряемый образец» освободить канал от образца сравнения;

6) в пустой канал установить измеряемый образец и нажать кнопку **OK**;

7) после завершения сканирования освободить канал от измеряемого образца;

8) заполнить окно паспорта.

Полученный спектр пропускания представляет собой отношение спектра пропускания образца сравнения к спектру пропускания измеряемого образца.

Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений атомной доли водорода в тонких углеродных плёнках выполняют следующим способом.

Преобразование спектров пропускания в спектры поглощения

Полученные спектры ИК-пропускания пересчитываются в спектры ИК-поглощения следующим образом.

Для перехода от пропускания T к поглощению a используется эмпирическое выражение:

$$a = \frac{1}{d} \ln \left(\sqrt{\frac{(2T_0^2 + 4T_0^4 + T^2(1 - T_0^2)^2)}{T(1 + T_0)^2}} \right) \quad (1)$$

где T_0 – пропускание без учета поглощения, d – толщина пленки (см).

Для получения значений T_0 следует воспользоваться эмпирическим выражением:

$$T_0 = \frac{A_1}{(1 + A_m)^2 + 4A_m^{2(\sin(2\pi \cdot n \cdot d \cdot \nu) + s)}} \quad (2)$$

где n – показатель преломления пленки, d – толщина пленки (см), ν – волновое число (см⁻¹)

A_1 , A_m и s – коэффициенты подбираемые таким образом, чтобы для волновых чисел из диапазонов (2250-2300), (2500-2700) и (3950-4000) см⁻¹ выполнялось условие

$$\frac{(T_0 - T)^2}{T^2} * 100 < 0.008 \quad (3)$$

Определение концентрации водорода в тонких пленках углерода

Для определения концентрации связей С-Н используется соотношение:

$$C_n = 5,1 \left(\frac{S}{1000} \right)^{0,37}, \quad (4)$$

где S – площадь под кривой спектра поглощения в диапазоне волновых чисел 2700–3200 см^{-1} .

ПРИМЕЧАНИЕ. При использовании спектрометра серии ФСМ 1201 необходимо воспользоваться выражением:

$$C_n = 5,1 \left(1,93 \frac{\sum a_\nu}{1000} \right)^{0,37} \quad (5)$$

где a_ν – интенсивность поглощения при ν – значениях волнового числа в диапазоне волновых чисел 2700–3200 см^{-1}

Контроль погрешности результатов измерений

Контроль погрешности результатов измерений при реализации методики в одной лаборатории предусматривает оперативный контроль процедуры анализа на основе контроля правильности и прецизионности.

Контроль правильности результатов измерений проводят путем сравнения результатов измерений с принятым опорным значением.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях не должно превышать значение предела воспроизводимости R , указанного в таблице 1, условие 6:

$$|X_1 - X_2| \leq R, \quad (6)$$

$$\text{где} \quad R = 2,77 \times \sigma_R. \quad (7)$$

Если условие 6 выполняется, то оба результата признаются приемлемыми и конечный результат принимают как среднее арифметическое результатов всех измерений.

При невыполнении условия 6 могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений и установления окончательного результата согласно разделу 4 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Оформление результатов измерений

Результаты измерений оформляют записью в рабочем журнале, где указываются:

- дата выполнения измерений;
- наименование образца;
- обозначение настоящего метода;
- концентрация водорода в %

Результат испытания в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде: $\bar{X} \pm \Delta$, $P=0,95$, где $\bar{X}$ – среднее значение концентрации водорода в %, Δ – значение показателя точности метода из таблицы 1.

Содержание отчета

1. Отчет должен иметь титульный лист с указанием ФИО студента, номера группы и даты выполнения работы.
2. Название и цель работы.
3. Теория метода
4. Кратко, ход выполнения работы.
4. Описание полученных данных в ходе выполнения работы.
5. Выводы.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Области применения ИК-спектроскопии.
2. Методы спектрального анализа.
3. Интерферометр Майкельсона. Оптическая схема. Основные характеристики.
4. Функциональные возможности интерферометра Майкельсона.
5. Фурье-спектроскопия. Основное уравнение Фурье-спектроскопии.
6. Вид интерференционной кривой. Вычисление спектров.
7. Основные характеристики Фурье-спектрометра.

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. ГОСТ Р 52319-2005 (МЭК 61010-1:2001) НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ. Безопасность электрического оборудования для измерения, управления и лабораторного применения
2. ПОТ Р М-016-2001 РД 153-34.0-03.150-00 Межотраслевые правила по охране труда (правила безопасности) при эксплуатации электроустановок
3. МП-242-1460-2012 Фурье-спектрометры инфракрасные ФСМ. Методика поверки
4. Кардона, М. Модуляционная спектроскопия/М. Кардона. М.: Мир, 1972. 416 с.

5. Якушенков Ю.Г., Основы теории и расчета оптико-электронных приборов, М., 1971.
6. Sowers A.T., Christman J.A., Bremser M.D., Ward B.L., Davis R.F. Thin Films of Aluminium Nitride and Aluminum Gallium Nitride for Cold Cathode Application // Appl. Phys. Lett. 1997. V. 71. № 16. P. 2289–2291.
7. Bosund M., Mattila P., Aierken A., Hakkarainen T., Koskenvaara H., Sopanen M., Airaksinen V.M., Lipsanen H. GaAs Surface Passivation by Plasma-Enhanced Atomic-Layer-Deposited Aluminum Nitride // Appl. Surf. Sci. 2010. V. 256. № 24. P. 7434–7437.

Лабораторная работа № 8

Методика анализа определения оптической ширины запрещенной зоны с помощью спектрофотометра СФ-56

Цель работы: изучить основы определения оптической ширины, запрещенной зоны полупроводниковых диэлектрических материалов с использованием методов спектрометрии.

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: теоретические основы методов спектроскопии с помощью спектрофотометра СФ-56.

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний в области методов спектроскопии.

Владеть: навыками методик измерения спектрофотометра СФ-56.

Теоретический материал

Общие сведения об оптической спектроскопии

Спектральные методы исследования широко используются для изучения веществ и процессов. Эти методы связаны по своей природе с процессами поглощения или испускания электромагнитного излучения в результате переходов между квантованными энергетическими уровнями. Следовательно, эти методы дают информацию о процессах взаимодействия на молекулярном уровне. Электромагнитные колебания характеризуются следующими параметрами: длиной

волны (λ), частотой колебаний (ν) и периодом колебаний (τ), которые связаны друг с другом:

$$\nu = c / \lambda [c^{-1}] = 1 / \tau$$

где c – скорость света.

В ИК-области для характеристики энергии фотонов чаще всего используют величину, называемую волновым числом:

$$\bar{\nu} = 1 / \lambda [c^{-1}],$$

т.е. это число длин волн, укладывающихся на отрезке в 1 см. Волновое число прямо пропорционально энергии: $E = hc\bar{\nu}$.

В зависимости от длины волны используемого электромагнитного излучения различают и спектральные методы. Каждый метод характеризуется своей областью электромагнитного излучения и связан с определенными превращениями в структуре вещества при поглощении этого излучения. Выбор спектрального метода для исследований определяется наличием тех или иных структурных особенностей вещества, которые могут обеспечить поглощение энергии. Наиболее используемыми являются методы оптической спектроскопии (таблица 1) в силу сравнительной доступности приборного обеспечения, легкости получения и интерпретации информации.

Таблица 1 – Взаимосвязь характеристик электромагнитного излучения и методов оптической спектроскопии

Длина волны, см (энергия, эВ)	Диапазон волн	Название групп волн	Энергетические переходы	Вид спектроскопии	Конкретные методы
$10^{-7} \div 10^{-4}$ (10^2)	УФ-лучи	крайние ближние (кварцевая область)	внешних (валентных) электронов	электронная	УФЭС, спектрофотометрия, эмиссионная спектроскопия, атомно-адсорбционная спектроскопия, дисперсия оптического вращения, спектроскопия КРС и КРУП
$10^4(10^{-1})^*$	световые лучи	видимая область			
$10^{-4} \div 10^{-1}^{**}(10^{-3})$	ИК-лучи	ближние средние дальние	колебания атомов в молекулах, вращательные состояния в молекулах	колебательная вращательная	ИК-спектроскопия

*) обычно используют Å или нм

****)** обычно используют мкм

Оптическая спектроскопия подразделяется и по изучаемым объектам: атомная и молекулярная. При помощи атомной спектроскопии можно проводить качественный и количественный анализ элементного состава вещества, так как для каждого элемента характерен свой уникальный набор энергий и интенсивностей переходов между электронными уровнями в атоме.

Из данных молекулярной спектроскопии можно извлекать данные об электронной структуре молекул и твердых тел, а также информацию об их молекулярной структуре. Так, методы колебательной спектроскопии, включающие инфракрасную (ИК) спектроскопию и спектроскопию комбинационного рассеяния (КР), позволяют наблюдать колебания связей в веществе. Наборы полос в ИК- и КР-спектрах являются такой же специфической характеристикой вещества, как и отпечатки пальцев человека. По этим спектрам вещество может быть идентифицировано, если его колебательный спектр уже известен. Кроме того, по ИК- и КР-спектрам определяют симметрию и структуру неизученных молекул. Частоты основных колебаний, находимые из спектров, необходимы для расчета термодинамических свойств веществ. Измерение интенсивности полос в спектрах позволяет проводить количественный анализ, изучать химические равновесия и кинетику химических реакций, контролировать ход технологических процессов.

Область применения

Настоящая методика устанавливает порядок выполнения действий при определении оптической ширины запрещенной зоны экспериментальных образцов.

Требования к показателям точности измерения

Диапазон величин, измеряемых по данной методике, и погрешности измерений приведены в таблице 2.

Таблица 2 – Диапазон измеряемых величин и погрешности их измерения

Измеряемая величина	Пределы измерения	Погрешности измерений
Оптическая ширина запрещенной зоны	1,10 – 6,5 эВ	Абсолютная погрешность измерений $\pm 0,02$ эВ

Оборудование и материалы

Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, обработки результатов и вспомогательные средства:

Средства измерений и обработки результатов

Для определения оптической ширины запрещенной зоны экспериментальных образцов используется спектрофотометр СФ-56.

Технические характеристики прибора:

Спектральный диапазон измерений: 190 – 1100 нм.

Основной диапазон измерений по фотометрической шкале: 1 – 100 %.

Относительное отверстие монохроматора: 1 : 10.

Дифракционные решетки – вогнутые с переменным шагом и криволинейным штрихом:

- фокусное расстояние – 125 мм;
- число штрихов на 1 мм – 800;
- длина волны максимальной концентрации энергии – 320 нм;
- обратная линейная дисперсия – 3 нм/мм;
- выделяемый спектральный интервал – 0,3 – 6,0 нм.

Программное обеспечение СФ-56

Программа для работы с электронными таблицами Microsoft Excel.

Функциональная схема спектрофотометра представлена на рисунке 1. Переключение всех элементов схемы производится автоматически с использованием контроллера по командам, получаемым от внешней ЭВМ. Установка заданных оператором длин волн и сканирование спектра производятся синхронным поворотом дифракционных решеток с помощью механизма сканирования от шагового двигателя. Начальная установка механизма сканирования производится с помощью микропереключателя. Привязка механизма сканирования к шкале длин волн производится автоматически по записи линии излучения дейтериевой лампы с длиной волны 656,1 нм.

Источники излучения переключаются введением в световой поток плоского зеркала, закрепленного на оси шагового двигателя.

В режиме измерения уровень выходного сигнала, пропорционального световому потоку, падающему на образец, поддерживается в заданных пределах одновременным переключением входных и выходных щелей монохроматора. Для

этого используется механизм смены щелей с шаговым двигателем. Начальное положение механизма смены щелей фиксируется с помощью микропереключателя.

Для устранения высших порядков дифракции и уменьшения уровня мешающего излучения в световой поток автоматически вводятся светофильтры с помощью механизма введения фильтров. Начальное положение механизма введения фильтров фиксируется с помощью микропереключателя.

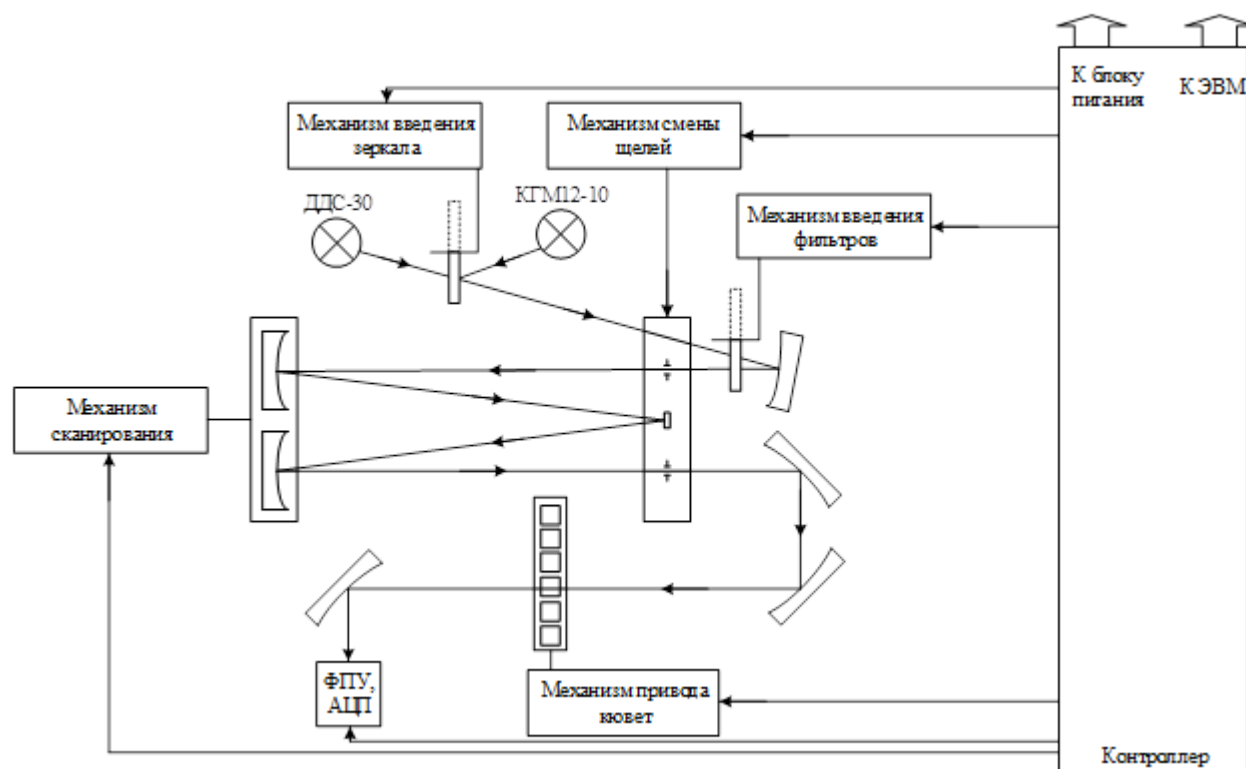


Рисунок 1 – Функциональная схема спектрофотометра СФ-56

Смена образцов в кюветном отделении производится автоматически при помощи механизма привода кювет, содержащего шаговый двигатель. Начальное положение механизма привода кювет фиксируется микропереключателем.

Регистрация сигнала производится модулем, содержащим ФПУ и аналого-цифровой преобразователь (АЦП), сигнал от которого поступает на контроллер и передается в ЭВМ.

Вспомогательные средства: бязь отбеленная ГОСТ 29298-2005; спирт этиловый ТУ 9392-010-74666306-2006 с изм. №1; перчатки нитриловые ГОСТ 20010-93, ТУ 38.106140-9.1; пинцет металлический с пластиковыми губками (нестандартизированный).

ПРИМЕЧАНИЕ: допускается использование аналогичных средств измерений, технических средств, не уступающих указанным по метрологическим, техническим характеристикам.

Задания для выполнения лабораторной работы

- Измерить спектр светопропускания образца.
- Определить толщину образца (зная коэф. преломления и коэф. пропускания).
- Построить график зависимости коэффициента поглощения (α) образца от длины волны (λ).
- Построить график в координатах $\alpha^2 \cdot h\nu^2$, $\text{см}^{-2} \cdot \text{эВ}^2$ от $h\nu$, эВ.
- На графике зависимости коэффициента поглощения (α) образца от длины волны (λ) определить положения полос поглощения связанных с вакансиями O_2 и дефектами Yb^{2+} .
- Рассчитать энергию (E) поглощения света данными дефектами.
- Построить схему зонной диаграммы данного полупроводника.

Методика и порядок выполнения лабораторной работы

Метод основан на непосредственном измерении спектрального распределения коэффициента пропускания в диапазоне от 200 до 1100 нм, его последующем преобразовании в коэффициент поглощения и дальнейшем определении оптической ширины запрещенной зоны путем аппроксимации линейной части спада коэффициента поглощения на ось абсцисс, по так называемому краю поглощения Урбаха.

Требования безопасности, охраны окружающей среды

При определении оптической ширины запрещенной зоны экспериментальных образцов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79, а также требования, изложенные в «Руководстве пользователя СФ-56».

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

Требования к квалификации персонала

К работе допускаются лица не моложе 18 лет, прошедшие медицинское освидетельствование и не имеющие противопоказаний по состоянию здоровья; обученные безопасным методам и приемам труда; прошедшие инструктажи по пожарной безопасности и по электробезопасности на рабочем месте.

Требования к условиям измерений и исследуемым образцам

При измерении спектра светопропускания экспериментальных образцов в диапазоне 200 – 1100 нм на спектрофотометре СФ-56 должны соблюдаться следующие условия:

- температура окружающей среды – 20 ± 5 °С;
- атмосферное давление – 84 – 106,7 кПа (630 – 800 мм рт. ст.);
- относительная влажность (при $T = 25$ °С) – 20 – 80 %;
- электрическое питание – 220 (-33/+22) В, 50 ($\pm 0,5$) Гц.

При измерении спектров светопропускания экспериментальных образцов в диапазоне 200 – 1100 нм на спектрофотометре СФ-56 образцы должны соответствовать следующим требованиям:

- габаритные размеры образцов: в форме прямоугольных пластин – от $2 \times 2 \times 0,1$ мм до $55 \times 55 \times 10$ мм; в форме дисков – диаметр от 2 мм до 55 мм, толщина от 0,1 мм до 10 мм.

Подготовка к измерению спектра светопропускания экспериментальных образцов в диапазоне 200 – 1100 нм на спектрофотометре СФ-56

При подготовке к измерению спектра светопропускания экспериментальных образцов в диапазоне 200 – 1100 нм на спектрофотометре СФ-56 необходимо последовательно выполнить следующие операции:

Произвести включение спектрофотометра, установив клавишу блока питания в положение **ВКЛЮЧЕНО**.

Включить компьютер. Дождаться загрузки операционной системы.

Запустить на выполнение программу СФ-56, используя соответствующий ярлык на рабочем столе или в меню Пуск **Windows**.

После загрузки программы выбрать команду Прибор/Подключиться. Программа проверяет наличие связи с прибором, запускает процедуру инициализации и коррекции.

Убедиться, что процедуры инициализации и коррекции завершены без сообщений об ошибках. Убедиться, что обе лампы включены, перейдя в окно Режим работы/Тест.

Прогреть спектрофотометр в течение 10 - 15 минут.

Убедиться, что установлены следующие параметры измерения: Диапазон – 200 – 1100 нм; Шаг дискретизации – 1 нм; Режим измерения – прецизионный; Ширина щели – 6 нм; Измеряемая величина – % пропускания; Включены лампы – соотв. диапазону; Установка образцов – ручная; Число повторов – 1.

Порядок измерения спектра светопропускания экспериментальных образцов в диапазоне 200 – 1100 нм на спектрофотометре СФ-56

При измерении спектра светопропускания экспериментальных образцов в диапазоне 200 – 1100 нм на спектрофотометре СФ-56 необходимо последовательно выполнить следующие операции:

Перейти в окно Режим работы/Сканирование.

Открыть дверцу кюветного отделения и убедиться, что держатель образцов пуст.

Закрыть дверцу кюветного отделения и запустить измерение спектра пропускания эталонного образца, нажав на кнопку «Эталон». В появившемся диалоговом окне «Установите эталон» нажать кнопку **«ОК»**. Дождаться окончания измерения спектра эталонного образца.

Открыть крышку кюветного отделения и закрепить измеряемый образец в держателе. Перед установкой образец необходимо протереть лоскутом бязи, смоченным в спирте, а затем, тщательно протереть лоскутом сухой бязи. При работе с образцами на руках должны быть одеты нитриловые перчатки. При работе с малогабаритными образцами допускается использование металлического пинцета с пластиковыми губками.

Закрыть дверцу кюветного отделения и запустить измерение спектра пропускания измеряемого образца, нажав на кнопку «Образец». В появившемся диалоговом окне «Установите образец» нажать кнопку **«ОК»**. Дождаться окончания измерения спектра измеряемого образца. В появившемся диалоговом «Продолжить измерения?» окне нажать кнопку «Нет». В появившемся диалоговом окне «Сохранить полученные данные в файле?» нажать кнопку «Да». В открывшемся окне Проводника выбрать директорию, в которой необходимо сохранить файл измерения и задать имя файла в соответствии с шаблоном: шифр образца.sf.

Открыть крышку кюветного отделения и извлечь измеряемый образец из держателя. Закрыть крышку кюветного отделения.

При измерении спектров пропускания нескольких образцов измерение спектра пропускания эталонного образца производится только один раз. После чего производится последовательное повторение действий, для каждого измеряемого образца.

По окончании проведения измерений закрыть программу СФ-56 и произвести выключение спектрофотометра, установив клавишу блока питания в положение ВЫКЛЮЧЕНО.

Скопировать все файлы проведенных измерений на *USB*-накопитель для последующей обработки. Выключить компьютер.

Порядок определения оптической ширины запрещенной зоны экспериментальных образцов

При определении оптической ширины запрещенной зоны экспериментальных образцов необходимо последовательно выполнить следующие операции:

Включить компьютер. Дождаться загрузки операционной системы.

Запустить на выполнение программу *Excel*, используя соответствующий ярлык на рабочем столе или в меню Пуск *Windows*.

Выполнить команды Файл/Открыть, в появившемся окне Проводника *Windows* выбрать директорию с сохраненными файлами измерений спектров светопропускания, выбрать файл нужного образца с расширением *.sf* (при необходимости выбрать в параметрах расширения файлов «Все файлы (*.*)») и нажать кнопку «Открыть».

В открывшемся диалоговом окне установить флажок на поле «с разделителями» и нажать кнопку «Далее». Установить флажки в полях «знак табуляции» и «пробел» и нажать кнопку «Далее». Нажать кнопку «Подробнее...», в открывшемся диалоговом окне установить в качестве разделителя целой и дробной части знак «.» и нажать кнопку «ОК». Для закрытия диалогового окна нажать кнопку «Готово».

Используя инструменты *Excel* преобразовать спектр пропускания $T(\lambda)$ в спектр поглощения $\alpha(\lambda)$ и привести его к единице. Преобразование осуществляется в соответствии с выражением:

$$\alpha(\lambda) = \frac{1}{d} \ln \frac{(1-R)^2}{T(\lambda)}; \quad (1)$$

где d – толщина исследуемого образца, см; R – коэффициент отражения, рассчитанный

по формуле Френеля: $R = \frac{(1-n)^2}{(1+n)^2}$; где n – коэффициент преломления.

Используя инструменты *Excel* преобразовать длины волн светового излучения в энергию квантов в соответствии с выражением:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}; \quad (2)$$

где h – постоянная Планка, Дж·с; ν – частота, Гц; c – скорость света, м/с; λ – длина волны, м.

Используя инструменты *Excel* построить график зависимости $(\alpha(\lambda) \cdot h\nu)^2$ от энергии квантов светового излучения (в качестве шаблона использовать точечную диаграмму с гладкими кривыми), установив по оси абсцисс минимальное значение – 4,0, максимальное значение – 6,0, цену основных делений – 0,2, цену промежуточных делений – 0,02, значение «промежуточные» – «наружу».

На полученном графике, используя инструмент «Вставка» → «Фигуры» → «Линия» аппроксимировать линейный участок до пересечения с осью абсцисс (рисунок 2). Полученное при пересечении значение энергии – является величиной оптической ширины запрещенной зоны ΔE_g .

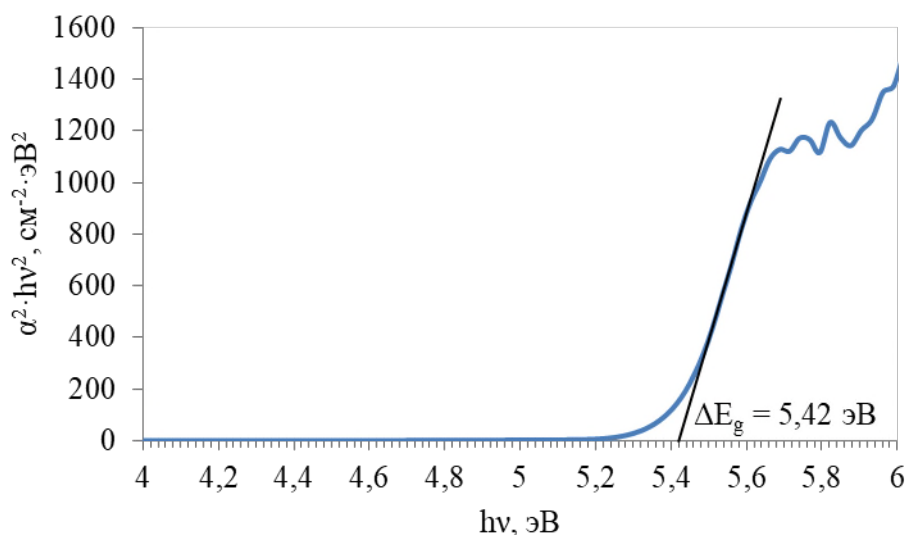


Рисунок 2 – Пример определения оптической ширины запрещенной зоны

Сохранить полученный файл в соответствующей директории.

По завершении всех работ закрыть программу *Excel* и выключить компьютер.

Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений при реализации методики предусматривает оперативный контроль процедуры анализа на основе контроля правильности и прецизионности.

Контроль правильности результатов измерений проводят, путем сравнения результатов измерений с принятым опорным значением.

Формирование отчета испытания

За окончательный результат определения оптической ширины запрещенной зоны экспериментальных образцов принимать файлы *Excel*, содержащие массив экспериментальных данных, графики зависимостей $(\alpha(\lambda) \cdot h\nu)^2$ от энергии квантов светового излучения и значение энергии оптической ширины запрещенной зоны ΔE_g , полученные при выполнении операций в соответствии с п.п. 10.1.7 и 13.3.5.

По результатам измерений составляется отчет по форме, представленной в приложении А, который содержит: дату испытания; шифр образца (серии образцов); цель испытания; наименование используемого оборудования; результаты испытания образца (серии образцов) в виде таблицы, содержащей значения энергии оптической ширины запрещенной зоны ΔE_g ; графики зависимостей $(\alpha(\lambda) \cdot h\nu)^2$ от энергии квантов светового излучения с нанесенной аппроксимационной прямой; фамилию, инициалы и должность лица, ответственного за составление отчета.

Содержание отчета

1. Отчет должен иметь титульный лист с указанием ФИО студента, номера группы и даты выполнения работы.
2. Название и цель работы.
3. Теория метода
4. Кратко, ход выполнения работы.
4. Описание полученных данных в ходе выполнения работы.
5. Выводы.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

- 1-Что такое ширина запрещенной зоны?
- 2-Что такое коэффициент пропускания оптического излучения?
- 3- По какой формуле рассчитывается спектр поглощения зная спектр пропускания?
- 4- По какой формуле определяется энергия поглощения?
- 5- Как дефекты влияют на форму спектра поглощения?

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. Пейсахсон И. В., Оптика спектральных приборов, Л., 1970;
2. Горелик, С.С. Материаловедение полупроводников и диэлектриков: Учебник для вузов. / С.С. Горелик, М.Я. Дашевский. – М. : МИСИС, 2003. – 480 с.
3. Рембеза, С. И. Физические методы исследования материалов твердотельной электроники [Текст] / С. И. Рембеза, Б. М. Синельников, Е. С. Рембеза, Н. И. Каргин. – Ставрополь. : СевКавГТУ, 2002. – 432 с.

4. Инфракрасное излучение нагретых тел М.А.Брамсон 1964-600М.
5. Павлов П.В., Хохлов А.Ф. Физика твердого тела: Учеб. – 3-е изд., стер. – М.: Высш. шк.; 2000 – 494 с.: ил.

ПРИЛОЖЕНИЕ А.
Форма протокола определения оптической ширины запрещенной зоны

ОТЧЕТ ИСПЫТАНИЯ №__
от «__» _____ 20__ г.

Шифр образца – _____.

Цель испытания – определение оптической ширины запрещенной зоны экспериментальных образцов.

Используемое оборудование – спектрофотометр СФ-56.

Результаты испытания образца:

Таблица 1 – Результаты испытания образца (серии образцов)

Шифр образца (серии образцов)	
ΔE_g , эВ	Погрешность, эВ

Рисунок 1 – График зависимости $(\alpha(\lambda) \cdot h\nu)^2$ от энергии квантов светового излучения образца _____

Протокол составил:

Должность

ФИО

Лабораторная работа № 9

Идентификация структуры материала методом комбинационного рассеяния света

Цель работы: освоение методики идентификации структуры материала методом комбинационного рассеяния света (КРС).

В результате выполнения лабораторной работы студенты должны:

Знать: теоретические основы расчетов характеристических показателей: a_{cm} – центра масс спектра КРС, K – коэффициента смещения центра масс спектра КРС, K_I – показателя формы спектра (КРС), m – наклона базовой линии спектра относительно оси абсцисс.

Уметь: использовать в профессиональной деятельности знания о сущности практической задачи, планировать и проводить экспериментальные исследования, обрабатывать, анализировать и предоставлять результаты измерений, выстраивать полученные знания и умения в уже имеющуюся систему знаний, привлекать к решению практической задачи междисциплинарные знания.

Владеть: навыками метода комбинационного рассеяния света (КРС).

Теоретический материал

В настоящее время прогресс в области физики твердого тела и физики полупроводников в огромной мере обусловлен возможностями создания и изучения объектов пониженной размерности. Достижения современной науки и технологии позволяют создавать полупроводниковые объекты нанометровых масштабов – плоские гетероструктуры, квантовые проволоки и квантовые точки. В последнее время, особый интерес вызывают оптические и электронные свойства этих объектов, возникающие вследствие размерного квантования носителей заряда. Электронные и оптические свойства квантовых объектов определяются их структурными свойствами, для изучения которых комбинационное рассеяние света (КРС) является весьма подходящей методикой [1].

Явление комбинационного рассеяния света независимо открыли в 1928 году индийский физик, Нобелевский Лауреат сэр Чандрасекара Венката Раман (смотри работу [3] и ссылки в ней) и советские физики Леонид Исаакович Мандельштам и Григорий Самуилович Ландсберг [4]. С тех пор, с появлением мощных когерентных источников монохроматического света (лазеров) и чувствительной аппаратуры регистрации фотонов (фотоэлектронных умножителей, матриц фотоприемников)

комбинационное рассеяние света из интересного физического явления превратилось в мощную методику исследования свойств молекул, жидкостей и твердых тел [1,2].

Теория комбинационного рассеяния света

Представим себе двухатомную молекулу водорода, например, молекулу водорода H_2 с двумя электронами, составляющими электронную оболочку молекул H_2 . Пусть избранная молекула не совершает каких-либо движений, то свет, падающий на такую молекулу и описываемый выражением для электрического поля

$$\vec{E} = \vec{E}_0 \cos(\omega t),$$

будет «раскачивать» электронную оболочку в такт своей частоте ω и наводить в молекуле момент

$$\vec{P} = \alpha_0 \cos(\omega t)$$

(где α_0 – постоянная), который определит свет, рассеянный во все стороны с частотой возбуждающего света [4].

Однако в действительности описанную картину взаимодействия света с молекулой реализовать нельзя. В реальном случае атомы, составляющие молекулу, будут «дрожать» под действием теплового движения, и для индуцированного момента нужно написать выражение [4]:

$$\vec{P}(q\omega) = \alpha(q)\vec{E}_0 \cos(\omega t) \quad (4)$$

где q – обобщенная координата, $\alpha(q)$ – поляризуемость в функции координаты, по сути тензорная величина, но для простоты считается скалярной, и здесь не учитывается возможное вращение молекулы [4].

При малых отклонениях атомов от положения равновесия поляризуемость можно разложить при синусоидальных колебаниях молекулы следующим образом [4]

$$\alpha(q) = \alpha(0) + \frac{\partial \alpha}{\partial q} q \cos(\Omega t + \varphi) \quad (5)$$

Здесь φ – произвольная фаза, а Ω – частота колебания («дрожания») молекулы. Если теперь подставить (5) в (4), то получим [4]:

$$\vec{P} = \alpha(0)\vec{E}_0 \cos(\omega t) + \frac{1}{2} \frac{\partial \alpha}{\partial q} q E_0 \{ \cos[(\omega + \Omega)t + \varphi] + \cos[(\omega - \Omega)t - \varphi] \} \quad (6)$$

Интенсивность и спектральный состав рассеянного света будет определяться наведенным моментом, поэтому в рассеянном свете должны присутствовать линии частоты, а кроме того еще две линии частоты – стоксовая, или «красный» спутник, и частоты – антистоксов или «фиолетовый» спутник [4].

Когда Л.И. Мандельштам и Г.С. Ландсберг на своем негативе увидели картину такого спектра, они ему дали то объяснение, которое приведено выше, и это было правильное объяснение и сегодня сохраняющее свое значение [4].

В случае более сложной молекулы и даже колебаний в кристаллах приведенное объяснение может быть распространено и на эти более сложные случаи [4].

На рисунке 1 проиллюстрирована классическая картина явления.

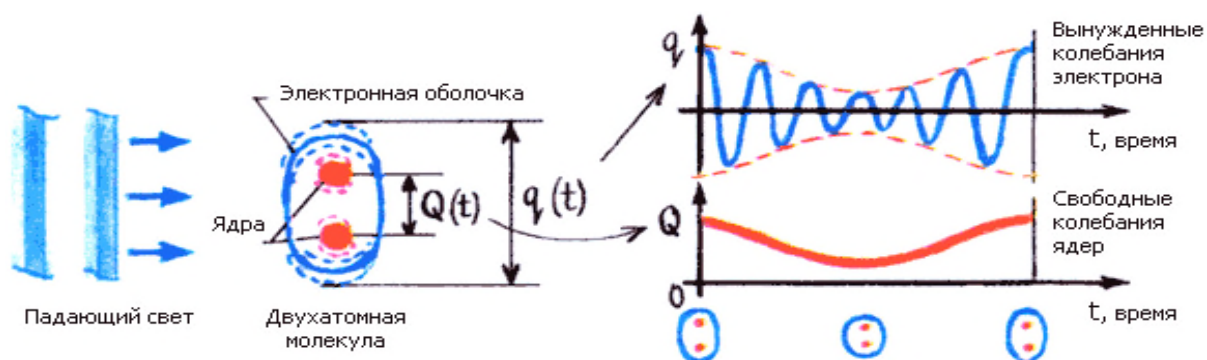


Рисунок 1 – Классическая картина комбинационного (рамановского) рассеяния света

Квантовое описание

С квантовой точки зрения при акте комбинационного рассеяния происходит одновременно два процесса: возбуждение молекулы с поглощением падающего фотона и одновременное излучение фотона. Если молекула, излучая фотон, переходит в некоторое состояние, энергия которого выше, чем энергия основного состояния, то происходит комбинационное рассеяние стоксового типа. Если молекула в результате испускания фотона переходит в состояние ниже исходного, то происходит рассеяние антистоксового типа [6], (рисунок 2).

Спектральный анализ рассеянного излучения обнаруживает присутствие линий, смещенных вниз по частоте на величину, равную колебательным частотам облучаемого образца. Этот тип рассеяния называется стоксовым рассеянием. В спектре рассеянного излучения присутствуют также частоты, равные сумме частоты падающего излучения и колебательных частот вещества. Это, так называемое, антистоксовое рассеяние, интенсивность которого на несколько порядков меньше

интенсивности стоксовой компоненты. Ниже приведено объяснение двух типов рассеяния [6].



Рисунок 2 – Квантовая картина комбинационного рассеяния света

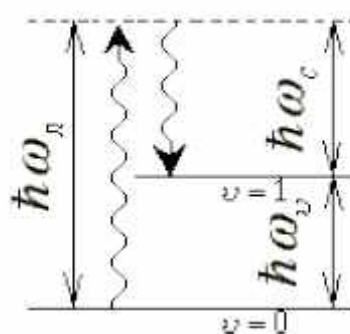


Рисунок 3 – Стоксовое рассеяние, при котором поглощается лазерный фотон и вместе со стоксовым фотоном на частоте $\omega_c = \omega_l - \omega$ возникает квант колебаний молекулы. [6]

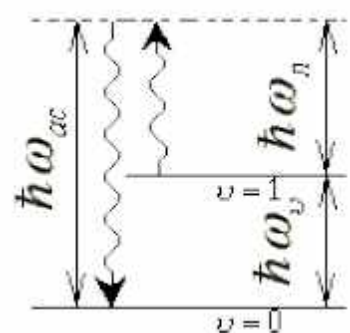


Рисунок 4 – Антистоксовое рассеяние, при котором поглощаются лазерный фотон и колебательный квант, а испускается фотон на частоте $\omega_{ac} = \omega_l + \omega$ [6]

Т.к. антистоксовое излучение определяется молекулами, находящимися в возбужденном состоянии, то его интенсивность ниже интенсивности стоксового излучения на величину множителя

$$\exp\left(\frac{-\hbar\omega_v}{kT}\right).$$

Такое различие легко объяснить. Число молекул N , находящихся при данной температуре T в возбужденном колебательном состоянии с энергией $\hbar\omega_v$, определяется формулой Больцмана:

$$N = N_0 \exp\left(\frac{-\hbar\omega_v}{kT}\right) \quad (7)$$

Поэтому число молекул в возбужденных колебательных состояниях, вообще говоря, невелико и быстро падает с ростом частоты колебаний ω_v . Например, при $\omega_v = 1000 \text{ см}^{-1}$ и комнатной температуре ($T = 300 \text{ К}$) в возбужденном колебательном состоянии находится 0,7 % всех молекул [7].

Для образования антистоксова спутника нужно, чтобы молекула находилась в возбужденном колебательном состоянии, а число таких молекул невелико и быстро падает с ростом частоты колебаний ω_k . В образовании стоксова спутника могут принять участие все молекулы, находящиеся в невозбужденном состоянии. Поскольку $N_0 \gg N$, то вероятность образования стоксова спутника гораздо больше, чем вероятность образования соответствующего антистоксова спутника. Поэтому интенсивность стоксова спутника гораздо больше, чем интенсивность антистоксова. С повышением температуры число молекул в возбужденных колебательных состояниях быстро увеличивается, и интенсивность антистоксовых спутников возрастает [7].

Если в процессе рассеяния возникает или уничтожается одна квазичастица, то говорят о комбинационном рассеянии первого порядка. Рассеяние света, происходящее с одновременным возбуждением или девозбуждением двух квазичастиц кристалла, называется комбинационным рассеянием второго порядка. Таким образом, в процессах комбинационного рассеяния второго порядка проявляются двучастичные состояния кристалла. Для такого процесса имеет место одновременное рождение двух тождественных квазичастиц [7].

Задания для выполнения лабораторной работы

1. Подготовка образца к анализу.
2. Подготовка спектрометра к работе
3. Калибровка спектрометра *inVia Raman Microscope*
4. Выполнение измерений
5. Определение концентрации водорода в углеродсодержащей пленке
6. Обработка результатов измерений
7. Определение центра масс спектра КРС
8. Определение коэффициента смещения центра масс К
9. Определение показателя формы спектра КРС K_1
10. Контроль точности результатов измерения

Оборудование и материалы

Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства.

Средства измерений

Для получения спектров КРС углеродсодержащих пленок используется спектрометр *inVia Raman Microscope* с длиной волны возбуждения лазера 514 нм. Спектрометр смонтирован на специализированном столе с виброустойчивыми опорами, что позволяет исключить неконтролируемые механические воздействия на точность сбора данных. Управление процессом сбора данных осуществляется персональным компьютером автоматически, при помощи программного обеспечения *WiRE 3.0*, поставляемого производителем оборудования.

Технические характеристики прибора:

Диапазон измерений: 0 – 9400 см^{-1}

Разрешение: 1 см^{-1}

Кратность объективов: 5×, 20×, 50×

Размер лазерного пятна: не более 2 мкм

Режим сбора данных: нормальный, конфокальный

Регистрирующее устройство: камера на элементах с зарядовой связью (*CCD* камера)

Позиционирование образца по *XYZ*: в ручном режиме

Лазер на ионах аргона

Длина волны лазерного излучения: 514 нм

Максимальная мощность: 30 мВт

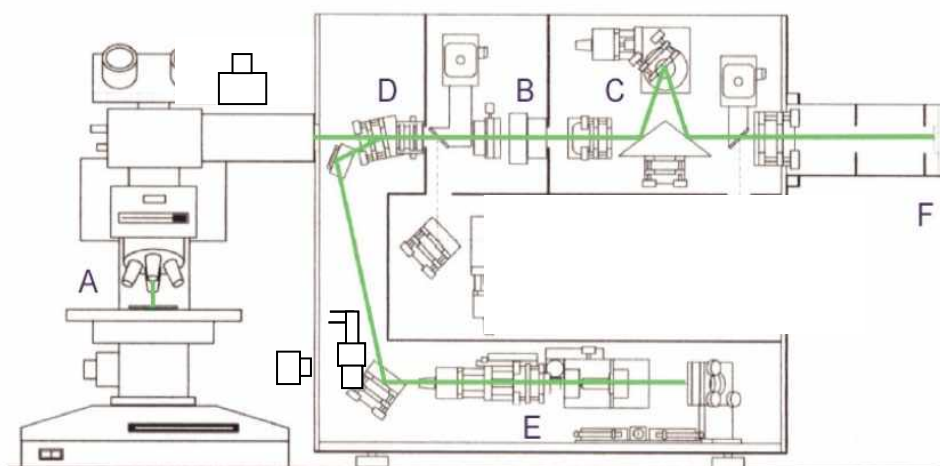
Диаметр луча (мм): $0,69 \pm 5\%$

Расхождение луча (мрад): 0,95

Таблица 1 – Показатели правильности, прецизионности и границы погрешности результатов анализа при вероятности $P=0,95$

Измеряемый образец	Диапазон измерений, ат.% (ат.% - атомная доля связанного водорода)	Показатель повторяемости (среднеквадратичное отклонение повторяемости) σ_r , ат.%	Показатель воспроизводимости (среднеквадратичное отклонение воспроизводимости) σ_R , ат.%	Показатель правильности (границы систематической погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \delta_c$, ат.%	Показатель точности (границы погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm \Delta$, ат.%
Аморфный гидрогенизированный алмазоподобный углерод	5-30	3,6	5,6	2,4	11,2
Графит		3,3	3,4	1,3	6,7
Стеклоуглерод		2,4	2,5	0,2	4,8
Нанокристаллический (ультрадисперсный) алмаз		3,6	5,7	0,6	11,1
Нанокристаллический графит		4,0	4,0	1,5	7,9

Схема спектрометра *InVia Raman Microscope* фирмы *Renishaw Inc* (Великобритания) приведена на рисунке 5. Луч, сформированный лазером, проходит через расширитель (*E*) с целью коллимирования пучка. Далее луч проходит конфокальный микроскоп, где луч фокусируется объективом на исследуемый образец (при 50-тикратном объективе размер исследуемого пятна ~ 1 мкм). Образец помещается на подвижный предметный столик (*A*). Луч отражается от образца и проходит через голографический фильтр всплесков (*D*) для уменьшения интенсивности линий Рэлея. Фильтр не влияет на интенсивность комбинационного рассеяния света. Далее луч проходит через входную щель (*B*) и попадает на монохроматор. Излучение отражается от призмы и разделяется на дифракционной решетке (1800 линий/мм). Затем дифрагированный свет попадает на детектор (*E*, ПЗС-матрица) через выходную щель (65 мкм).



A – объективы микроскопа и предметный столик, подвижный в 3-х направлениях; *B* – устройство входной щели спектрометра; *C* – блок с дифракционной решеткой; *D* – голографический фильтр всплесков на спектре; *E* – расширитель луча; *F* – детектор ПЗС

Рисунок 5 – Схема спектрометра

Вспомогательные материалы:

Пинцет – ТУ 2-0222342.05-86

Перчатки хирургические резиновые ГОСТ 3-88

Воздушная груша – *Giottos Rocket G-AA1900*

Алюминиевая пластина, используемая в качестве предметной для образцов малого размера (менее 75×10 мм).

Очки со светофильтрами для работы с лазерами.

ПРИМЕЧАНИЕ: допускается использование аналогичных средств измерений, технических средств, не уступающих указанным по метрологическим, техническим характеристикам

Методика выполнения лабораторной работы

Идентификация структуры осуществляется путем расчетов характеристических показателей: $a_{цм}$ – центра масс спектра КРС, K – коэффициента смещения центра масс спектра КРС, K_I – показателя формы спектра (КРС), m^* – наклона базовой линии спектра относительно оси абсцисс. Запись спектров КРС проводится на спектрометре комбинационного рассеяния света *inVia Raman Microscope* фирмы *Renishaw* (Великобритания) с длиной волны возбуждения лазера 514 нм.

Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

Установленные для настоящей методики значения характеристик погрешности и ее составляющих приведены в таблице 2.

Метод измерения

Измерение концентрации (атомной доли) связанного водорода в тонких углеродных пленках выполняют методом комбинационного рассеяния света. Метод измерения основан на записи спектра КРС, проведении анализа спектра, расчета концентрации водорода и идентификации структуры материала путем расчета характеристических показателей.

Требования к безопасности и охране окружающей среды

При выполнении измерений атомной доли водорода в тонких углеродных пленках соблюдают следующие требования:

- электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79;
- лазерной безопасности по ГОСТ 12.1.040-83;
- безопасности, изложенные в технической документации спектрометра *inVia Raman Microscope*, представленные ниже.

а) Перед включением лазера необходимо удостовериться, что все переключатели находились в положении «выключено».

ВНИМАНИЕ! Лазерное излучение при прямом или отраженном попадании в глаза может вызвать их повреждение, поэтому при работе с лазерными установками глаза необходимо защищать очками со светофильтрами по ГОСТ 12.4.153-85 (или аналогичными, защищающими глаза от рассеянного лазерного излучения в диапазоне 380 – 650 нм).

б) Необходимо наличие освещения в области работы лазера. Это позволит уменьшить вероятность повреждения глаз лазерным излучением за счет сокращения глазных зрачков оператора.

в) В помещении, где расположена установка, запрещается использовать приборы и предметы с зеркальными поверхностями. Рабочий инструментарий должен иметь матовую поверхность.

Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГН 2.2.5.1313-03. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

Требования к квалификации персонала

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное образование или опыт работы в лаборатории спектральных методов исследования, опыт работы с электрооборудованием и источниками лазерного излучения, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе обучения, уложившихся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности и владеющих английским языком на уровне «чтение и перевод со словарем».

Условия выполнения измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура воздуха 20 ± 5 °С;
- атмосферное давление 84,0-106,7 кПа; 630 – 800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80% при температуре 25°С;
- напряжение в сети от 187 до 242 В;
- частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят работы, представленные ниже.

Подготовка спектрометра к работе

Подготовка спектрометра комбинационного рассеяния света к работе проводится в соответствии с Руководством по эксплуатации [1, 2].

ВНИМАНИЕ! Перед проведением измерений необходимо убедиться, что рабочим является лазер с длиной волны возбуждения 514 нм (Ar^+).

Установите рекомендуемые режимы сбора данных (для всех образцов!) в программе *WiRE* версии 3.0 или выше:

Диапазон сбора данных – расширенный (*Extended*), 100 - 4000 cm^{-1} ,

ВНИМАНИЕ! Режим сбора данных – стандартный (*Standard*).

Время накопления (*Exposure time*) – 10 сек.

Количество аккумуляций (*Accumulations*) – 1.

Кратность объектива (*Objective*) – 50.

Калибровка спектрометра inVia Raman Microscope

Работу с измеряемыми образцами необходимо начинать после проведения калибровки прибора.

Для калибровки прибора используют стандартный образец монокристаллического кремния, поставляемый производителем и государственный стандартный образец (ГСО) бензола для хроматографии.

Калибровка прибора

- 1) Включить общее питание установки (кнопка с красным индикатором на правой боковой панели спектрометра).
- 2) Включить питание лазера (повернуть ключ в положение «1»).
- 3) Включить компьютер.
- 4) Запустить программу для проведения измерений и анализа *WiRE* 3.0



(двойной клик на ярлыке программы *WiRE* 3.0 на рабочем столе).

Убедиться, что выбран режим «*Reference un-referenced motors only*» и в появившемся окне нажать кнопку «*OK*» (рисунок 6).

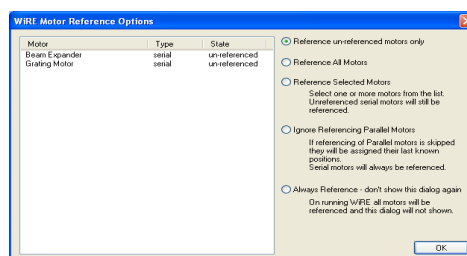


Рисунок 6 – Выбор режима «*Reference un-referenced motors only*»

- 5) Установить тестовый образец на предметном XYZ-столике спектрометра. Для калибровки необходимо использовать тестовые образцы кремния, поставляемого в

комплекте со спектрометром *inVia Raman Microscope* и ГСО бензола для хроматографии. Включить освещение образца. Для этого установить заслонку на фронтальной части спектрометра в положение «1»,  и перевести переключатель на

верхней левой боковой части спектрометра в положение .

6) Определить область для калибровки прибора с применением пятидесятикратного объектива. Условием достижения оптимального фокусного расстояния является ореол ярко-голубого цвета (рисунок 7).

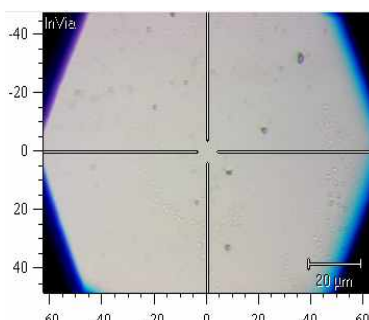


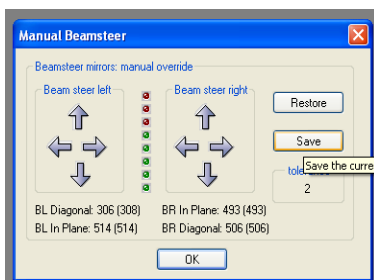
Рисунок 7 – Область для калибровки прибора

7) Отключить освещение образца и открыть доступ к образцу для лазерного луча. Для этого установить заслонку на фронтальной части спектрометра в положение «4»,  и перевести переключатель на верхней левой боковой части спектрометра в положение .

Для процесса калибровки рекомендуется установить максимальный уровень мощности лазерного излучения.

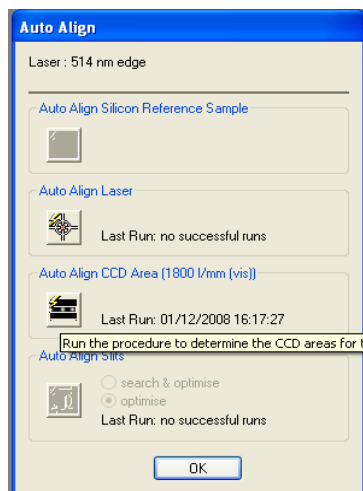
ВНИМАНИЕ! Перед подачей лазерного излучения необходимо убедиться в том, что заслонка установлена в положение «4», так как подача лазерного луча при открытой заслонке может привести к повреждению камеры.

8) Выполнить центрирование лазерного луча в ручном режиме, для этого выбрать в главном меню *Tools/Manual Beamsteer*. Подстройка центра проводится в появившемся окне (рисунок 8):

Рисунок 8 – Вкладка *Manual Beamsteer*

Для сохранения позиции луча нажать «**Save**», для возврата к предыдущей настройке центра нажать «**Restore**». Для выхода из режима ручной настройки центра нажать «**OK**».

9) Выполнить автоматическое выпрямление хода луча, для этого выбрать в главном меню **Tools/Auto Align/Align** (рисунок 9) и в появившемся окне нажать на кнопку  в разделе «**Auto Align CCD Area**» (в процессе выравнивая луча спектрометр автоматически отключает и включает подачу лазерного излучения на образец)

Рисунок 9 – Вкладка «*Auto Align*»

Далее необходимо внимательно отвечать на запросы программы об установке тестового образца и ширине щели, о каких-либо изменениях конфигураций прибора, не контролируемых программой. Необходимо убедиться еще раз в том, что тестовый образец кремния находится на предметном столике под объективом спектрометра и нажать «**OK**» как показано на рисунке 10.



Рисунок 10 – Вкладка «OK»

Убедиться в том, что щель открыта на 65 мкм и нажать «**OK**». Если спектрометр был ранее переведен в конфокальный режим работы, то необходимо перейти к режиму *regular* (нормальный) (рисунок 11).



Рисунок 11 – Вкладка «OK»

Нажать «**OK**».

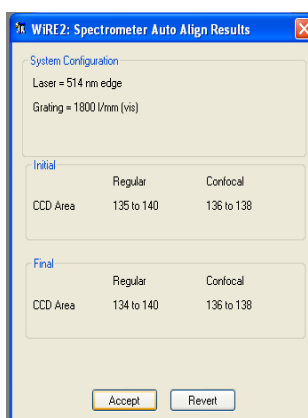


Рисунок 12 – Вкладки «Accept», «Revert»

Проверить начальные и конечные диапазоны настроек для линз. Они должны приблизительно совпадать. Далее нажать «**Accept**» для подтверждения диапазонов или «**Revert**» для изменения (рисунок 12).

10) Выполнить быструю

калибровку, для этого выбрать в главном меню *Tools/Calibration/Quick calibration* и в появившемся окне нажать «**OK**» (рисунок 13).

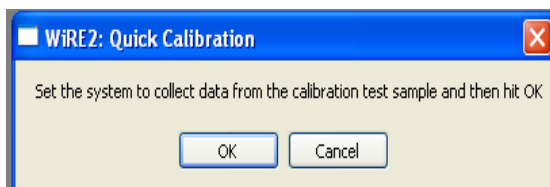


Рисунок 13 – Вкладка главного меню */Tools/Calibration/Quick calibration*

После получения сообщения об окончании калибровки спектрометра провести исследование тестовых образцов.

11) Для этого необходимо выбрать параметры измерения в главном меню *Measurement/New/Spectral acquisition*. В появившемся окне «*Spectral acquisition setup*» выбрать мощность лазера «*Laser power*» 10%. Нажать «*Apply*» и «*OK*» (рисунок 14).

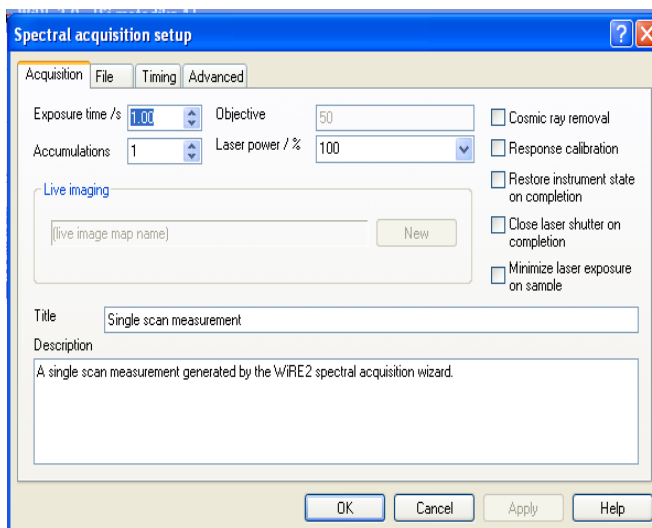


Рисунок 14 – Вкладка выбора мощность лазера «*Laser power*»

Нажать кнопку **Run** . Убедиться, что основная линия кремния находится на частоте 520 см^{-1} , основные пять линий бензола находятся на частотах 607 см^{-1} , 992 см^{-1} , 1178 см^{-1} , 2951 см^{-1} , 3062 см^{-1} .

Выполнение измерений

При выполнении измерений атомной доли водорода выполняют следующие операции.

Подготовка образца к анализу

Работу с образцами необходимо начинать после проведения калибровки прибора. Перед проведением измерения и анализа спектра КРС образец должен

храниться в таре защищающей образец от пыли. Анализируемый образец, при помощи пинцета, помещают на поверхность XYZ-столика прибора и проводят измерения, как описано в п. 3.9.2 настоящей методики (образцы габаритными размерами менее 75×10 мм помещают на алюминиевую пластину и затем перемещают на поверхность XYZ-столика).

Выполнение измерений

- 1) Включить общее питание спектрометра *inVia Raman Microscope*.
- 2) Включить питание лазера (повернуть ключ в положение «1»).
- 3) Включить компьютер.
- 4) Запустить программу для проведения измерений и анализа спектров

KPC *WiRE* 3.0 (двойной клик на ярлыке программы *WiRE* на рабочем столе .

Убедиться, что выбран режим «*Reference un-referenced motors only*» и в появившемся окне нажать кнопку «*OK*» (рисунок 15).

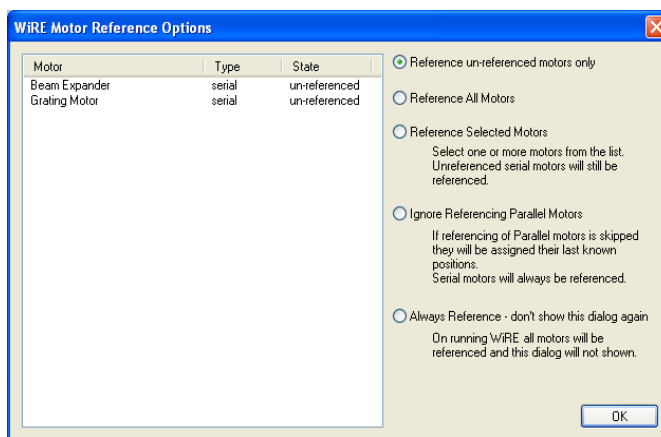


Рисунок 15 – Вкладка выбора режима «*Reference un-referenced motors only*»

5) Поместить исследуемый образец на алюминиевую подставку (при необходимости) и установить образец на предметном XYZ-столике спектрометра.

6) Включить освещение образца. Установить заслонку на фронтальной части спектрометра в положение «1»,  и перевести переключатель на верхней левой боковой части спектрометра в положение  до щелчка.

7) Определить область для снятия спектра комбинационного рассеивания при фокусировке 50-тикратным объективом микроскопа, при достижении оптимального

фокусного расстояния вокруг изображения образца появляется ореол ярко-голубого цвета (рисунок 16).

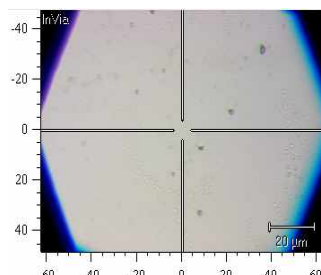


Рисунок 16 – Область для снятия спектра комбинационного рассеивания

8) Перевести заслонку на фронтальной части спектрометра в положение «4»,
✳ подать лазерный луч на образец, для этого перевести переключатель на верхней
левой боковой части спектрометра в положение  до щелчка.

ВНИМАНИЕ! При подаче лазерного луча на образец необходимо учитывать, что лазерный луч большой мощности может привести к порче образца! Рекомендуется, до выставления окончательных параметров сбора данных для образца, установить минимальный уровень мощности. В случае если мощность лазера 30мВт, рекомендуется начинать работу с мощности не превышающей 0,3 мВт или 1%.

ВНИМАНИЕ! Перед подачей лазерного излучения необходимо убедиться в том, что заслонка установлена в положение «4», так как подача лазерного луча при открытой заслонке может привести к повреждению прибора.

9) В главном меню программы *Wire 3.0* открыть *Measurement/ New/ Spectral acquisition*. В появившемся окне «*Spectral acquisition setup*» установить параметры измерения:

- во вкладке «*Range*» выбрать расширенный диапазон измерений «*Extended*» 100 – 3200 cm^{-1} . При условии, что для образцов достаточно проводить сбор данных только в определенном диапазоне, рекомендуется установить следующие диапазоны для образцов:

- а) Образец аморфного гидрогенизированного углерода (*a-C:H*)
 - диапазон 100 – 2500 cm^{-1} .
- б) Образец стеклоуглерода (*glassy-C*)
 - диапазон 100 – 2500 cm^{-1} .
- в) Образец нанокристаллического алмаза (*UNCD/NCD*)

- диапазон 100 – 2000 cm^{-1} .

г) Образец нанокристаллического графита (*NCG*)

- диапазон 500 – 2500 cm^{-1} .

д) Образец микрокристаллического алмаза (*MCD*)

- диапазон 100 – 3000 cm^{-1} .

е) Образец графита (ГРАФИТ)

- диапазон 100 – 2000 cm^{-1} .

- во вкладке «*Acquisition*» выбрать мощность лазера «*Laser power*» 1% с учетом того, что максимальная мощность лазера 30 мВт.

ВНИМАНИЕ! Если уровень шума в спектре комбинационного рассеяния превышает 1% от максимального значения интенсивности в спектре комбинационного рассеяния, в исследуемом диапазоне, то рекомендуется повысить мощность.

ВНИМАНИЕ! Образцы материалов на основе углерода легко подвергаются деструкции под воздействием лазерного излучения, поэтому необходимо медленно повышать уровень мощности возбуждающего лазерного излучения.

ВНИМАНИЕ! Во избежание порчи образцов, не рекомендуется превышать уровни мощности лазерного излучения для образцов:

а) Образец аморфного гидрогенизированного углерода (*a-C:H*)

- мощность лазерного луча 1,5 мВт, (5%).

б) Образец стеклоуглерода (*glassy-C*)

- мощность лазерного луча 3 мВт, (10%).

в) Образец нанокристаллического алмаза (*UNCD/NCD*)

- мощность лазерного луча 0,3 мВт, (1%).

г) Образец нанокристаллического графита (*NCG*)

- мощность лазерного луча 15 мВт, (50%).

д) Образец микрокристаллического алмаза (*MCD*)

- мощность лазерного луча 0,3 мВт, (1%).

е) Образец графита (ГРАФИТ)

- мощность лазерного луча 3 мВт, (10%).

- во вкладке «*File*» выбрать имя файла необходимо указать имя файла данных и место его сохранения (рисунок 17).

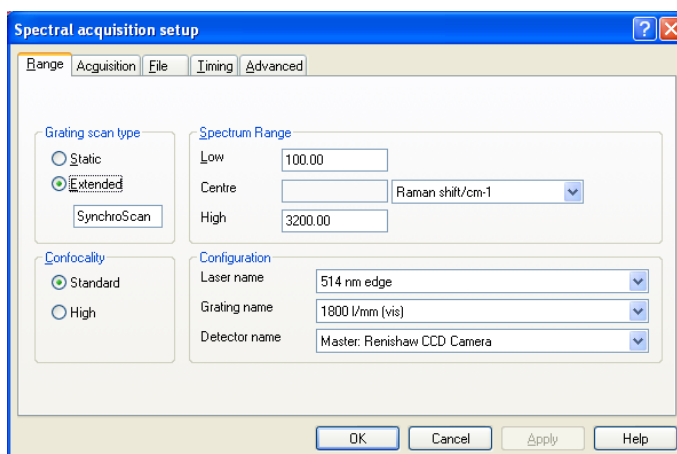


Рисунок 17 – Вкладке «File»

Нажать кнопки «*Apply*» и «*OK*».

10) Запустить процесс сбора данных нажатием кнопки **Run** .

11) По завершении процесса сбора данных отключить подачу лазерного излучения кнопкой , установить заслонку на фронтальной части спектрометра в положение «1»,  и перевести переключатель на верхней левой боковой части спектрометра в положение  до щелчка.

12) Для сохранения результатов эксперимента в формате совместимом с программой *Microsoft Excel for Windows* и другими программными продуктами выбрать пункт меню программы *Wire 3.0 File\ Save file as...* в появившейся вкладке выбрать формат для сохранения файла данных *.txt в поле «*Save as a type ...*»

Обработка результатов измерений

Обработку результатов измерений концентрации связанного водорода выполняют следующим способом.

Начинать следует с визуального осмотра спектров и сопоставления их с типичными спектрами углеродсодержащих материалов, приведенных в приложении Б. Первичный осмотр упрощает идентификацию структуры материала и используется для формулирования вывода при представлении результатов измерений.

Центр масс спектра КРС, коэффициент смещения центра масс спектра, концентрация связанного водорода в материале пленки, показатель формы спектра и наклон базовой линии спектра рассчитываются по формулам, приведенным далее:

Определение концентрации водорода в углеродсодержащей пленке

В связи с тем, что спектры КРС полимероподобных и микрокристаллических углеродсодержащих материалов не имеют пиков, общеизвестных как *D* и *G*, анализ таких материалов с применением данной методики невозможен. Спектр КРС микрокристаллического алмаза в диапазоне 900 -2000 см⁻¹ имеет форму типичную форме спектра монокристаллического алмаза, приведенного в приложении Б, отличие заключается в том, что, базовая линия спектра КРС микрокристаллического материала имеет наклон *m* относительно оси абсцисс. Исследование пленок полимероподобного углерода невозможно, так как высокое содержание связанного водорода (~ 45 ат. %) вызывает люминесценцию, интенсивность которой превышает интенсивность сигнала комбинационного рассеяния, и запись истинного спектра КРС становится невозможной.

Расчет концентрации связанного водорода в углеродсодержащих пленках проводится по анализу спектра КРС в диапазоне 1050 -2000 см⁻¹ по формуле [3, 4]:

$$H [at. \%) = 21,7 + 16,6 \lg \left\{ \frac{m}{I(G)} [мкм] \right\} \quad (8)$$

где *m* – наклон спектра КРС относительно оси абсцисс, *I*(*G*) – интенсивность *G*-пика спектра КРС.

Определение интенсивности и положения *G*-пика. Определить линию максимальной интенсивности *I*_{max} комбинационного рассеяния света в диапазоне 1500-1700 см⁻¹ (*I*_{max} = *I*(*G*)) и соответствующее ей значение волнового числа *a*(*G*). Поиск максимума ведется методом простого сравнения значений интенсивностей линий спектра в диапазоне 1500-1700 см⁻¹

Определить базовую линию спектра и наклон «*m*», **[ВНИМАНИЕ значение «*m*» должно быть выражено в мкм.]** полученной базовой линии спектра:

$$m = \frac{\Delta I}{\Delta a}, \quad (9)$$

где $\Delta I = I_2 - I_1$ – изменение интенсивностей полос спектра в диапазоне 1050 -2000 см⁻¹, Δa - изменение волнового числа (в данном случае: $\Delta a = a_2 - a_1 = 2000 - 1050 = 950$). Базовую линию проводят через точки кривой спектра КРС отвечающих интенсивностям при волновых числах 900 и 2000 см⁻¹

Все последующие операции отсчета интенсивности линии проводятся только от базовой линии спектра.

Выполнение расчетов для микрокристаллического алмаза (MCD)
заканчивается на данном этапе настоящей методики

Определение центра масс спектра КРС

Расчет центра масс спектра КРС проводят по результатам анализа спектра в диапазоне 900 -2000 см⁻¹. Для этого необходимо:

определить сумму S интенсивностей (высот в максимумах) I_i всех линий спектра КРС в диапазоне:

$$S = \sum_{i=900}^{2000} I_i \quad (10)$$

Определить полусумму спектра $S/2$.

Определить интенсивность линии $I_{ц.м.}$, при которой сумма достигает значения $S/2$.

Определить волновое число ацм, соответствующее $I_{ц.м.}$

Определение коэффициента смещения центра масс K

Коэффициент смещения центра масс K характеризует изменение количества фазы неупорядоченного углерода, находящегося в sp² гибридизации. K определяют по формуле:

$$K = \left| \frac{1456 - a_1}{a_2 - 1456} \right|, \quad (11)$$

где a_1 и a_2 – волновые числа, определяемые построением перпендикуляров на базовую линию спектра из точек пересечения спектра и прямой параллельной базовой линии спектра КРС, построенной на высоте $1/2 I_{ц.м.}$. $I_{ц.м.}$ – интенсивность линии центра масс при $a_{ц.м.}$. При расчете по спектрам материалов, имеющих четыре точки пересечения спектра с прямой параллельной базовой линии спектра КРС, построенной на высоте $1/2 I_{ц.м.}$ (например, *glassy-C*) за a_1 необходимо принять минимальное полученное значение и за a_2 необходимо принять максимальное полученное значение.

Определение показателя формы спектра КРС K_I

Показатель формы спектра характеризует структуру материала. K_I определяют по формуле:

$$K_I = 100 \cdot \frac{I_{ц.м.}}{I_{сmax}}, \quad (12)$$

где $I_{сmax}$ – максимальная интенсивность в диапазоне 900 -2000 см⁻¹, определяемая методом простого сравнения значений интенсивностей линий спектра.

Расчет может быть выполнен при помощи программы *Microsoft Office Excel* или другого математического программного продукта.

Идентификацию структуры пленок углеродсодержащих материалов проводят путем сопоставления рассчитанных показателей, характеризующих материал. Значения аттестованных показателей приведены в таблицах А.2.1 – А.2.6 в Приложении А.

Контроль точности результатов измерений

Контроль точности результатов измерений при реализации методики в одной лаборатории предусматривает оперативный контроль процедуры анализа на основе контроля правильности и прецизионности.

Контроль правильности результатов измерений проводят, путем сравнения результатов измерений с принятым опорным значением.

Контроль приемлемости результатов измерений, получаемых в условиях прецизионности (несколькими лабораториями).

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях не должно превышать значение предела воспроизводимости R , указанного в таблице 2, условие 13:

$$|X_1 - X_2| \leq R, \quad (13)$$

$$\text{где} \quad R = 2,77 \times \sigma_R. \quad (14)$$

Если условие 13 выполняется, то оба результата признаются приемлемыми и конечный результат принимают как среднее арифметическое результатов всех измерений.

При невыполнении условия 13 могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений и установления окончательного результата согласно разделу 4 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Содержание отчета

Оформление результатов измерений

Результат измерений $X_{\text{ср}}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta, \%, P=0,95,$$

где Δ - показатель точности методики анализа. Если при аттестации методики принимают решение о внесении поправки, то сначала вносят поправку, а затем представляют результат в виде, указанном выше.

Результаты сопровождают выводами о структуре материала.

Представление результатов измерений

В случае когда результат исследования по настоящей методике показывает, что исследуемый материал принадлежит к классу аморфного гидрогенизированного углерода и концентрация связанного водорода в материале определена двумя методами, то необходимо дополнить представленные результаты усредненным значением концентрации связанного водорода в материале пленки. Усреднение результатов проводится по следующему алгоритму:

1) Определение среднего значения концентрации связанного водорода в материале пленки по формуле:

$$\langle [H] \rangle = \frac{1}{2} \cdot ([H]_{\text{ИК}} + [H]_{\text{КРС}}), \quad (15)$$

где $[H]_{\text{ИК}}$ – концентрация связанного водорода, определенная методом ИК-спектроскопии, $[H]_{\text{КРС}}$ – концентрация связанного водорода, определенная методом КРС.

2) Определение относительной погрешности усреднения для каждого из методов определения:

а) при определении концентрации связанного водорода методом ИК-пропускания относительная погрешность составит:

$$\Delta[H]_{\text{ИК}} = \left| \frac{[H]_{\text{ИК}} - \langle H \rangle}{[H]_{\text{ИК}}} \right| \cdot 100\% \quad (16)$$

б) при определении концентрации связанного водорода методом комбинационного рассеяния света относительная погрешность составит:

$$\Delta[H]_{\text{КРС}} = \left| \frac{[H]_{\text{КРС}} - \langle H \rangle}{[H]_{\text{КРС}}} \right| \cdot 100\% \quad (17)$$

Если результат расчета погрешности измерения одного из методов превышает 30 %, то необходимо провести повторное исследование образца.

Итоговый результат записывают в виде:

- 1) $X_{\text{ИК}} \pm \Delta$, %, $P=0,95$;
- 2) $X_{\text{КРС}} \pm \Delta$, %, $P=0,95$;
- 3) $\langle [H] \rangle$

где Δ – показатель точности методики анализа.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

- 1) Что такое комбинационное рассеяние света?
- 2) По какой причине необходимо проводить калибровку прибора?

3) К какому типу спектрометров относится *InVia Raman Microscope* фирмы *Renishaw Inc* (Великобритания)? К какой категории? Зачем используется режекторный фильтр?

4) Какие тип линий комбинационного рассеяния исследуются на спектрометре *InVia Raman Microscope* фирмы *Renishaw Inc* (Великобритания) и почему?

5) Какие параметры можно регулировать, проводя эксперимент на КРС спектрометре *InVia Raman Microscope* фирмы *Renishaw Inc* (Великобритания)?

6) Что характеризует числовая апертура? Зачем используется иммерсионная жидкость?

7) За что отвечает конфокальность?

8) Чем обусловлен выбор объектива? По какому параметру можно оценить прозрачность материала?

9) Как изменится КРС спектр, если понизить температуру образца на 100°C?

10) Что такое комбинационное рассеяние света?

11) Из-за чего может быть затруднен анализ КРС спектра?

12) Какие способы обработки КРС спектра существуют? Какими кривыми можно аппроксимировать пики КРС спектра?

13) Какие основные параметры пика КРС спектра? За что они отвечают?

14) Как изменится КРС спектр, если колебания кристаллической решетки увеличатся в два раза?

15) Как изменится КРС спектр поликристалла, если размер составляющих его кристаллитов увеличится?

Список литературы, рекомендуемый к использованию по данной теме

1. Light Scattering in Solids V Superlattices and Other Microstructures./ edited by M.Cardona and G.Günterodt. – Berlin: Springer-Verlag, 1989. – 351 с.

2. Gammon D.. High-resolution spectroscopy of individual quantun dots in wells. - MRS Bulletin, February1998, p. 44 – 48.

3. Фабелинский И.Л.. Комбинационному рассеянию света – 70 лет. –УФН, 1998, том 168, №12, с.1341–1360.

4. Мандельштам Л.И., Г.С.Ландсберг. Новое явление при рассеянии света (предварительное сообщение). – ЖРФХО, 1928, том 60, с.335 – 338.

5. Фабелинский И. Л. Открытие комбинационного рассеяния света. Успехи физических наук. 1978. Т. 126. № 1.

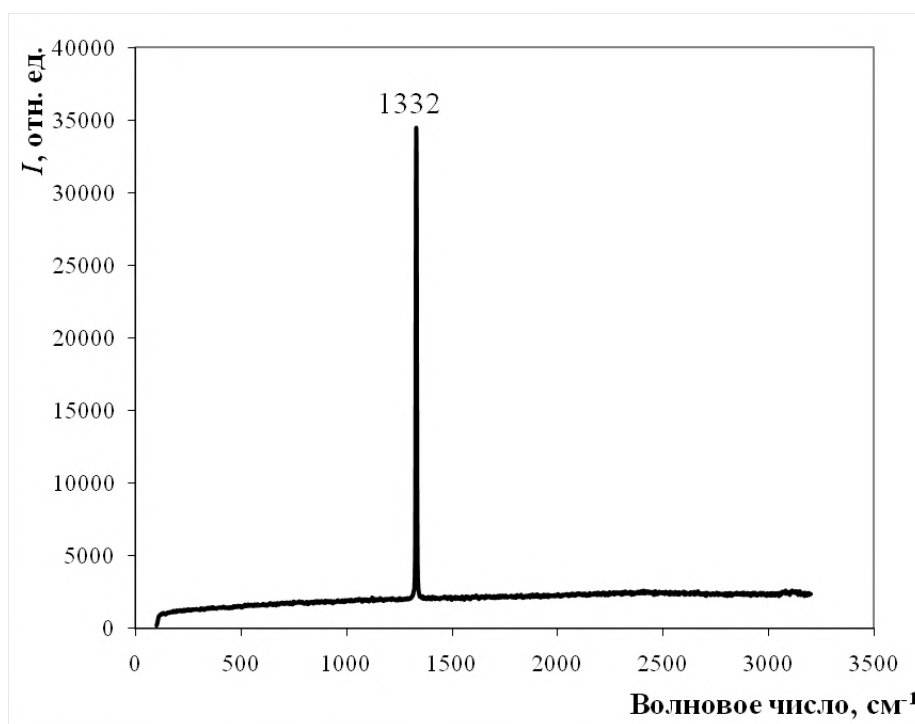
6. Грибов Л. А. Введение в молекулярную спектроскопию, монография, Главная редакция физико-математической литературы издательства “Наука”, 1976.
7. Сушинский М. М. Вынужденное рассеяние света. М: Наука, 1985.
8. Model 160-Series. User’s Manual//Spectra-Physics. Lasers & Photonics. Part Number 0000-239A – U.S.A. Spectra-Physics, Inc.: Rev. J. 2004.
9. Leica DM 2000. Leica DM 2500. Leica DM 3000. Operating Manual//Leica MicroSystems. – Wetzlar. Germany: Leica MicroSystems CMS GmbH. 2005.
10. Tribology of diamond-like carbon films: fundamentals and applications Christophe Donnet, Ali Erdemir – Heidelberg. Germany: Springer, 2008. 664 p.
11. Bonding in hydrogenated diamond-like carbon by Raman Spectroscopy/ C. Casiraghi, F. Piazza, A. C. Ferrari, D. Grambole, J. Robertson// Diamond & Related materials 14 (2005) pp. 1098 – 1102 Elsevier

ПРИЛОЖЕНИЕ А (обязательное)

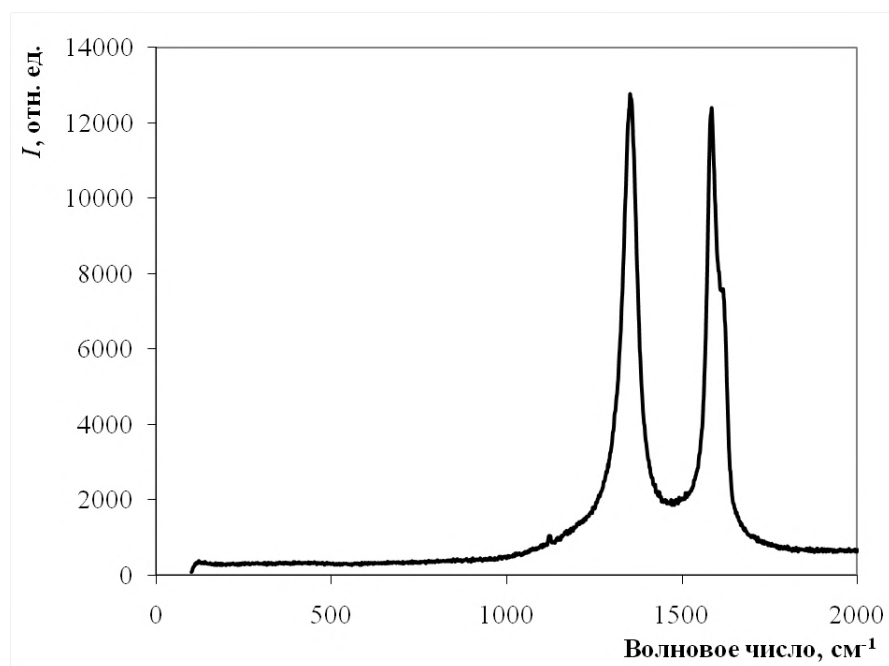
Типичные спектры КРС углеродсодержащих пленок

Различные типы углеродных материалов характеризуются уникальным набором пиков в спектре КРС или их суперпозицией. Отличительными признаками материала, содержащего углерод является наличие интенсивных полос в области $1330 - 1350 \text{ см}^{-1}$ и в области $1580 - 1600 \text{ см}^{-1}$, известные как “D” и “G” пики, соответственно. Полимерные и микрокристаллические материалы на основе углерода характеризуются изгибом спектра КРС с образованием угла наклона между базовой линией спектра КРС и осью абсцисс.

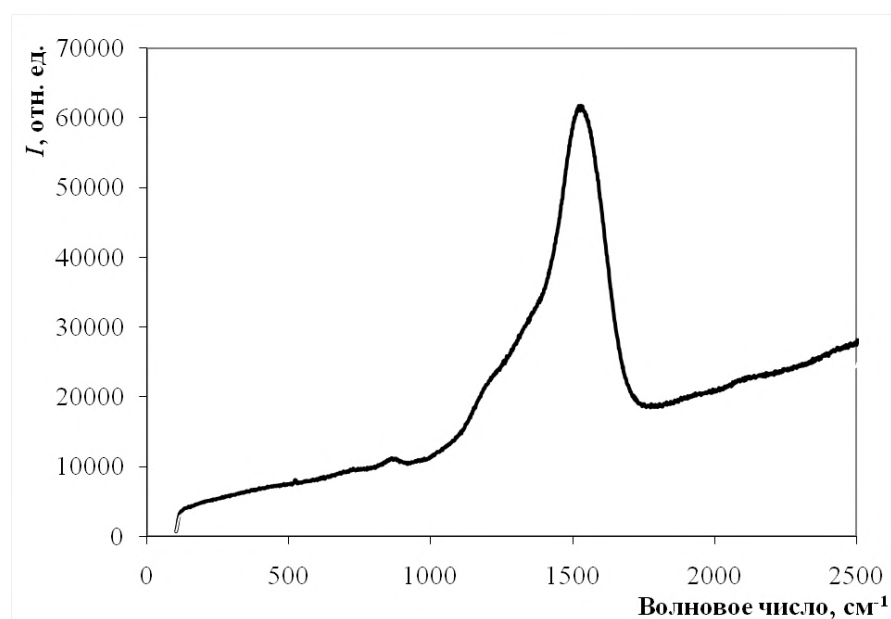
Б.1. Типичный спектр КРС алмаза монокристаллического (алмаз (бриллиант) ТУ 117-4.2099-2002), сертификат № 6900002367979).



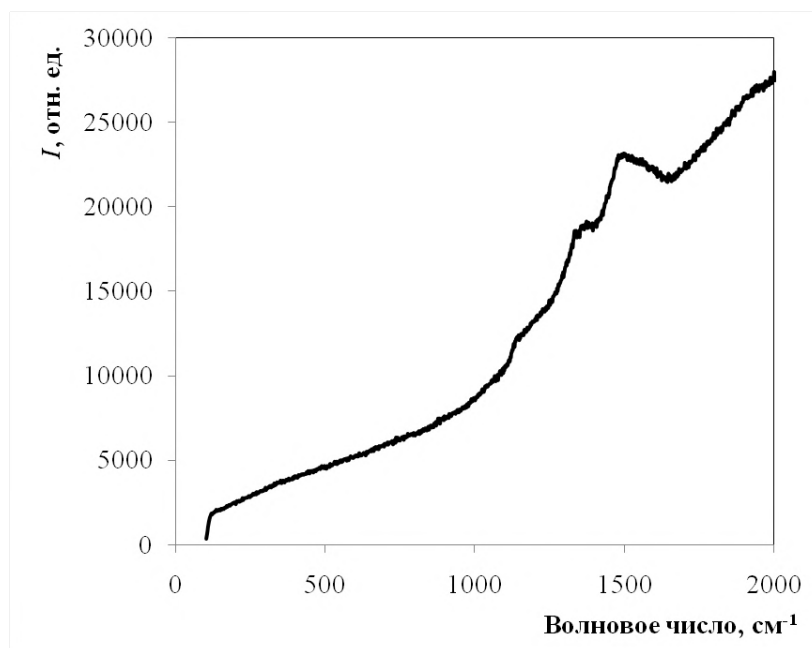
Б.2. Типичный спектр КРС графита МПГ7 (ТУ 1915-109-081-2004)



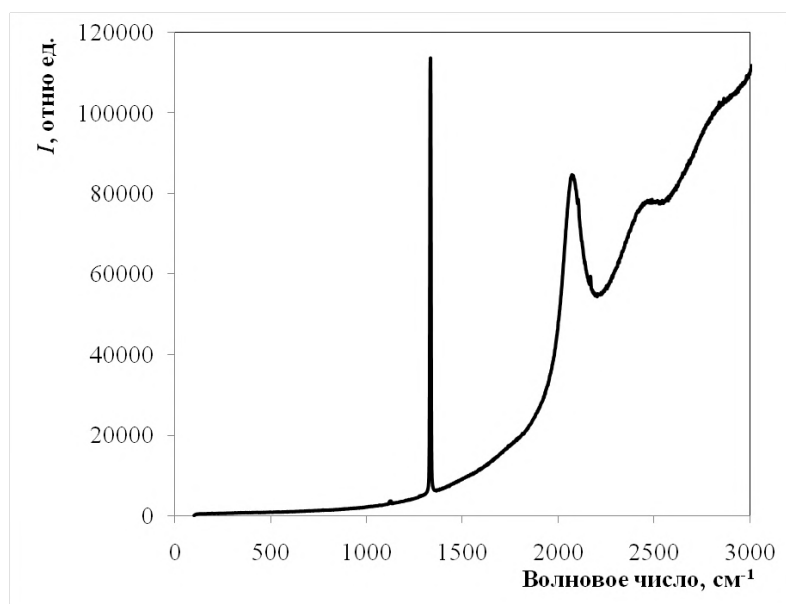
Б.3. Типичный спектр КРС аморфной гидрогенизированной пленки, синтезированной методом газо-фазного осаждения активированного плазмой газового разряда (PECVD) на промышленной установке “MicroSys400” (Германия).



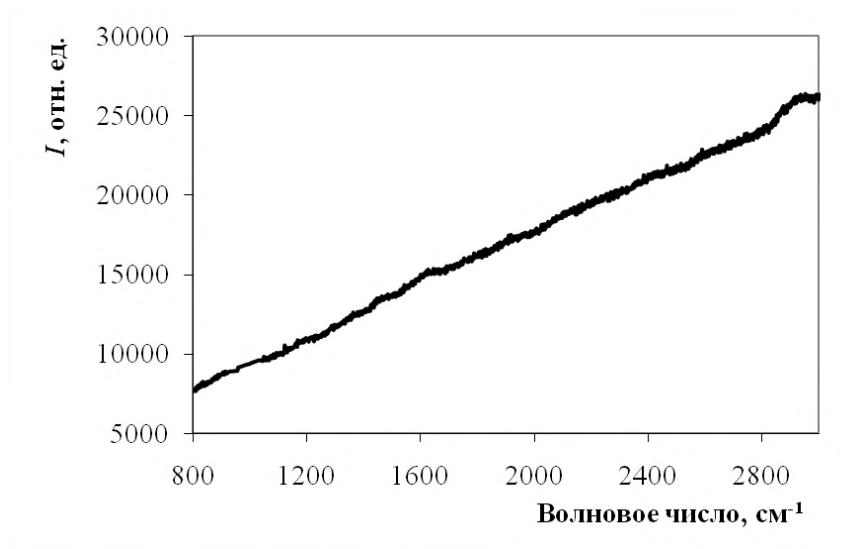
Б.4. Типичный спектр КРС ультрананокристаллической пленки с размером зерен до 3 нм, стабилизированной полимерным связующим, синтезированной методом газо-фазного осаждения активированного плазмой газового разряда (PECVD) на промышленной установке “DIFS-ST10” (Россия-Канада).



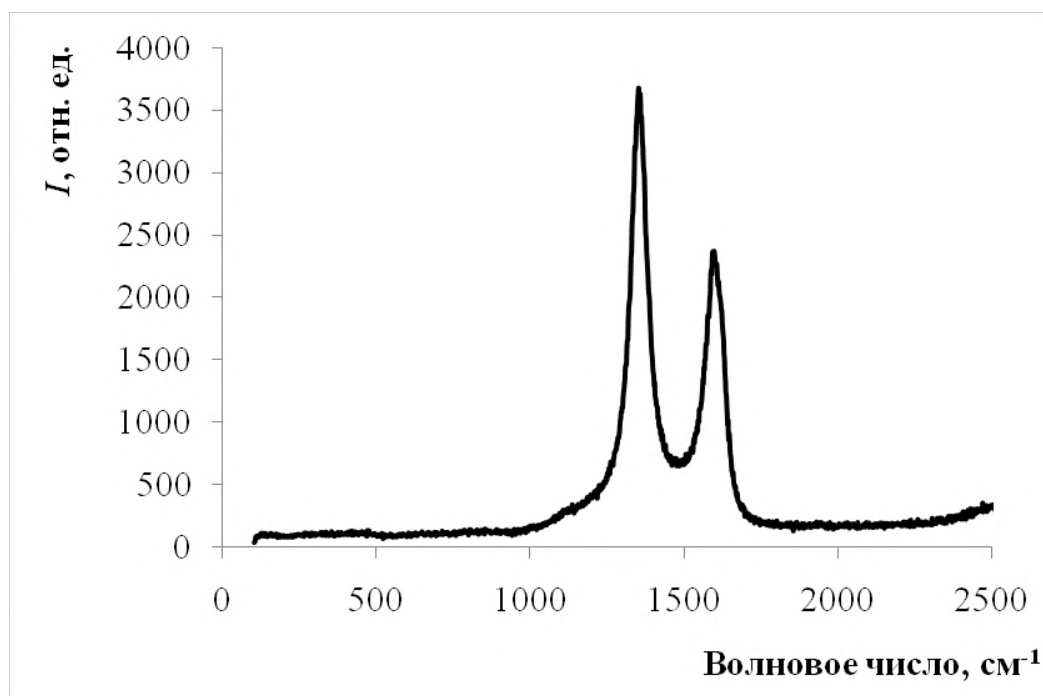
Б.5. Типичный спектр КРС микрокристаллической пленки, синтезированной методом газо-фазного осаждения активированного плазмой газового разряда (PECVD) на промышленной установке “DIFS-ST10” (Россия-Канада).



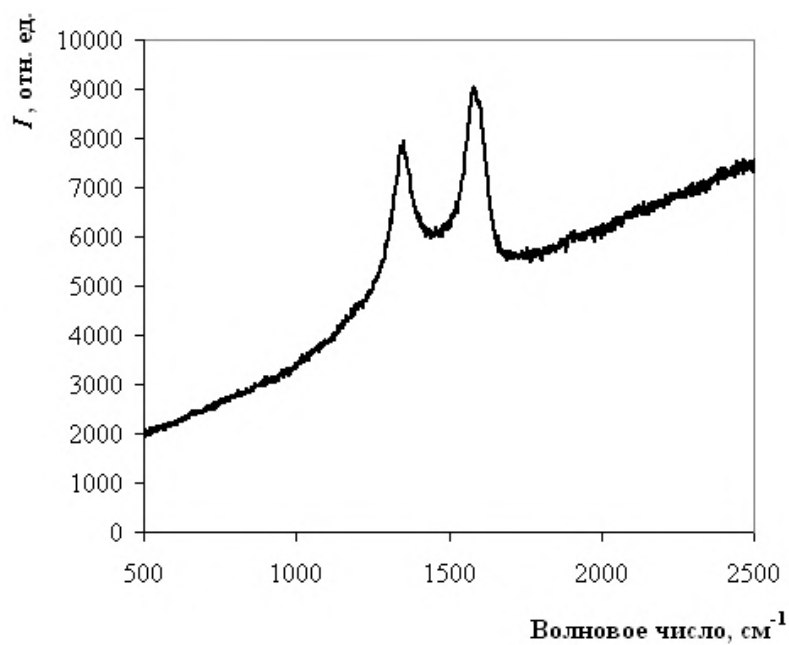
Б.6. Типичный спектр КРС полимерной пленки, синтезированной методом газо-фазного осаждения активированного плазмой газового разряда (PECVD) на модифицированной промышленной установке “ВУП-5М” (Украина).



Б.7. Типичный спектр КРС стеклогуглерода марки СУ-2000 (ТУ 1916-027-27208846-01).



Б.8 Типичный спектр КРС пленки нанокристаллического графита, синтезированной методом термоактивированного газо-фазного осаждения в реакторе.



МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ

Методические указания по выполнению практических работ

Направление подготовки 28.03.02 Наноинженерия
Направленность (профиль)
«Нанотехнологии и наноматериалы»

Ставрополь
2026

ВВЕДЕНИЕ

Методическое указание составлено в соответствии с требованиями ФГОС ВО, рабочих учебных планов по программе бакалавриата, программы дисциплины «ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ».

Методы исследования материалов микро- и наносистем является фундаментом современного материаловедения. В настоящее время имеется огромное число методов диагностики и исследования самых разных характеристик изучаемых систем. Поэтому:

- при их применении необходимо учитывать специфику объектов нанометровой геометрии и особенности, протекающих в них процессов;
- диагностика наносистем и наноматериалов должна обеспечивать наиболее полную информацию об их основных характеристиках и о протекающих в них процессах.
- изучение структуры материалов с нанометровым пространственным разрешением;
- изучение особенностей поведения и свойств наносистем, наноустройств, наноматериалов.

При изучении дисциплины «Взаимодействие излучения с веществом» на лабораторных занятиях используются междисциплинарное и проблемное обучения в малых группах.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 1

Эллипсометрия. Отражение света, прямая и обратная задача эллипсометрии

Цель работы: изучить основы методов эллипсометрии

Теоретический материал

Под термином “эллипсометрия” понимают оптический метод исследования поверхностей или объемных сред, который основан на анализе амплитудных и фазовых изменений световой волны при ее взаимодействии с исследуемым объектом. В более широком аспекте об эллипсометрии говорят как о разделе оптики, в котором рассматривается взаимодействие поляризованного света с отражающей поверхностью или слоистыми структурами. В некоторых случаях анализируют поляризационные свойства волны, прошедшей через среду. Тогда говорят об эллипсометрии пропускания. Однако чаще приходится иметь дело с волной, отраженной от поверхности образца; в этом случае говорят об отражательной эллипсометрии. Спектральный диапазон, в котором используются идеи и принципы метода эллипсометрии очень широк и перекрывает область от микроволнового излучения (радиоволновая эллипсометрия) до мягкого рентгеновского (эллипсометрия синхротронного излучения). Однако, наиболее часто эллипсометрические исследования проводятся в спектральном диапазоне 220 – 1000 нм, что соответствует энергии фотона 1.2 – 6 эВ, (ближний инфракрасный, видимый и ближний ультрафиолетовый диапазоны).

Основоположителем эллипсометрического метода является немецкий исследователь Пауль Друде (Paul Drude), который в конце 19-го века впервые применил принципы эллипсометрии при изучении оптических констант металлов и сверхтонких плёнок. Долгое время после этого метод оставался невостребованным. Второе рождение он получил в середине 20-го века. Этому способствовал ряд обстоятельств: потребности бурно развивающейся в то время микроэлектроники, появление источников монохроматического излучения - лазеров, а также прогресс в развитии вычислительной техники. Всё это вместе взятое привело к тому, что метод эллипсометрии получил мощный импульс развития и в настоящее время занимает одно из лидирующих мест в ряду других аналитических методов.

На сегодняшний день эллипсометрические исследования находят широкое применение в различных областях научных знаний: в микро- и нанoeлектронике, физике полупроводников и физике твёрдого тела, в оптике, электрохимии, химии полимеров, биологии, медицине и в других. Широкое применение эллипсометрия находит также в

научноёмких технологиях в качестве экспрессного и неразрушающего метода их контроля. Возможности эллипсометрии и возрастающий интерес к ней подкрепляются с одной стороны развитием аппаратной базы, постоянным совершенствованием экспериментальных приёмов, с другой - развитием методического и программного обеспечения, созданием новых, более эффективных алгоритмов решения обратных задач и интерпретации результатов измерений.

*Отражение света, прямая и обратная задачи эллипсометрии Моделирование
исследуемых структур*

Плоская электромагнитная волна, её распространение в среде

Пусть в момент времени $t = 0$ в области пространства, ограниченной плоскостями $y = y_1$ и $y = y_2$ существует электрическое поле $E_z(y, 0)$, вектор напряженности которого направлен по оси Z и магнитное поле, направленное по оси X с вектором магнитной скорости света. В плоскости XZ поля однородны. Согласно уравнениям Максвелла, такая конфигурация полей будет перемещаться в пространстве вдоль оси Y со скоростью света c , так что в произвольный момент времени решение будет даваться соотношением $E_z(y, t) = E_z(y - ct, 0)$ и $B_x(y, t) = B_x(y - ct, 0)$, показанные. Такое решение называется плоской электромагнитной волной (рисунок 1). Частный случай плоской волны - синусоидальная волна, когда $E(y)$ меняется по гармоническому закону.

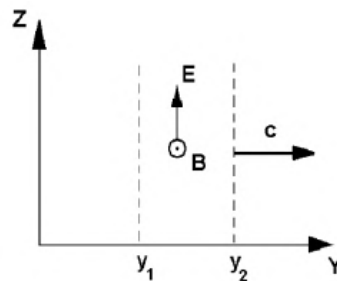


Рисунок 1 – Плоская электромагнитная волна, распространение в среде

В плоской электромагнитной волне напряженность электрического поля и магнитная индукция зависят от одной координаты вдоль направления распространения волны. Поскольку поля E и B однозначно связаны друг с другом соотношением $B = E/c$, то для описания волны достаточно задать только напряженность E . Рассмотрим плоскую синусоидальную волну, которая распространяется вдоль оси Y . Запишем напряженность электрического поля с помощью комплексной экспоненты как функцию координаты y и времени t :

$$E(y) = E_0 \exp[i(\omega t - ky)].$$

Здесь ω - круговая частота, k - волновой вектор, которые связаны с периодом и длиной волны простыми соотношениями: $T = \frac{2\pi}{\omega}, \lambda = \frac{2\pi}{k}$. Величина E_0 называется амплитудой колебаний электрического поля (амплитудой волны). Волновой вектор и частота связаны дисперсионным соотношением. Если волна распространяется в изотропной однородной среде, то за счет взаимодействия поля со средой возникают два эффекта. Во-первых, изменяется фазовая скорость волны или, что то же самое, изменяется длина волны. Во-вторых, происходит уменьшение амплитуды волны вдоль направления распространения, связанное с поглощением. Формально это можно учесть, если записать волновой вектор в виде $k = \frac{(n-ik)\omega}{c}$, где величины n и k называются показателями преломления и поглощения среды и характеризуют её взаимодействие с волной. Действительно, если подставить выражение для k в формулу (1), то получим: $E(y, t) = E_0 \exp\left(-\frac{k\omega}{c}y\right) \cdot \exp\left[i\left(\omega t - \frac{n\omega}{c}y\right)\right]$. Мы видим, что амплитуда волны (множитель перед комплексной экспонентой) экспоненциально затухает вдоль направления распространения волны, а пространственная частота $\frac{n\omega}{c}$ в n раз больше, чем в вакууме, что соответствует уменьшению фазовой скорости в n раз. Величину $\mathbf{N} = n - ik$ называют комплексным показателем преломления среды.

Рассмотренные выше соотношения справедливы для оптически изотропных сред. Для анизотропных сред их оптические свойства зависят от ориентации вектора E относительно оптических осей и распространение света носит более сложный характер. Рассмотрим распространение света в одноосном кристалле. Такие кристаллы характеризуются наличием одной оптической оси. Если электрическое поле волны направлено вдоль оптической оси, то показатель преломления среды равен n_e (необыкновенная волна), если же вектор поля перпендикулярен оптической оси, то показатель преломления равен n_o (обыкновенная волна). Отсюда следует, что волна, распространяющаяся вдоль оптической оси — всегда обыкновенная, а в случае распространения перпендикулярно оптической оси будут существовать две волны обыкновенная и необыкновенная со взаимно ортогональными поляризациями. Более подробно распространение света в анизотропных материалах и преобразование поляризации света.

Отражение плоской электромагнитной волны от исследуемой поверхности.

Основные определения.

Пусть плоская волна падает на поверхность, расположенную в плоскости XY. Выберем оси X и Y так, чтобы ее волновой вектор k_i лежал в плоскости XZ (рисунок 2).

Тогда электрические векторы падающей и отраженной волн можно записать в виде:

$E_i(r, t) = E_{0i} \cdot \exp(i(\omega t - k_i r))$ и $E_r(r, t) = E_{0r} \cdot \exp(i(\omega t - k_r r))$, здесь k_i , k_r - волновые векторы, E_{0i} - комплексные амплитуды падающей и отраженной волн, а ω - частота волны. Амплитуды получаются комплексными потому, что в общем случае в показателях экспонент для каждой волны следовало бы приписать еще фазовые добавки. Однако удобнее отнести эти фазовые добавки к амплитудному множителю.

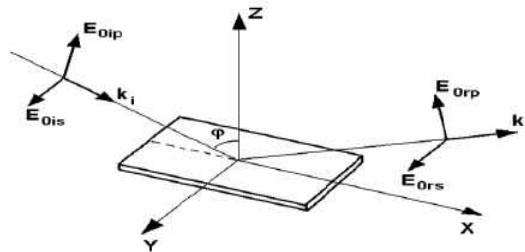


Рисунок 2 – Плоская волна падение на поверхность, расположенную в плоскости XY

Плоскость, проведенная через векторы k_i и k_r называется плоскостью падения света (в нашем случае она совпадает с плоскостью XZ). Для дальнейшего удобно разложить векторы амплитуд электрического поля на составляющие, лежащие в плоскости падения и перпендикулярно к ней (p и s компоненты):

$E_{0i} = e_p E_{0ip} + e_s E_{0is}$, $E_{0r} = e'_p E_{0rp} + e'_s E_{0rs}$, где e_p , e'_p и e_s - единичные векторы вдоль соответствующих направлений. Комплексными коэффициентами отражения называются отношения амплитуд отраженной и падающей волн: $R_p = E_{0rp}/E_{0ip}$, $R_s = E_{0rs}/E_{0is}$. Модуль комплексного коэффициента отражения показывает во сколько раз изменилась амплитуда волны после отражения, а фаза характеризует фазовый сдвиг между падающей и отраженной волнами. Значения коэффициентов отражения определяются свойствами отражающей поверхности, то есть распределением оптических постоянных в приповерхностных слоях, геометрией поверхности (рельефом), а также внешними по отношению к поверхности параметрами: углом между нормалью к поверхности и вектором k_i , (углом падения света φ), показателем преломления внешней среды n , длиной волны λ , которые всегда считаются известными величинами. Поскольку значения коэффициентов отражения содержат в неявном виде

информацию о структуре отражающей поверхности, то полезно было бы измерить их амплитуды и фазы. Однако экспериментально при эллипсометрических измерениях определяются не сами коэффициенты отражения, а их отношение. В силу исторических причин это отношение представляют в виде:

$$\rho \equiv \operatorname{tg} \psi e^{i\Delta} = \frac{R_p}{R_s}$$

Параметры ψ и Δ называются эллипсометрическими параметрами (или эллипсометрическими углами, реже – поляризационными параметрами) и являются измеряемыми в эксперименте величинами. Иногда для удобства записанную выше комбинацию эллипсометрических параметров обозначают символом ρ и называют комплексным эллипсометрическим параметром. Физический смысл эллипсометрических параметров прост: $\operatorname{tg} \psi$ показывает отношение амплитуд коэффициентов отражения для р- и s- волн, а параметр Δ равен разности между фазовыми скачками этих волн при отражении.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Отражение света, прямая и обратная задачи эллипсометрии
2. Моделирование исследуемых структур
3. Плоская электромагнитная волна, её распространение в среде
4. Отражение плоской электромагнитной волны от исследуемой поверхности

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 2

Эллипсометрия

Основное уравнение эллипсометрии. Прямая и обратная задачи

Цель работы: изучить основы уравнения прямой и обратной задачи

Теоретический материал

Обратимся к уравнению отношений отражения. В левой его части стоят измеряемые величины, в правой – отношение комплексных коэффициентов отражения. Для конкретного исследуемого объекта комплексные коэффициенты отражения можно рассчитать, если задать оптическую модель отражающей структуры. Пусть $p_1, p_2, \dots, p_N$ – параметры этой модели. Это могут быть оптические постоянные, толщины слоев структуры или какие-либо другие величины. Тогда уравнение (2) можно переписать в символическом виде:

$$\operatorname{tg} \psi \cdot e^{i\Delta} = F(p_1, p_2, \dots, p_N, \varphi, \lambda, n_a)$$

Параметры p_i называют внутренними параметрами оптической модели, а угол падения, длину волны и показатель преломления внешней среды – внешними параметрами. Для заданной структуры с известными внутренними и внешними параметрами мы всегда можем представить аналитически и рассчитать численно соответствующие ей эллипсометрические углы ψ и Δ . Такую задачу называют прямой задачей эллипсометрии. Уравнение (3) – комплексное алгебраическое уравнение и оно позволяет определить любые два неизвестных из числа параметров p_{i1} и p_{i2} . Такая задача – определение параметров модели по измеренным значениям ψ и Δ называется обратной задачей эллипсометрии. В отличие от прямой, обратная задача лишь в исключительных случаях имеет аналитическое решение, поэтому чаще всего для отыскания неизвестных параметров прибегают к численным методам, либо используют другие приемы. Здесь же отметим лишь, что структура основного уравнения эллипсометрии такова, что решение обратной задачи практически всегда неоднозначно. То есть, имеется несколько решений, удовлетворяющих уравнению (3). Часть из них удастся отбросить, если они не подходят по физическому смыслу. Например, если определяется показатель поглощения какого-либо слоя (или его толщина) и решением является значение $k < 0$ (или $d < 0$), то можно подозревать, что это нефизические, ложные корни. Однако полной уверенности в этом нет.

Действительно, если истинным значением показателя поглощения является значение $k=0$, то за счет экспериментальных погрешностей можно получить при численных расчетах значение $k<0$. Другое дело, если найденное решение далеко отстоит от физической области параметров. Например, $n>100$ почти наверняка указывает на то, что найденный корень является ложным. Рассмотрим простейшие модели отражающих систем.

Однородная полубесконечная среда

Свет отражается от идеально гладкой границы раздела двух сред, которые обозначим индексами a (ambient – внешняя среда) и 0 (подложка), как показано на рисунке 3. Показатели преломления и поглощения исследуемой среды обозначим через n_0 и k_0 . Здесь и далее (кроме специально оговоренных случаев) будем считать все среды оптически изотропными и немагнитными ($\mu=1$). Часто образцом служит пластина некоторой толщины. Моделирование такого образца полубесконечной средой возможно, если волна, отраженная от нижней границы пластины не попадает в измерительный тракт. Такое происходит в том случае, когда толщина пластины много больше глубины проникновения света. Либо поглощение мало, но отраженный от нижней грани луч оказывается смещенным на достаточно большое расстояние и не попадает в измерительный тракт. В том и в другом случае анализируется свет, отраженный от единственной границы раздела «внешняя среда – исследуемая среда». При эллипсометрических измерениях внешней средой является, как правило, воздух с показателем преломления $n_a=1$, однако мы выпишем соответствующие коэффициенты отражения (их называют коэффициентами Френеля) для случая произвольных показателей преломления и поглощения внешней среды n_a и k_a . Обозначив через N_a и N_0 комплексные показатели преломления соответствующих сред, можем написать для коэффициентов Френеля следующие выражения:

$$\Gamma_p = \frac{N_0^2 \cos \varphi - N_a \sqrt{N_0^2 - N_a^2 \sin^2 \varphi}}{N_0^2 \cos \varphi + N_a \sqrt{N_0^2 - N_a^2 \sin^2 \varphi}}$$

Тогда для
эллипсометрических
получаем:

параметров

$$\rho \equiv \tan \psi \cdot e^{i\Delta} = \frac{N_a \sin^2 \varphi - \cos \varphi \sqrt{N_0^2 - N_a^2 \sin^2 \varphi}}{N_a \sin^2 \varphi + \cos \varphi \sqrt{N_0^2 - N_a^2 \sin^2 \varphi}}$$

Уравнение дает решение прямой задачи для рассматриваемой модели. Оно легко разрешается относительно N_0 , в результате получаем:

$$N_0 = N_a \sin \varphi \left(\frac{1-p}{1+p} \right)^2$$

Итак, если для однородной полубесконечной среды измерены эллипсометрические параметры, то по формуле легко можно рассчитать ее оптические постоянные. Это один из немногих случаев в эллипсометрии, когда обратная задача имеет аналитическое решение.

Однако в большинстве случаев рассмотренная выше модель является довольно грубым приближением. Мы предполагали наличие резкой границы раздела, что практически недостижимо. Во-первых, любая технология подготовки поверхности (для измерений требуется зеркально гладкая поверхность) приводит к образованию нарушенной приповерхностной области, размеры которой могут составлять от нескольких Ангстрем до микрон. Во-вторых, большинство материалов при контакте с воздухом образуют тонкий слой оксида на поверхности. Наконец, если бы даже удалось устранить эти проблемы, нам все равно не удалось бы получить оптически резкой границы раздела из-за дискретности строения вещества. Атомы, находящиеся на поверхности, имеют другое окружение и, как следствие, имеют другие физико-химические (в том числе и оптические) свойства. Учитывая высокую чувствительность эллипсометрических измерений к состоянию поверхности, отмеченные выше причины могут самым катастрофическим образом сказаться на результатах измерения оптических постоянных, если пользоваться моделью полубесконечной среды.

Однослойная модель.

Устранить вышеописанную трудность можно, вводя в рассмотрение однородный поверхностный слой. Модель «однородная подложка – однородный слой» наиболее часто используется при эллипсометрических исследованиях. Во-первых, она служит достаточно хорошим приближением для многих исследуемых структур. Причем рассматриваемый слой может быть как целенаправленно сформирован, так и возникать в результате побочного действия каких-либо технологических операций или процессов. Во-вторых, эта модель проста и позволяет легко и наглядно интерпретировать полученные результаты. На рисунке 4 показан схематически ход лучей при взаимодействии света с однослойной структурой. Индексы 0, 1 и 2

соответствуют внешней среде, слою и подложке. Переобозначим для единообразия $n_a = n_0$, $k_a = k_0$. Пусть внешней средой является воздух ($n_0 = 1$ и $k_0 = 0$). Падающая волна расщепляется на каждой границе раздела на две: отраженную и прошедшую и в результате образуется бесконечный ряд парциальных волн, амплитуды которых E_i уменьшаются по геометрической прогрессии. Кроме того, каждая из волн сдвинута по фазе относительно предыдущей на одну и ту же величину, которую обозначим 2δ . В результате можно записать $E_{i+1} = r_{12}r_{10}E_i e^{-2i\delta}$, где r_{12} , r_{10} – коэффициенты отражения Френеля для границ раздела соответствующих сред. Если n_1 – показатель преломления слоя, то из геометрических построений несложно получить, что

$$\delta = 2\pi \frac{d}{\lambda} \sqrt{n_1^2 - \sin^2 \varphi}.$$

Величина ψ называется фазовой толщиной слоя. Если слой поглощающий, то вместо вещественного показателя преломления n_1 в подкоренное выражение нужно подставить комплексный показатель N_1 . При этом фазовая толщина тоже становится комплексной. Последнее означает, что уменьшение амплитуды парциальных волн обусловлено не только потерями при отражении, но и частичным поглощением в слое. Отраженная и прошедшая волны возникают как результат интерференции парциальных волн. Геометрическое смещение лучей вдоль границы раздела здесь не играет роли, так как мы рассматриваем бесконечную плоскую волну (то есть в данном приближении толщина слоя много меньше апертуры луча). Проводя суммирование членов геометрической прогрессии, получим для коэффициентов отражения такой системы следующее выражение:

$$R_{p,s} = \frac{r_{01p,s} + r_{12p,s}X}{1 + r_{01p,s}r_{12p,s}X}$$

Здесь – коэффициенты Френеля соответствующих границ раздела для p- и s-поляризаций света, причем угол падения для $r_{10p,s}$ выбирается из соотношения Снелла: $\varphi_1 = \sqrt{1 - \sin^2 \varphi / N_1^2}$. Подставляя найденные выражения для $R_{p,s}$ в (2) получим основное уравнение эллипсоидности для однослойной модели. В отличие от случая полубесконечной среды для однослойной модели не удастся аналитически разрешить основное уравнение относительно N_1 или N_0 . Однако, при заданных значениях оптических постоянных всех сред получается квадратное уравнение для X , решая

которое можно аналитически выразить толщину слоя по измеренным эллипсометрическим параметрам. Для очень тонких слоев можно воспользоваться малостью фазовой толщины и разложить выражение (8) по малому параметру. Тогда получим в линейном по δ приближении:

$$\operatorname{tg} \psi e^{i\Delta} = \operatorname{tg} \psi_0 e^{i\Delta_0} \left(1 - \frac{4\pi i d}{\lambda} \frac{N_0^2 (N_0^2 - N_1^2) (N_1^2 - 1)}{N_1^2 (N_0^2 - 1)} \frac{\cos \varphi \sin^2 \varphi}{N_0^2 \cos^2 \varphi - \sin^2 \varphi} \right),$$

где параметры ψ_0, Δ_0 соответствуют отражению от подложки и рассчитываются по приведенной выше формуле (5). Выражение (9) называется приближением Друде. Следует отметить, что его применение в эллипсометрии весьма ограничено, несмотря на то, что толщины исследуемых пленок зачастую много меньше длины волны света. На

самом деле, малой величиной должно быть не отношение $\frac{d}{\lambda}$, а фазовая толщина $\delta \approx \frac{2\pi N_1 d}{\lambda}$. Для полупроводниковых материалов и для видимого диапазона ($\lambda \sim 500 \text{ нм}$) получаем $\delta \approx \frac{d}{20}$, если брать d в нанометрах. Эта оценка показывает, что приближение Друде работает только для очень тонких слоев, толщины которых не превышают нескольких нанометров.

Многослойная модель и оптически неоднородный слой

Если для адекватного описания структуры требуется два или более слоев, то основное уравнение, представленное в аналитическом виде, становится громоздким и малоприменимым для практического использования (рисунок 1). В этом случае удобнее пользоваться рекуррентными соотношениями. Рассмотрим многослойную структуру: «подложка – М однородных слоев». Комплексный показатель j -го слоя и его толщину обозначим через N_j и d_j (счет идет от подложки), остальные обозначения остаются прежними.

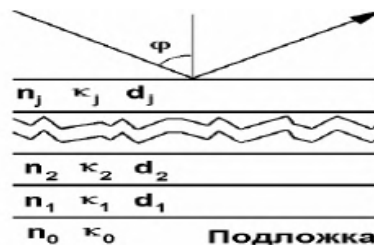


Рисунок 1 – Структура двух или нескольких слоев

Рассмотрим, как будут меняться коэффициенты отражения R_j (индексы p и s мы здесь опускаем) при последовательном добавлении слоев рассматриваемой системы. Наша задача заключается в том, чтобы выразить R_{j+1} через R_j и параметры $j+1$ -го слоя. Выражение для R_1 мы уже знаем, это – формула (8). Однако нам надо преобразовать это выражение к такому виду, чтобы вместо коэффициентов Френеля r_{a1} в правой части (8) фигурировали коэффициенты отражения от границы раздела «внешняя среда – подложка», то есть r_{a0} . Воспользуемся следующим свойством коэффициентов Френеля [6]:

$$r_{10} = \frac{r_{a0} - r_{a1}}{1 - r_{a1}r_{a0}}$$

Доказательство этого утверждения предоставим читателю, для этого достаточно подставить в (10) выражениями для коэффициентов Френеля (4). Смысл предпринимаемого нами преобразования заключается в том, чтобы привести все коэффициенты Френеля по отношению к одной и той же внешней среде с индексом a . Подставив выражение для коэффициентов Френеля в виде в уравнение получим:

$$R_1 = \frac{r_{a1}(1 - r_{a1}r_{a0}) + (r_{a0} - r_{a1})X_1}{1 - r_{a1}r_{a0} + r_{a1}(r_{a0} - r_{a1}X_1)}$$

В таком виде это уравнение уже является по существу рекуррентным, так как в рамках принятых обозначений $r_{a0}=R_0$. Обобщая формулу (11) и убирая общий для всех коэффициентов индекс внешней среды, можно записать для произвольного количества слоев:

$$R_{j+1} = \frac{r_{j+1}(1 - r_{j+1}R_j) + (R_j - r_{j+1})X_{j+1}}{1 - r_{j+1}R_j + r_{j+1}(R_j - r_{j+1}X_{j+1})}$$

Здесь $X_{j+1}=\exp(-2i\delta_{j+1})$ – экспоненциальная функция фазовой толщины $j+1$ -го слоя, r_j – соответствующие коэффициенты Френеля. Выражение (12) позволяет легко рассчитать коэффициенты отражения, а значит и эллипсометрические параметры, для любого количества слоев, если известны их оптические постоянные и толщины. Отметим еще одно удобство представленных формул. Все коэффициенты Френеля, фигурирующие в относятся к одной и той же внешней среде и выражаются через заданный угол падения света φ . Полученные выражения можно применить для расчета эллипсометрических параметров оптически неоднородного слоя. Такие слои

возникают при облучении поверхности полупроводника ионами высоких энергий, при механической или химической обработке оптических поверхностей, при выращивании слоя с неоднородными свойствами и в ряде других случаев. Оптические постоянные такого слоя будем описывать функцией $N(z)$, где z – координата в направлении нормали к поверхности. Проведем достаточно мелкое разбиение неоднородного слоя на M участков в пределах которых функцию $N(z)$ можно считать постоянной. Тогда поставленная задача сводится к расчету эллипсометрических параметров M -слойной системы с заданными параметрами слоев, которая решается путем последовательного применения рекуррентного соотношения. Что касается числа слоев разбиения, то для каждого профиля $N(z)$ этот вопрос решается индивидуально. Следует, однако предостеречь от чрезмерно мелкого разбиения, так как в этом случае дискретность машинного счета и округления могут свести на нет выигрыш от увеличения числа слоев.

В заключение отметим следующее. Хотя представленные здесь соотношения для коэффициентов отражения получены путем полуинтуитивных соображений, они являются точным решением задачи электродинамики и могут быть строго получены из уравнений Максвелла с использованием формализма матрицы рассеяния [2].

Композиционные среды

Часто бывает, что один или несколько слоев структуры представляют собой смесь различных материалов. Например, при ионной имплантации воблученном полупроводнике образуются кластеры имплантанта (или продукта реакции с его участием). В результате получается оптически неоднородная среда, состоящая из областей основного материала и внедренных в нее кластеров, обладающих другими оптическими свойствами. Могут возникать и более сложные композиции, состоящие из трех и более компонентов. Если характерные геометрические размеры неоднородностей (средний размер кластера и среднее расстояние между ними) много меньше длины волны, то рассеянием Релея можно пренебречь, и для распространяющейся световой волны такая гетерогенная среда эквивалентна однородной с некоторым эффективным комплексным показателем преломления $N_{\text{эф}}$. Такая замена приводит к модели эффективной среды (в английской литературе *effective medium approximation* - EMA). Для того, чтобы рассчитать $N_{\text{эф}}$, необходимо знать оптические постоянные N_1 и N_2 каждого из компонентов, составляющих неоднородную среду и их соотношение. Обозначим через q объемную долю компонента 1, при этом $1-q$ – объемная доля компонента 2.

Тогда оптические постоянные эффективной среды вычисляются по формуле Бругемана [7]:

$$q \frac{N_1^2 - N_{эф}^2}{N_1^2 + 2N_{эф}^2} + (1 - q) \frac{N_2^2 - N_{эф}^2}{N_2^2 + 2N_{эф}^2} = 0$$

Эта формула выражает тот факт, что дипольный момент единицы объема для смеси получается сложением соответствующих величин для каждого из компонентов. Формулу Бругемана можно обобщить и на случай m компонент. Обозначив через q_i долю объема, занимаемого i -м компонентом так, что выполняется $\sum q_i = 1$, получим для оптических постоянных эффективной среды следующее уравнение:

$$\sum_{i=1}^m q_i \frac{N_i^2 - N_{эф}^2}{N_i^2 + 2N_{эф}^2} = 0$$

Отметим, что задание N_i и q_i для композиционной среды, строго говоря, еще не определяет ее оптические свойства. Значительную роль может играть их взаимное расположение в смеси. В этом легко убедиться, рассмотрев следующий классический пример из электродинамики. Пусть среды 1 и 2 образуют слоистую структуру, составленную из чередующихся слоев обеих компонент. Если электрическое поле приложено вдоль границ раздела, то оно остается однородным и диэлектрическая постоянная находится усреднением: $S_{эф} = q_1 S_1 + q_2 S_2$.

Аналогично рассмотренному примеру, геометрия границ будет влиять и на оптические свойства композиционной среды. Это влияние можно учесть при расчете Кэф, вводя в рассмотрение так называемый фактор экранирования. Мы, однако, не будем здесь останавливаться на таких деталях. В большинстве случаев микроструктура композиционных смесей обладает сферической симметрией для которой формулы (13) и (14) достаточно хорошо описывают поведение их оптических постоянных.

Учет рельефа поверхности и размытия межфазных границ

В рассмотренных выше моделях мы предполагали, что слои имеют резкие границы (рисунок 6). Ясно, что это приближение выполняется далеко не всегда, и границы раздела сред имеют больший или меньший рельеф. Оказывается, что даже рельеф высотой порядка 1 нм может заметно повлиять на результаты измерений. Причины появления рельефа различны. При оптической полировке поверхности всегда существует остаточный рельеф. При формировании слоев, например путем эпитаксии, рельеф поверхности зависит как от условий роста, так и от кристаллографической ориентации

поверхности. Часто на границе раздела двух сред возникают островковые включения одной фазы в другой.

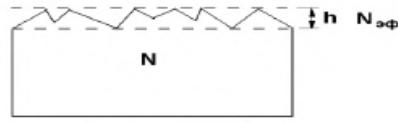


Рисунок 2 – Рельефная поверхность образца

Во всех этих случаях необходимо учитывать влияние неидеальности границы раздела на результаты эллипсометрических измерений. На сегодняшний день наиболее принятый подход для описания рельефа состоит в использовании модели эффективной среды. Пусть h – характерный размер шероховатости в направлении, перпендикулярном плоскости границы раздела (высота шероховатости). Выделим на границе слой толщиной h , состоящий из двух сред, как это показано на рисунке 2. По модели эффективной среды можно рассчитать его оптические постоянные. Таким образом, задача отражения поляризованного света от шероховатой границы свелась к задаче отражения света однослойной системой, решение которой дается формулами. При этом предполагается, что и высота шероховатости, и ее размеры в плоскости границы раздела должны быть много меньше длины волны, чтобы можно было использовать приближение эффективной среды. Отметим, что таким же образом можно рассчитать отражение света от островковых плёнок (рисунок 3).



Рисунок 3 – Отражение света от островковых плёнок

Такие плёнки часто образуются на начальных стадиях роста, например, при гетероэпитаксии Ge на кремнии. В этом случае вторым компонентом эффективной среды является, очевидно, воздух (или вакуум) с показателем преломления $n_a=1$. Рассмотренный подход достаточно прост и требует минимума исходных данных: кроме оптических постоянных граничащих сред нужно задать высоту шероховатости и их объемное соотношение в выделенном слое. Однако описание шероховатости с помощью эффективного слоя носит весьма приближенный характер и дает лишь качественную картину явления. Основная причина этого – жесткие требования к размерам рельефа. Действительно, длина волны в среде равна 100 – 200 нм, поэтому при латеральных размерах шероховатости больше или порядка 50 нм расчет будет

носить качественный характер. Кроме того, здесь никак не учитывается анизотропия рельефа, которая часто возникает на поверхности кристаллических слоев.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Однородная полубесконечная среда.
2. Однослойная модель
3. Многослойная модель и оптически неоднородный слой
4. Учет рельефа поверхности и размытия межфазных границ

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 3

Методы решения обратной задачи эллипсометрии

Суть метода в следующем. Пусть p_1 и p_2 - параметры, которые необходимо определить из основного уравнения эллипсометрии (2). Предполагаем, что все остальные параметры, входящие в это уравнение, известны. Тогда мы можем просчитать значения Y и A для некоторого набора значений p_1 и p_2 в выбранном интервале и построить решения в координатах Y - A в виде сетки кривых $p_1=\text{const}$ и $p_2=\text{const}$.

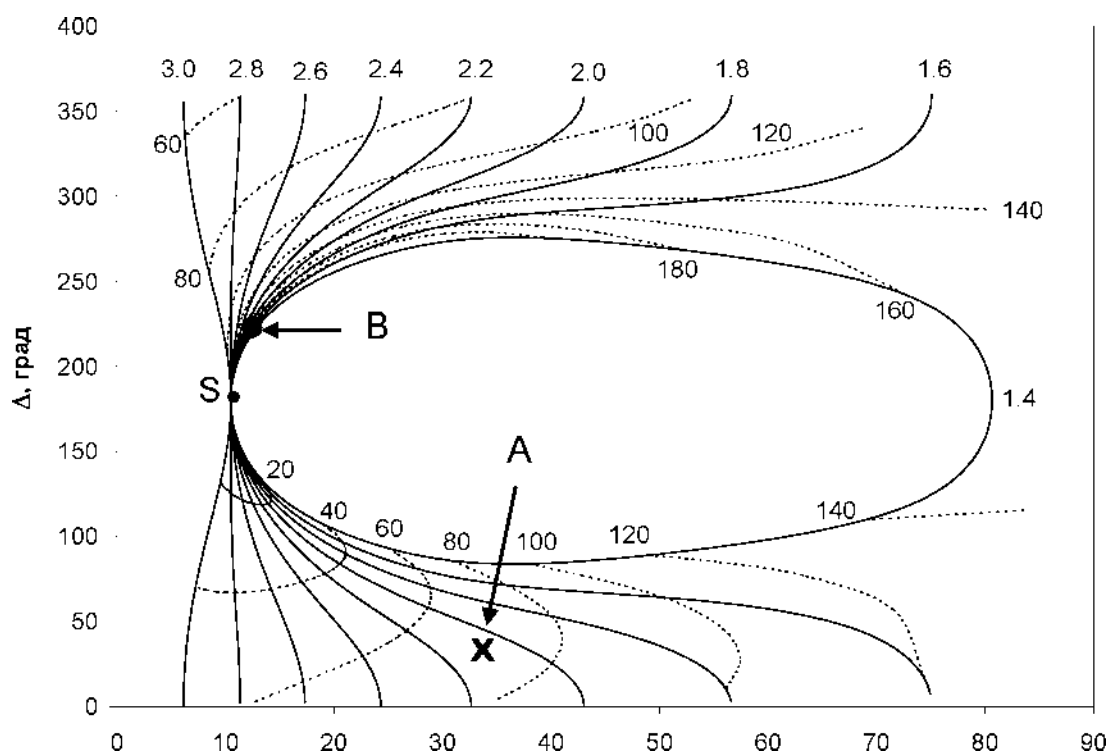


Рисунок 1 – Решения для структуры «кремний – прозрачная пленка», рассчитанные согласно уравнению для однослойной модели

На рисунке 1 показаны такие решения для структуры «кремний – прозрачная пленка», рассчитанные согласно уравнению для однослойной модели. Параметры, подлежащие определению – показатель преломления пленки n_1 и ее толщина d . Сплошные линии соответствуют постоянному значению n_1 , (значения n_1 на рисунке показаны цифрами возле кривых), пунктир – постоянному значению d (цифры соответствуют значению толщины в нанометрах). Обратим внимание, что разрыв линий (сплошных и пунктирных) на границах графика является кажущимся, так как прямые $A=0^\circ$ и $A=360^\circ$ тождественно идентичны. Точка S соответствует подложке Si без пленки, поэтому в ней пересекаются все линии $n_1=\text{const}$. Такая сетка кривых

называется номограммой. С её помощью очень просто найти неизвестные n_1 и d исследуемой пленки. Пусть $Y_1=33.5^\circ$ и $A_1=30^\circ$ – измеренные значения эллипсометрических параметров образца, которые попадают на номограмму между сплошными линиями $n_{11}=2$ и $n_{12}=2.2$ и пунктирными $d_1=60$ нм и $d_2=80$ нм (эта точка обозначена крестиком на номограмме – точка А). Проводя линейную интерполяцию находим искомые значения: $n_1 \approx 2.08$, $d \approx 70$ нм. Номограмму (или ее фрагмент) всегда можно построить в любом выбранном масштабе, чтобы обеспечить требуемую точность определения искомых параметров.

Графоаналитический метод обладает рядом полезных качеств. Прежде всего, он нагляден и дает информацию не только о решении, но и о его точности. Пусть точка В соответствует другому измерению (на номограмме она показана кружком). Ясно, что при одной и той же ошибке измерения эллипсометрических параметров погрешности определения n_1 и d для экспериментов А и В будут совершенно разные. Действительно, точка В лежит в области, где линии номограммы сгущаются, поэтому малейшая ошибка в Y или A дает большую погрешность определения как показателя преломления, так и толщины. Обычные численные методы могут выдать вам решение, но без дополнительного анализа вы никогда не будете знать, каков его доверительный интервал. В графо-аналитическом методе эта информация заложена сразу и представлена в удобном для восприятия виде.

Второй пример связан с неоднозначностью решения, о которой уже говорилось в первой главе. Линии $n_1=\text{const}$ на рисунке образуют вложенные одна в другую замкнутые кривые. Однако, такая особенность присуща только подложкам с малым или нулевым показателем поглощения как, например, для кремния, где $K_{\text{Si}}=0.023$. Аналогичная номограмма для подложки Ge ($K_{\text{Ge}}=0.9$), будет иметь область, где кривые для разных n_1 пересекаются. Это означает, что одной и той же паре измеренных углов Y и A будут соответствовать решения с разными значениями n_1 . Ситуация очень неприятная, но в ряде случаев неизбежная. Однако еще более неприятная ситуация возникнет, если вы численным методом получите одно из альтернативных решений и не будете даже догадываться, что оно не единственно (в заданной области параметров). Графо-аналитический метод позволяет избежать и этой неприятности.

Численное решение обратной задачи.

Пусть p_1, p_2 – параметры, подлежащие определению из уравнения (2) для некоторых измеренных значений поляризационных углов $\Psi_{\text{э}}, A_{\text{э}}$. Решением будем называть такие значения параметров, при которых уравнение (2) выполняется. Нет, однако, необходимости искать точные (в математическом смысле) решения, да это и невозможно сделать численно. На практике решением можно считать любые значения пары (p_1, p_2) , если соответствующие им расчетные значения $\Psi_{\text{р}}, A_{\text{р}}$ отличаются от экспериментальных $\Psi_{\text{э}}, A_{\text{э}}$ на величины, не превышающие экспериментальные ошибки.

Запишем целевую функцию в виде:

где $\delta Y, \delta A$ – экспериментальные погрешности. Тогда утверждение, что p_1, p_2 – являются решениями равнозначно утверждению, что $S(p_1, p_2)=0$. На самом деле любую пару искомых параметров можно считать (почти) решением, если соответствующее им значение целевой функции меньше или порядка 1. Таким образом, решение уравнения (2) сводится к нахождению корней уравнения $S(p_1, p_2)=0$.

Выбор самой целевой функции неоднозначен. Вместо (15) можно было написать

$$S = |\rho_{\text{э}} - \rho_{\text{р}}|^2,$$

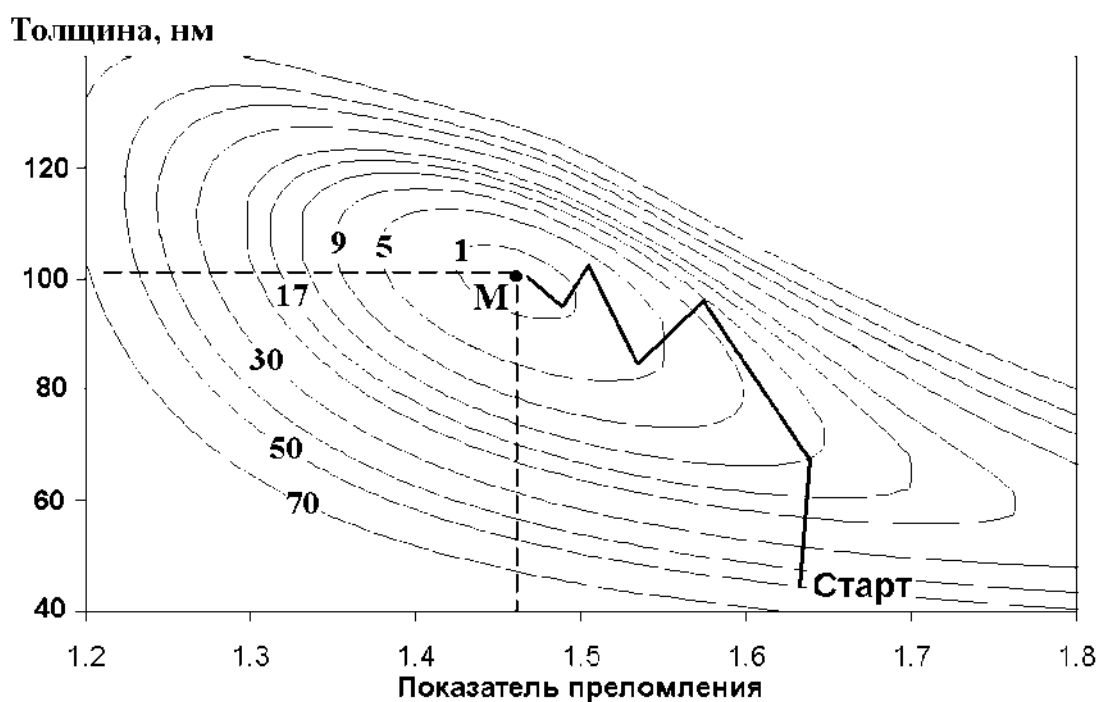


Рисунок 2 – Показатель преломления

На рисунке 2 в плоскости параметров n_1 и d изображена топограмма целевой функции для системы Si-SiO₂ с толщиной пленки 100 нм. Линии постоянного значения S образуют систему вложенных замкнутых кривых вокруг точки M с координатами $n_1=1.46$, $d=100$ нм, в которой значение целевой функции обращается в ноль. Значения целевой функции для некоторых кривых показаны на рисунке. Существующие алгоритмы решения обратной задачи сводятся к тому, чтобы, двигаясь в плоскости n_1 - d , уменьшать на каждом шаге величину целевой функции. Для этого можно использовать метод градиентного спуска. В каждой точке поиска находится направление максимального спуска (направление градиента), затем делается шаг определенной длины в этом направлении. Выбор длины шага не такая простая задача и зависит от градиента, от ограничений на область поиска и от многих других условий. Такая последовательность действий выполняется, пока целевая функция не станет меньше некоторого заданного значения. Примерный путь для описанного алгоритма показан на рисунке ломаной линией.

Может показаться, что метод градиентного спуска – это как раз то, что нужно для подобных задач. На самом деле это не так и этот метод мало используется при решении эллипсометрических задач оптимизации. Причина в том, что для него существуют ловушки. Рассмотрим топограмму целевой функции для той же системы, но при толщине пленки $d=35$ нм (рисунок10).

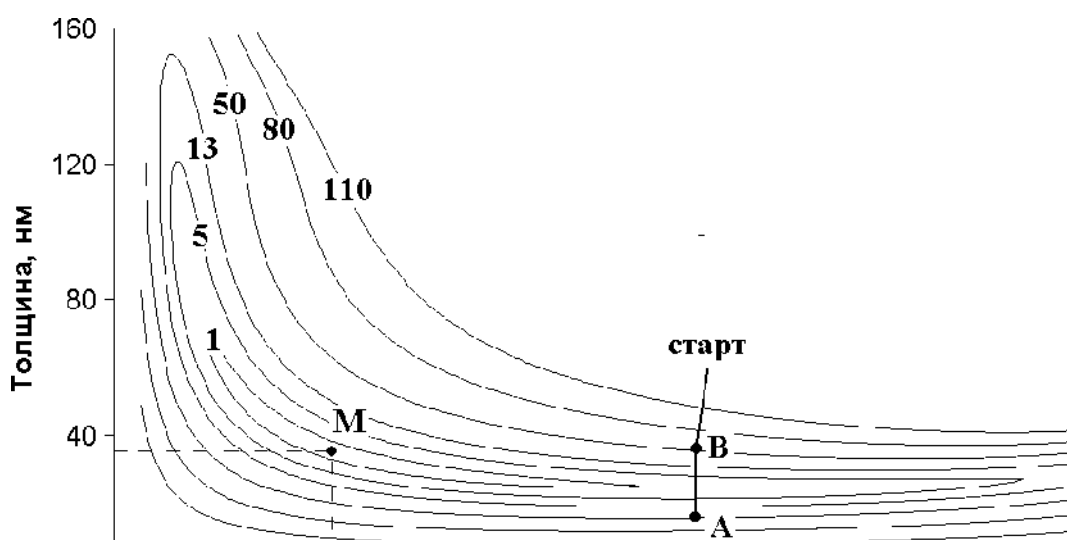


Рисунок 3 – Топограмма целевой функции

Картина теперь совершенно иная. Линии $S=\text{const}$ вытягиваются вдоль некоторого направления, а поверхность целевой функции представляет собой

вытянутую долину или овраг. Пользуясь методом градиентного спуска, вы очень быстро попадете на дно оврага, но дальнейшее движение затормозится, и алгоритм может вообще заикнуться. На рисунке 3 этому соответствует циклическое движение между точками А и В. Действительно, пользуясь численными методами, вы не попадете точно на дно оврага, а окажетесь где-то вблизи него. При этом направление максимального спуска будет перпендикулярно линии дна оврага, так как производные в направлениях «вдоль» и «поперек» могут отличаться на несколько порядков. Двигаясь по линии градиента вы с большой долей вероятности остановитесь снова не на дне оврага, а на его противоположном склоне. Далее ситуация повторяется и происходит заикливание. Чтобы избежать этого применяют различные приемы и используют неградиентные алгоритмы. Одним из наиболее эффективных алгоритмов является метод Нелдера-Мида (метод модифицируемого многогранника). Однако рассмотрение этого метода выходит за рамки данного пособия.

Отметим еще одну особенность решения, представленного целевой функцией на рисунке 3. Если принимать за решение любую пару n_1, d , для которой выполняется $S(n_1, d) < 1$, то область, удовлетворяющая этому условию, оказывается очень большой: $n_1 = 1.25 - 2.1$ и $d = 30 - 65$ нм. Для предыдущего примера на рис. 9 аналогичная область заметно меньше. Таким образом, минимизация целевой функции до порогового значения еще не гарантирует правильность найденного решения. Данная ситуация возникает при корреляции параметров и будет более подробно рассмотрена ниже.

Рассмотрим в качестве примера один практически важный случай численного определения толщины d и показателя преломления n_f прозрачной пленки, нанесенной на подложку с известными оптическими постоянными n_s и k_s . Выражения для эллипсометрических параметров однослойной системы получаются подстановкой обобщенных коэффициентов Френеля в формулу

(2):

$$\text{функции} \quad X = \exp\left(-\frac{4\pi i d}{\lambda} \sqrt{n_f^2 - \sin^2 \varphi}\right).$$

аналитическом виде как функцию показателя преломления пленки: $X = X(n_f)$.

Показателем экспоненты в данном случае является мнимая величина, поэтому для тех значений n_f , которые являются решением уравнения (17), должно выполняться условие

Это и есть уравнение для отыскания показателя преломления пленки. Таким образом, проблема отыскания двух неизвестных параметров сведена к нелинейному уравнению относительно одного из них. После того, как n_f найдено толщина пленки рассчитывается прямым вычислением по формуле

Определение большого числа неизвестных параметров и их корреляция.

Выше были рассмотрены методы решения обратной задачи эллипсометрии при отыскании двух неизвестных параметров. Как следует поступать, если число неизвестных более двух, например, три или четыре? Ведь комплексное уравнение позволяет определить только два вещественных неизвестных. Для этого необходимо пополнить систему уравнений. Сделать это можно, проведя дополнительные измерения при другом значении какого-либо из внешних параметров, например при другом угле падения света. В результате получится система уравнений вида:

$$\begin{aligned} \operatorname{tg} \psi_1 e^{i\delta_1} &= F(p_1, p_2, \dots, p_N, \varphi_1, \lambda, n_a) \\ \operatorname{tg} \psi_2 e^{i\delta_2} &= F(p_1, p_2, \dots, p_N, \varphi_2, \lambda, n_a) \end{aligned}$$

Решив эту систему численным методом, мы найдем искомые значения для любых 4 – х параметров модели: px_1 , px_2 , px_3 и px_4 . Может показаться, что, проводя измерения при других углах падения и увеличивая тем самым число уравнений можно в итоге определить любое количество неизвестных параметров. Это не совсем так, по крайней мере, в случае многоугловых измерений. Дело в том, что такие измерения не совсем независимые, и каждый новый угол падения добавляет все меньше и меньше информации об исследуемой системе.

Эту ситуацию легко пояснить графически. Пусть p_1 , p_2 и p_3 – параметры, подлежащие определению. Из уравнения (20а) можно вычислить p_1 и p_2 при заданном p_3 . Если параметр p_3 варьировать в некотором диапазоне, вычисляя для каждого его значения пару (p_1, p_2) , то в плоскости $p_1 - p_2$ получается кривая, изображающая возможные решения. Вторую такую же кривую можно получить из уравнения (20б) для другого угла падения. На рисунке 4 эти кривые показаны жирными линиями. Очевидно, что пересечение найденных кривых (точка О) и есть искомое решение для p_1 и p_2 .

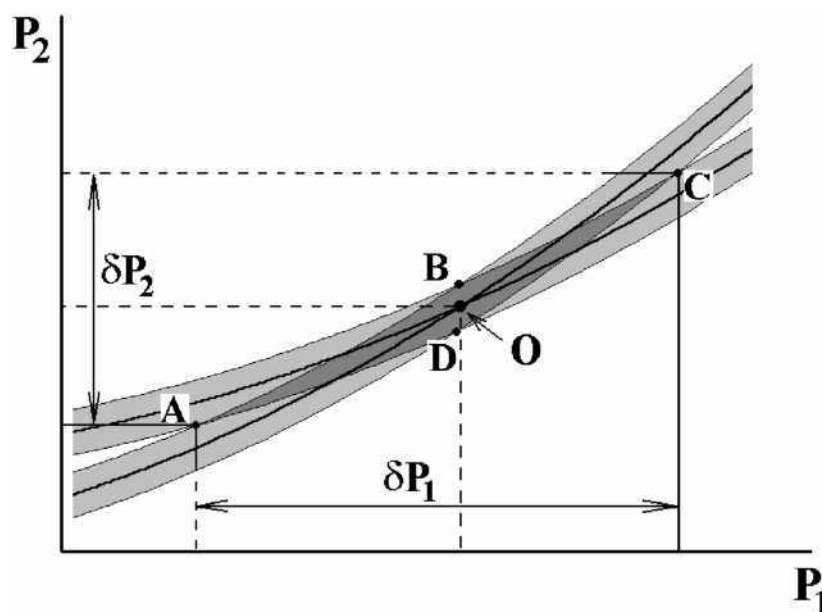


Рисунок 4 – График параметров подлежащих определению

Экспериментальные погрешности приводят к размытию кривых. На рисунке это размытие показано в виде полутонных полос серого цвета, которые соответствуют доверительному интервалу. Пересечение полос дает область решений параметров p_1 и p_2 – фигура ABCD (показана более тёмным цветом). Так вот, в задачах эллипсометрии весьма типична ситуация, когда кривые возможных решений пересекаются под малыми углами, как это показано на рисунке. В этом случае область решений оказывается вытянутой вдоль кривых, а неопределенность искомых параметров оказывается слишком большой. Добавление новых углов падения ничего не изменит к лучшему, так как соответствующие им кривые будут лежать в узком секторе углов. О такой ситуации говорят как о взаимной корреляции параметров. Такая корреляция для двух параметров была рассмотрена в предыдущем пункте и проявлялась на примере пленки SiO_2 толщиной 35 нм.

В чем состоит физическая причина взаимной корреляции параметров при многоугловых измерениях? Отраженная волна, параметры которой мы измеряем, формируется в результате когерентного рассеяния волны, распространяющейся в исследуемой структуре под углом преломления. Если слои структуры имеют показатель преломления $n \sim 4$, то угол преломления, связанный законом Снелла, мал и слабо меняется при изменении угла падения света (из воздуха). Так, при изменении угла падения от 45° до 90° угол преломления меняется в диапазоне чуть больше 4° (от 10.2° до 14.5°). Поэтому и добавочная информативность измерений при новых углах

падения также невелика. Из этих рассуждений следует также, что взаимная корреляция параметров должна меньше проявляться для структур с малым показателем преломления слоев $n < 2$. Это действительно так: для структур типа Si-диэлектрические слои с малым n корреляция параметров заметно меньше.

Другой способ пополнить систему уравнений - проводить измерения при различных значениях показателя преломления внешней среды n_a - так называемые **иммерсионные измерения** (от английского immersion -погружение). Сразу отметим, что возможности этого способа тоже ограничены корреляцией параметров, хотя и не столь значительной, как при многоугловых измерениях. Кроме того, добавляются еще проблемы технического и методического плана, связанные с образованием переходного слоя между жидкостью и образцом, который обусловлен межмолекулярным взаимодействием на границе раздела двух фаз. Все эти проблемы усложняют эксперимент и ограничивают использование иммерсионных измерений.

Спектральная эллипсометрия.

Решить проблему корреляции параметров и повысить информативность измерений позволяет метод спектральной эллипсометрии за счёт изменения длины волны зондирующего излучения. В отличие от многоугловых и иммерсионных измерений с изменением длины волны могут меняться также искомые параметры структуры, например оптические постоянные слоев за счет дисперсии. Добавляя новые уравнения в систему (20) мы формально увеличиваем число неизвестных, что делает задачу отыскания однозначного решения с математической точки зрения трудноразрешимой. Однако это не так и спектральные измерения оказываются наиболее информативными.

Следует учесть, что, во-первых, все геометрические параметры - толщины слоев, размеры рельефа, если таковой имеется, не меняются с длиной волны. Во-вторых, изменения оптических постоянных с длиной волны не являются независимыми, а подчиняются закону дисперсии. Это значит, что мы можем привлечь для интерпретации спектральных эллипсометрических измерений дополнительную информацию об оптических свойствах исследуемых слоев. В третьих, иногда специально можно выбрать в исследуемом спектральном диапазоне область, в которой часть искомых параметров либо известна, либо вообще не влияет на результат измерений и, значит, может быть исключена из уравнений.

Поясним на примерах. Пусть исследуется пленка ZnTe на подложке Si. В эллипсометрии часто используют вместо шкалы длин волн шкалу энергий. Энергия

фотона E (эВ) связана с длиной волны (мкм) простым количественным соотношением: $E = 1.24/\lambda$. Для ZnTe край фундаментального поглощения составляет 2.26 эВ, поэтому для спектрального диапазона лежащего ниже края поглощения (по энергии) можно положить показатель поглощения пленки равным нулю. Это делает возможным определение толщины пленки из измерений в указанном диапазоне. Теперь, зная толщину, можно рассчитать оптические постоянные исследуемой пленки во всем спектральном интервале и тем самым решить поставленную задачу.

Второй пример – структура $\text{SiO}_2\text{-Si-SiO}_2$ на подложке Si (кремний на изоляторе – КНИ структура). В зависимости от технологии оптические постоянные слоя кремния могут в той или иной мере отличаться от соответствующих значений для монокристаллического Si. Поэтому неизвестными параметрами будем считать толщины всех трех слоев и оптические постоянные слоя Si (на каждой длине волны получается 5 неизвестных). В ультрафиолетовой области спектра поглощение в кремнии очень велико ($K_{\text{Si}} \sim 5$) и глубина проникновения света, определяемая соотношением $dp = \lambda / 4 K_{\text{Si}}$, составляет ~ 10 нм. Типичные же значения толщины кремния в таких структурах могут составлять сто и более нанометров. Поэтому отраженная волна "чувствует" только слой SiO_2 и границу раздела с кремнием. Ясно, что параметры нижележащего слоя SiO_2 и толщина отсеченного слоя Si никак не влияют на измерения, поэтому исследуемая структура может быть заменена более простой $\text{SiO}_2\text{-Si}$. При этом количество параметров, подлежащих определению на каждой длине волны сокращается до трех (толщина верхнего SiO_2 и оптические постоянные слоя Si). Таким образом, в ультрафиолетовой области спектра рассматриваемая задача существенно упрощается. Полученная при этом информация может быть использована для интерпретации результатов во всем спектральном диапазоне.

Однако наиболее продуктивный подход для интерпретации спектроэллипсометрических измерений состоит в том, чтобы описать с помощью какой-либо модели дисперсию оптических постоянных и тем самым уменьшить количество неизвестных параметров. Выбор моделей оптических постоянных очень разнообразен и зависит от типа материала, спектрального диапазона и других обстоятельств. Рассмотрим некоторые из них.

Наиболее простая модель, описывающая зависимость оптических постоянных от энергии фотона - модель гармонического осциллятора. Для одиночного

гармонического осциллятора с резонансной энергией E_0 диэлектрическая функция может быть представлена в виде:

$$\varepsilon(E) = 1 + A \left(\frac{1}{E + E_0 + i\Gamma} - \frac{1}{E - E_0 + i\Gamma} \right),$$

где A – сила осциллятора, Γ – параметр уширения (аналог трения в механическом осцилляторе). Для одиночного осциллятора зависимости оптических постоянных по спектру описываются тремя параметрами: E_0 , A и Γ . В рассматриваемом интервале спектра может находиться несколько гармонических осцилляторов, тогда диэлектрическая функция получается суммированием по всем осцилляторам:

$$\varepsilon(E) = 1 + \sum_j A_j \left(\frac{1}{E + E_{0j} + i\Gamma_j} - \frac{1}{E - E_{0j} + i\Gamma_j} \right)$$

Для полупроводников такое приближение для $\varepsilon(E)$ оказывается слишком грубым и используется модель диэлектрической функции, учитывающая комбинированную плотность состояний вблизи критических точек в зоне Бриллюэна. Как и в случае модели гармонических осцилляторов, результирующая функция $\varepsilon(E)$ получается суммированием по всем критическим точкам. Модель достаточно хорошо описывает поведение диэлектрической функции в широком диапазоне спектра, однако содержит порядка 20 подгоночных параметров, которые должны быть определены эмпирическим путем. Однако, в отличие от многоугловых измерений, в этом случае корреляция параметров отсутствует или проявляется очень слабо. Это легко понять на примере осцилляторов: если резонансные частоты $E^{\wedge}$ достаточно разнесены, то для определения параметров каждого осциллятора используется свой спектральный диапазон.

В том случае, когда исследуемый спектральный интервал далеко отстоит от резонансных энергий и можно пренебречь мнимой частью в (22), используется формулу Зельмейера:

$$n^2(\lambda) = A + B \frac{\lambda^2}{\lambda^2 - \lambda_0^2}, \quad k(\lambda) = 0.$$

Это приближение хорошо работает для диэлектриков в области их прозрачности. Подгоночными параметрами являются A , B и λ_0 . Альтернативой формуле Зельмейера является формула Коши:

$$n(\lambda) = A + \frac{B}{\lambda^2} + \frac{C}{\lambda^4}, \quad k(\lambda) = 0$$

Формула Коши может применяться и для слабо поглощающих материалов, тогда для показателя поглощения справедлива аналогичная зависимость от λ :

Задавая дисперсию $k(\lambda) = D + \frac{E}{\lambda^2} + \frac{F}{\lambda^4}$ оптических постоянных с помощью одной из рассмотренных выше моделей, мы сводим обратную задачу эллипсометрии к отысканию подгоночных параметров этой модели путем сравнения измеренных и рассчитанных спектров эллипсометрических параметров ψ и Δ . Даже для сравнительно простой структуры, такой как однородная поглощающая пленка на подложке с известными оптическими свойствами, число подгоночных параметров может быть велико. Например, если использовать формулу Коши, то необходимо определять 7 параметров. В случае двух и более слоев число параметров будет еще больше. При этом, как это часто бывает для задач эллипсометрии, начинает проявляться взаимная корреляция параметров. Однако ничего страшного в этом нет. Например, в случае непоглощающего слоя в формуле Коши (24) коррелируют параметры B и C , поэтому точность их определения невысока. Однако, для каждой найденной пары этих параметров дисперсионная зависимость $n(\lambda)$ остается почти без изменения.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ №4

Графо-аналитический метод решения обратной задачи

Цель работы: изучить основы графо-аналитического метода решения обратной задачи

Теоретический материал

Многотолщинные измерения

Мы рассмотрели случаи, когда варьируются внешние параметры системы. Однако для получения добавочных уравнений можно варьировать также и внутренние параметры. Конечно, трудно представить, чтобы можно было реализовать измерения, в которых меняется только показатель преломления (или поглощения) какого-либо слоя, и при этом все остальные параметры остаются неизменными. Но ситуация, когда меняется толщина слоя, встречается очень часто. Например, эллипсометрические измерения ведутся в процессе роста (или травления) какого-либо слоя с неизвестными оптическими постоянными. Если имеется N измерений, то количество неизвестных будет составлять $N+2$ (N значений толщин и 2 значения оптических постоянных). При этом число вещественных уравнений оказывается равным $2N$. Очевидно, достаточно двух измерений, чтобы определить все неизвестные; при большем числе измерений система будет переопределенной. При многотолщинных измерениях корреляция параметров проявляется очень слабо. Конечно, если измерения проведены для двух близко расположенных толщин, то корреляция по-прежнему будет иметь место, однако экспериментатор всегда может оптимизировать выбор толщин. Графически, вся проблема сводится к построению в $\Psi - \Delta$ плоскости кривой определенной формы через три заданные точки (рисунок 5). Одна точка S соответствует подложке и её координаты (Ψ_0, Δ_0) определяются оптическими постоянными подложки. Две другие точки $A_1 = (\Psi_1, \Delta_1)$ и $A_2 = (\Psi_2, \Delta_2)$ – результаты измерений при толщинах d_1 и d_2 . Ясно, что для повышения точности опорные точки желательно выбрать подальше друг от друга.

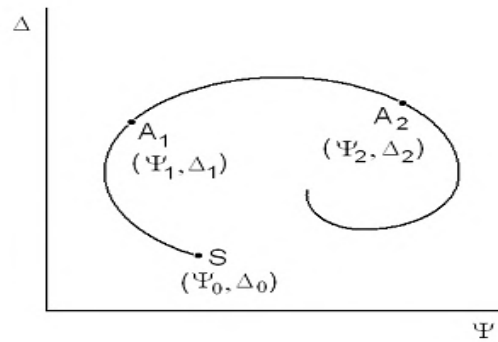


Рисунок 5 – Плоскости кривой определенной формы через три заданные точки

Рассмотрим алгоритм нахождения параметров однослойной структуры при двухтолщинных измерениях. Неизвестными являются n_a , k_a , d_1 и d_2 . Для этих неизвестных имеется 2 уравнения:

$$\operatorname{tg} \psi_1 e^{i\Delta_1} = F(n_f, k_f, d_1) \quad (26a)$$

$$\operatorname{tg} \psi_1 e^{i\Delta_1} = F(n_f, k_f, d_2) \quad (26b)$$

Выберем пробные значения n_p и k_p и рассчитаем для них толщины пленки. Эти решения можно получить в аналитическом виде, подобно тому, как это делалось в методе Холмса. Запишем результат в виде

$$d_1 = d_1(n_n, k_n, \operatorname{tg} \Psi_1 e^{i\Delta_1}) \quad (27a)$$

$$d_2 = d_2(n_n, k_n, \operatorname{tg} \Psi_2 e^{i\Delta_2}) \quad (27b)$$

Толщины должны быть вещественными величинами, в то время как в правых частях (27) – комплексные выражения. Ясно, что при правильно выбранных значениях n_p и k_p мнимые части этих выражений должны быть равны нулю. Поэтому целевая функция вида

$$S = (\operatorname{Im} d_1(n_n, k_n))^2 + (\operatorname{Im} d_2(n_n, k_n))^2 \quad (28)$$

обращается в ноль при одновременном выполнении $n_p = n_f$ и $k_p = k_f$. После того, как показатели преломления и поглощения слоя найдены, толщины слоев находятся из выражений (27), которые становятся вещественными.

Нам удалось свести задачу отыскания 4-х неизвестных к задаче отыскания двух неизвестных, что в численных методах реализовать значительно проще. Нетрудно догадаться, что в случае измерений при m толщинах целевая функция должна состоять из m слагаемых, аналогичных (28). Однако теперь из-за

экспериментальных погрешностей она может и не обращаться в ноль ни при каких значениях оптических постоянных. Поэтому следует искать минимум целевой функции, который будет достигаться вблизи истинных значений n_f и k_f .

Решение обратной задачи для неоднородных слоев

Неоднородные слои встречаются довольно часто при исследовании различных структур. У любого слоя приповерхностная область или область вблизи подложки имеет, как правило, оптические свойства, слегка отличающиеся от остальной его части. Однако главный интерес представляют неоднородные структуры, сформированные целенаправленно: слои переменного состава по толщине, слои, имплантированные ионами высоких энергий и другие подобные структуры.

Решение обратной задачи для неоднородных слоев предполагает определение профилей оптических постоянных, то есть зависимостей $n(z)$ и $k(z)$, где z – координата по нормали к поверхности. Существует множество различных вариантов постановки обратной задачи. Следует сразу отметить, что в общем случае, когда профили оптических постоянных произвольные функции и требуется их определить неразрушающим способом – эта задача не имеет однозначного решения. Ясно, что число параметров, необходимое для описания произвольного профиля, очень велико, и их невозможно определить не из многоугловых, ни из каких-либо других измерений не разрушая структуру.

Другое дело, если форма профиля задана, например в виде гауссиана или какой-либо другой аналитической функцией. Тогда число неизвестных параметров, подлежащих определению, существенно сокращается и их удастся найти численным методом. Однако такой подход годится только для очень простых профилей: малейшее усложнение приводит к увеличению числа неизвестных и, как следствие, к их взаимной корреляции.

Более широко применяется разрушающий метод определения профилей. В этом случае эллипсометрические параметры измеряются при последовательном снятии тонких слоев, на которые разбивается весь неоднородный слой, вплоть до однородной подложки. Толщины этих слоев должны быть достаточно тонкими, чтобы удаляемый слой можно было считать однородным. С другой стороны, с уменьшением толщины возрастают требования к точности эллипсометрических измерений. Параметры слоевоопределяются, начиная с подложки. Если толщины удаляемых слоев известны, то на каждом шаге находим оптические постоянные

слоя на известной подложке. Параметры подложки (комплексные коэффициенты отражения) при этом рассчитываются с учетом параметров нижележащих слоев, которые были определены на предыдущих итерациях. К сожалению, далеко не всегда толщины удаляемых слоев известны с эллипсометрической точностью. В принципе, можно при каждом снятии слоя проводить измерения при нескольких углах с тем, чтобы помимо оптических постоянных находить также и толщину снятого слоя. Однако точность решения обратной задачи при этом невелика из-за корреляции параметров.

Иногда случается так, что оба оптических параметра изменяются коррелированным образом, например зависят от состава композита. Тогда для каждого снятого слоя требуется определить только два параметра: толщину и состав. В этом случае зависимости $n(z)$ и $k(z)$ определяются с высокой эллипсометрической точностью.

Хотя мы назвали рассматриваемый здесь подход «разрушающим», однако такие же по сути измерения при вариации толщины неоднородного слоя можно получить в процессе его роста. Более того, в этом случае частоту измерений можно сделать гораздо выше и получить таким образом (по крайней мере, чисто умозрительно) непрерывную зависимость эллипсометрических параметров в процессе роста. Возникает закономерный вопрос: а нельзя ли в этом случае точно (в теоретическом смысле) определить профиль оптических постоянных? Ведь измерив Ψ и Δ как функции времени можно рассчитать производные от по Δ первого и более высоких порядков и попытаться извлечь из этого какую-то информацию. Можно даже предложить следующий алгоритм, который как будто позволяет по указанным зависимостям определять профиль. Пусть $\{\Psi_i, \Delta_i\}$ набор эллипсометрических углов, измеренных в процессе роста ($i=0,1,\dots,m$, причем $i=0$ соответствует подложке). Разобьем, как и выше, весь неоднородный слой на однородные элементарные слои. Такое разбиение достаточно произвольно, поэтому мы проведем его так, чтобы все четные значения индекса i соответствовали границам элементарных слоев, а нечетные лежали внутри элементарного слоя. Используя теперь изложенный алгоритм определения оптических постоянных при многотолщинных измерениях, мы можем последовательно находить параметры всех слоев (включая и их толщины) начиная от подложки.

Такой алгоритм действительно работает, но только для слоев с малым градиентом оптических постоянных, когда выполняется условие

$$\left| \frac{dN}{dz} \right| \frac{\lambda}{N} \ll 1. \quad (29)$$

При этом искомый профиль определяется не однозначно, а с точностью до некоторой аддитивной осциллирующей по координате z добавки. Период осцилляций этой добавки равен $d_0/2$, где $d_0 = \frac{\lambda}{2\sqrt{|N^2| - \sin^2\varphi}}$ - интерференционный период для неоднородного слоя, и амплитуда осцилляций мала, если выполняется условие (29). При нарушении критерия (29) амплитуда осциллирующей добавки становится сравнима с изменениями оптических постоянных в неоднородном слое и полученный таким путем профиль перестает соответствовать истинному. Таким образом, можно утверждать, что обратная задача для неоднородного слоя при непрерывном мониторинге эллипсометрических параметров в процессе его роста может быть решена только в приближении малого градиента оптических постоянных.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Многотолщинные измерения
2. Решение обратной задачи для неоднородных слоев

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 5

Методы измерения эллипсометрических параметров. Оптические схемы эллипсометров.

Цель работы: изучить основы методов измерения эллипсометрических параметров и оптической схемы эллипсометров

Теоретический материал

Оптические элементы эллипсометров

Прибор, с помощью которого измеряются эллипсометрические параметры называется эллипсометром. Существует огромное разнообразие оптических схем эллипсометров, однако в основе их работы лежат одни и те же оптические элементы. В настоящем параграфе мы рассмотрим основные из них и рассмотрим взаимодействие света с этими элементами.

Поляризаторы

Поляризаторы предназначены для формирования линейно

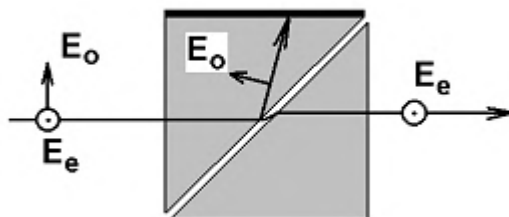


Рисунок 1 – Схематическое изображение поляризатора

поляризованного пучка света Рассмотрим некоторые их типы. На рисунке 1 схематически изображен поляризатор, который называется призмой Глана-Фукко. Он состоит из двух одинаковых призм, вырезанных из оптически одноосного кристалла и соединенных друг с другом так, что между ними остается воздушный зазор. В качестве материала призм обычно используют кальцит. Оптическая ось кристалла ориентирована перпендикулярно плоскости рисунка. Угол между гранями призмы выбирают таким образом, чтобы луч, поляризованный в плоскости рисунка (обыкновенная волна E_o) испытывал полное внутреннее отражение на границе призмы с воздушным зазором и падал на почерненную грань призмы. При этом луч, поляризованный перпендикулярно плоскости рисунка (необыкновенная волна E_e), преломляется в воздушный зазор и проходит

через вторую призму не меняя своего направления. Таким образом, на выходе призмы всегда будет только необыкновенная волна, с поляризацией, ориентированной перпендикулярно плоскости рисунка. Это направление называют осью пропускания поляризатора.

Толщина воздушного зазора должна превышать глубину проникновения поля световой волны в воздух при полном внутреннем отражении и составляет обычно несколько сотен микрон. Вторая призма нужна только для того, чтобы сохранить исходное направление луча и в принципе может быть выполнена из изотропного материала.

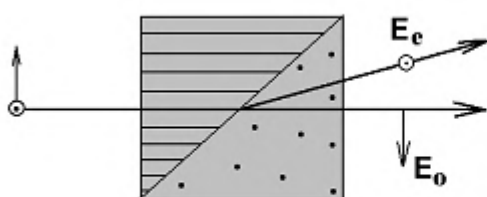


Рисунок 2 – Призма Рошона

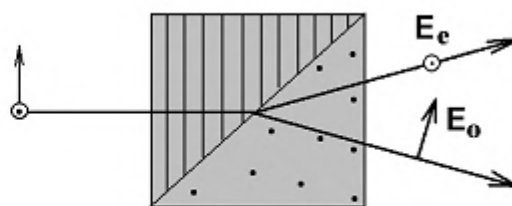


Рисунок 3 – Призма Волластона

На рисунке 2 показан другой тип поляризатора – призма Рошона, которая состоит из двух половинок, посаженных на оптический контакт. Оптические оси обеих половинок показаны на рисунке линиями или точками. В этом устройстве обыкновенный луч проходит без изменения, в то время как необыкновенный луч отклоняется на некоторый угол и выводится из оптического тракта. Угол отклонения необыкновенного луча зависит от величины двулучепреломления $n_o - n_e$ и составляет обычно несколько градусов. Если оптические оси расположены так, как показано на рисунке 3, то оба луча будут отклоняться от первоначального направления. Такое устройство называется призмой Волластона.

Поляризаторы характеризуются двумя параметрами: осью пропускания и коэффициентом пропускания. В случае поляризаторов Рошона и Волластона пропускание определяется просто коэффициентами Френеля, в то время как в призме Глана-Фуко пропускание зависит еще и от интерференции лучей при многократном отражении. Это ограничивает применение данной призмы в фотометрических устройствах, так как пропускание будет меняться по спектру, а из-за слабой клиновидности воздушного зазора также и по поверхности призмы.

Фазосдвигающие устройства

Фазосдвигающее устройство (компенсатор) предназначено для относительного сдвига фаз между двумя ортогонально поляризованными волнами. В эллипсометрах различного типа, работающих при одной длине волны чаще всего используется в качестве компенсатора пластина кристаллического кварца, оптическая ось которой ориентирована в плоскости поверхности пластины.

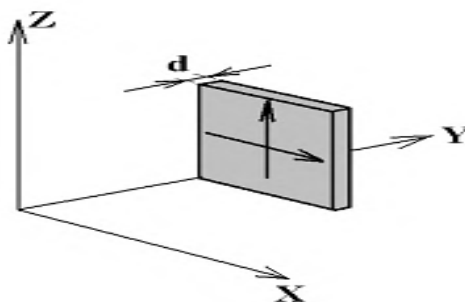


Рисунок 4 – Фазосдвигающие устройства

Пусть свет распространяется вдоль оси Y. Расположим пластину толщины d так, чтобы ее плоскость была перпендикулярна лучу, а ориентация оптической оси совпадала с направлением координатной оси Z, как это показано на рисунке 4. При прохождении через пластину фаза волны изменяется на величину, равную произведению волнового вектора на толщину d (мы пренебрегаем здесь эффектом многократных отражений света на пластине). Для обыкновенной и необыкновенной волн (векторы поляризации E_x и E_z) соответствующие набег фаз будут равны $\delta_x = \frac{2\pi n_o d}{\lambda}$ и $\delta_z = \frac{2\pi n_e d}{\lambda}$ а относительный сдвиг фаз $\delta_x - \delta_z$ выражается формулой

$$\delta_c = \frac{2\pi(n_o - n_e)d}{\lambda} \quad (3.1)$$

Толщину пластины подбирают таким образом, чтобы относительный фазовый сдвиг был равен $\pi/2$. В длинах волн это соответствует $\lambda/4$, поэтому такая пластина называется четвертьволновой пластиной или компенсатором с набегом фаз $\lambda/4$. Направления в плоскости пластины вдоль оптической оси и перпендикулярно к ней называются осями компенсатора (на рисунке оси компенсатора расположены вдоль координат x и z). Если $n_o > n_e$, то x -направление, соответствующее поляризации обыкновенного луча, называют быстрой осью, а перпендикулярное к нему z -направление – медленной осью. Замена быстрой и медленной осей компенсатора эквивалентна его повороту на 90° или, что то же самое, замене $\delta_c \rightarrow -\delta_c$. В дальнейшем будем подразумевать под осью компенсатора его

быструю ось, а под фазовым сдвигом компенсатора δ_c – фазовый сдвиг волны, поляризованной вдоль быстрой оси по отношению к волне, поляризованной вдоль медленной оси.

Рассмотренный тип компенсатора достаточно прост в изготовлении, однако обладает некоторыми недостатками. Во-первых, технологически трудно изготовить пластину заданной толщины с требуемой точностью. Для кварца, например $n_o - n_e = 0.009$, поэтому отклонение толщины пластины на 0.2 мкм приведет к изменению δ_c более, чем на 1° . Но главное заключается в другом. Из (3.1) видно, что температурные изменения δ_c за счет термооптического эффекта (изменения показателей преломления с температурой) или за счет термического расширения будут пропорциональны толщине d . Из соображений технологического характера пластины изготавливают толщиной порядка 0.5 мм, так, чтобы фазовый сдвиг был равен $m\pi$, где m – целое число. Поэтому фазовый сдвиг компенсатора сильно меняется с температурой. Реально эти изменения составляют величину порядка 10° при изменении температуры от 15 до 30 $^\circ$ С.

Второй недостаток кварцевого компенсатора проявляется при проведении спектральных эллипсометрических измерений. Из (3.1) видно, что фазовый сдвиг сильно зависит от длины волны, поэтому кварцевый компенсатор может быть использован как четвертьволновая пластина только в очень узком спектральном интервале. Отчасти эта проблема может быть решена, если вместо кварца использовать оптическую слюду. Для слюды легко получить пластины толщиной десятки микрон. Однако радикально проблема решается с

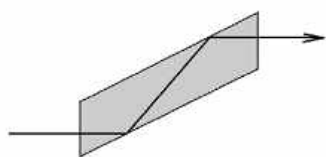


Рисунок 5 – Ромб Френеля

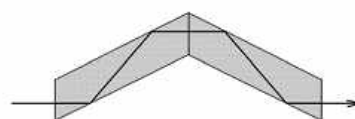


Рисунок 6 – Двойной ромб Френеля

помощью ахроматических компенсаторов. На рисунке 5 показан один из таких компенсаторов, который называется ромбом Френеля. Принцип действия ромба Френеля основан на явлении полного внутреннего отражения. Сдвиг фаз при полном внутреннем отражении зависит от угла падения света и показателя преломления материала (в данном случае используется оптически изотропный материал – стекло или плавленый кварц). Геометрия устройства выбирается таким

образом, чтобы после двукратного отражения суммарный сдвиг фаз между ортогональными компонентами составлял $\pi/2$. При прохождении света через ромб Френеля луч сохраняет свое направление, но испытывает параллельное смещение. Это недопустимо, если в процессе измерений требуется азимутальное вращение компенсатора. В этом случае используется двойной ромб Френеля (рисунок 6), который получается путем склеивания двух ромбов Френеля и обеспечивает соосность входящего и выходящего лучей.

Преобразования поляризации при прохождении через оптические элементы

Рассмотрим последовательное прохождение света через поляризатор и компенсатор. Нас будет в первую очередь интересоваться, как меняется поляризация света. Пусть ось компенсатора повернута относительно оси пропускания поляризатора на угол θ и совпадает с координатной осью x (рисунок 7). За положительное направление поворота выберем направление против часовой стрелки, если смотреть навстречу лучу.

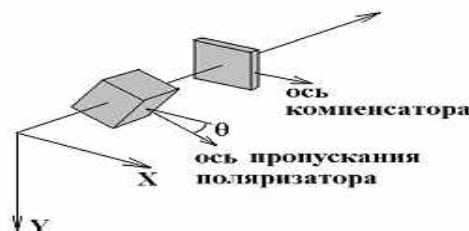


Рисунок 7 – Последовательное прохождение света через поляризатор и компенсатор

После прохождения поляризатора волна будет линейно поляризована, причем направление ее поляризации будет совпадать с осью пропускания поляризатора. Разложим вектор электрического поля этой волны на составляющие вдоль координатных осей x и y : $E_x^P = E_0 \cos\theta \cdot e^{i\omega t}$, $E_y^P = E_0 \sin\theta \cdot e^{i\omega t}$. Здесь E_0 – амплитуда поля на выходе поляризатора. После прохождения компенсатора волна, поляризованная вдоль оси x , получит дополнительный фазовый сдвиг δ_c . Кроме того, следует учесть различие в пропускании для быстрой и медленной осей, которые мы обозначим T_6 и T_m . Поэтому для x и y компонент электрического поля получатся следующие выражения:

$$E_{\delta}^N(t) = E_0 \cos \theta \cdot e^{i\omega t} T_a e^{i\delta_c}, E_y^C(t) = E_0 \sin \theta \cdot T_m e^{i\omega t} \quad (3.2)$$

Формулы (3.2) задают в самом общем виде плоскую поляризованную волну. Такая поляризация называется эллиптической, поскольку фигура, которую описывает конец вектора E в xu -плоскости является эллипсом. Параметры этого эллипса (отношение большой и малой осей и их ориентация) определяются азимутальным положением поляризатора, компенсатора, фазовым сдвигом компенсатора δ_c , а также отношением его коэффициентов пропускания $f = T_6/T_m$. При фазовых сдвигах 0 и 180° эллипс вырождается в прямые, а при $\delta_c = 90^\circ$ оси эллипса ориентированы вдоль координатных осей x и y . Величину

$$\rho_n = f e^{i\delta_c} \quad (3.3)$$

называют комплексным параметром компенсатора. По физическому смыслу это то же самое, что комплексный эллипсометрический параметр образца ρ .

Легко видеть, что вместо компенсатора можно поместить любое фазосдвигающее устройство, например отражающую поверхность. При этом коэффициентам пропускания T_x и T_y будут соответствовать модули коэффициентов отражения $|R_p|$ и $|R_s|$, а фазовому сдвигу компенсатора δ_c – эллипсометрический параметр Δ . Таким образом, эллипсометрические параметры образца однозначно определяют параметры эллипса поляризации отраженного света – его эллиптичность и ориентацию осей, при условии, что поляризация падающего света задана. Иными словами, между параметрами эллипса отражённой волны и эллипсометрическими параметрами ψ , Δ имеется взаимно однозначное соответствие. Измеряя параметры эллипса можно определить ψ и Δ . Отсюда и произошло название метода – эллипсометрия, то есть измерение параметров эллипса поляризации.

Оптические схемы эллипсометрических измерений

Существует большое разнообразие оптических схем эллипсометров – приборов для измерения эллипсометрических параметров. Их можно разделить на два типа: нулевые схемы, когда ориентацией оптических элементов добиваются полного гашения света, отраженного от образца и фотометрические, когда измеряется интенсивность поляризационных компонент. И в том, и в другом

случае интенсивность можно модулировать изменяя параметры оптических элементов.

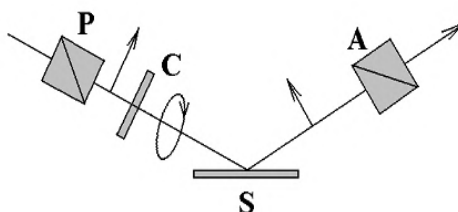


Рисунок 8 – Оптическая схема нулевого эллипсометрического измерения

На рисунке 8 изображена оптическая схема нулевого эллипсометрического измерения. Ее называют PCSA-схемой по названию основных элементов. Луч света после прохождения поляризатора P приобретает линейную поляризацию. Компенсатор C превращает эту линейную поляризацию в эллиптическую. После взаимодействия с исследуемым образцом S свет в общем случае будет иметь эллиптическую поляризацию. Однако если специальным образом подобрать азимуты поляризатора и компенсатора, то можно добиться, чтобы отраженная волна вновь стала линейно поляризованной (на самом деле этого можно добиться вращением одного из элементов при фиксированном азимуте второго). При этом фазовые сдвиги, создаваемые компенсатором и образцом, взаимно компенсируют друг друга. Именно это функциональное назначение компенсатора лежит в основе его названия. Легко понять, что линейную поляризацию отраженного света можно загасить, поместив на пути луча второй поляризатор в скрещенное положение, то есть такое положение, когда его ось пропускания перпендикулярна поляризации отраженной волны. Этот поляризатор выполняет функцию анализирующего устройства, поэтому называется анализатором и обозначен на схеме буквой A.

Алгоритм нулевых эллипсометрических измерений выглядит следующим образом. Зафиксировав положение одного из оптических элементов (обычно это компенсатор) вращением двух других добиваются гашения света на выходе анализатора. Соответствующие гашению азимутальные положения оптических элементов позволяют рассчитать параметры эллипса поляризации отраженной волны и следовательно эллипсометрические параметры образца. В принципе, компенсатор можно расположить после образца, в плече анализатора. Тогда получим схему PSCA. Обе эти схемы равнозначны в смысле идеологии измерений.

Если параметры компенсатора заданы, то для измерения эллипсометрических параметров достаточно в принципе измерить только одну пару углов гашения поляризатора и анализатора. Однако параметры компенсатора, как правило, неизвестны с требуемой точностью (хотя бы по причине их температурного дрейфа), поэтому на практике проводят измерение двух пар углов гашения (P_1, A_1) и (P_2, A_2), которые позволяют исключить параметры компенсатора и определить эллипсометрические углы ψ и Δ . Нулевая схема измерений нечувствительна к колебаниям интенсивности источника света, имеет высокую абсолютную точность измерений, но требует много времени на одно измерение и трудно поддаётся автоматизации.

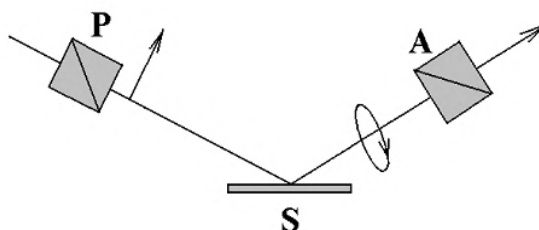


Рисунок 9 – Классическая схема фотометрических измерений (схема PSA)

На рисунке 9 представлена классическая схема фотометрических измерений (схема PSA). В этой схеме регистрируется интенсивность света, отраженного от образца и прошедшего через оптические элементы. Если азимут поляризатора не совпадает с p- или s- направлением, то свет, отраженный от поверхности, будет в общем случае иметь эллиптическую поляризацию. Параметры эллипса поляризации зависят от эллипсометрических параметров образца. Устанавливая поочередно анализатор в различные положения, и регистрируя интенсивность прошедшей волны, можно восстановить параметры эллипса и тем самым определить эллипсометрические параметры. Обратим внимание, что в отличие от ψ значение Δ определяется в этой схеме неоднозначно: параметры образца $\Delta_1 = 180^\circ - \delta$ и $\Delta_2 = 180^\circ - \delta$ образуют одни и те же эллипсы, отличающиеся только направлением вращения электрического вектора. Чтобы избежать этой неоднозначности, в оптический тракт вставляют компенсатор. Методическая часть обработки результатов при этом немного усложняется, но зато устраняется неоднозначность.

Параметры эллипса отраженной волны можно определить в этой схеме, если непрерывно вращать один из элементов. Тогда интенсивность прошедшего света будет меняться по синусоидальному закону, и параметры этой синусоиды также позволяют рассчитать Ψ и Δ . Таким путем удастся легко автоматизировать измерения.

Статическая фотометрическая схема

В лабораторном практикуме представлены эллипсометры, в основе которых лежит статическая фотометрическая схема измерений. Поэтому мы остановимся на этой схеме более подробно. Она изображена на рисунке 10.

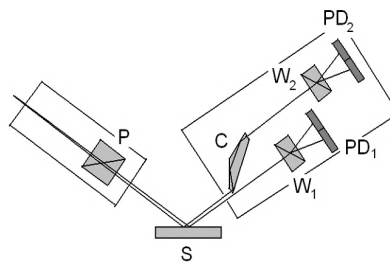


Рисунок 10 – Принципиальная оптическая схема фотометрических измерений. Слабо расходящийся пучок света поляризуется поляризатором P, отражается от исследуемой поверхности S и попадает в анализирующий блок эллипсометра. Здесь свет расщепляется по фронту на два пучка: один проходит напрямую (канал «пси»), второй отщепляется призмой полного внутреннего отражения C и попадает в канал «дельта». В обоих каналах свет расщепляется поляризационными призмами Волластона W_1 и W_2 на два пучка со взаимно-ортогональными поляризациями. Эти пучки засвечивают площадки фотодетекторов PD₁ и PD₂ с которых снимаются электрические сигналы, S_1 , S_2 , S_3 и S_4 , пропорциональные интенсивностям этих пучков. Эллипсометрические параметры рассчитываются на основании значений измеренных сигналов.

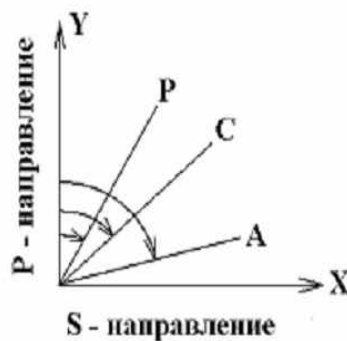


Рисунок 11 – Азимуты осей пропускания поляризатора

Рассмотрим преобразование поляризации при прохождении света через элементы эллипсометра в канале «дельта». Для канала «пси» результат можно получить из тех же преобразований, если заменить компенсатор элементом, тождественным единичному. Расположим координатную ось x перпендикулярно плоскости падения (s -направление), а ось y в плоскости падения света (p -направление). Азимуты осей пропускания поляризатора, анализатора и быстрой оси компенсатора, отсчитанные от p – направления, обозначим P , A и C (рисунок 11). Пусть E_0 – амплитуда поля волны на выходе поляризатора. После прохождения поляризатора вектор электрического поля будет повернут на угол P относительно плоскости падения, поэтому амплитуды p - и s - компонент падающего света будут равны:

$$\begin{aligned} E_p^D &= E_0 \cos P \\ E_s^D &= E_0 \sin P \end{aligned} \quad (3.4)$$

Верхний индекс в уравнениях обозначает элемент, на выходе которого рассматривается поле, а нижний показывает, какому базисному направлению соответствует данная компонента. После отражения от образца каждая компонента домножается на соответствующий коэффициент отражения:

$$\begin{aligned} E_p^S &= E_0 R_p \cos P \\ E_s^S &= E_0 R_s \sin P \end{aligned} \quad (3.5)$$

Разложим теперь поле, представленное формулами (3.5) по быстрой (b) и медленной (m) осям компенсатора.

$$\begin{aligned} E_a^S &= E_0 [R_p \cos P \cos C + R_s \sin P \sin C] \\ E_i^S &= E_0 [-R_p \cos P \sin C + R_s \sin P \cos C] \end{aligned} \quad (3.6)$$

После прохождения компенсатора каждая из представленных в (3.6) компонент домножается на соответствующий комплексный коэффициент пропускания $\widehat{\sigma}_a$ или $\widehat{\sigma}_i$. Поскольку нас интересуют только относительные изменения компонент поляризованной волны, мы можем поделить оба уравнения на $\widehat{\sigma}_i$ и, учитывая, что отношение $\frac{\widehat{T}_a}{\widehat{\sigma}_i} = \widehat{\rho}_n$ записать амплитуды полей на выходе из компенсатора в следующем виде:

$$\begin{aligned}
E_{\hat{a}}^{\hat{N}} &= E_0 [R_p \cos P \cos C + R_s \sin P \sin C] \rho_{\hat{n}} \\
E_{\hat{i}}^{\hat{N}} &= E_0 [-R_p \cos P \sin C + R_s \sin P \cos C]
\end{aligned} \tag{3.7}$$

Наконец, компоненты полей на выходе из призмы Волластона находятся проекцией обеих компонент (3.7) на оси пропускания призмы (индексы 1 и 2). При этом получаются следующие выражения:

$$\begin{aligned}
E_1^W &= E_0 [R_p \cos P \cos C + R_s \sin P \sin C] \rho_{\hat{n}} \cos(A - C) + \\
&+ E_0 [-R_p \cos P \sin C + R_s \sin P \cos C] \sin(A - C)
\end{aligned} \tag{3.8}$$

$$\begin{aligned}
E_2^W &= E_0 [R_p \cos P \cos C + R_s \sin P \sin C] \rho_{\hat{n}} \sin(A - C) - \\
&- E_0 [-R_p \cos P \sin C + R_s \sin P \cos C] \cos(A - C)
\end{aligned} \tag{3.9}$$

Для канала «пси» выражения для компонент полей получаются из (3.8) и (3.9), если положить $\rho_c = 1$. Окончательно для интенсивностей поляризационных компонент в обоих каналах получаются следующие выражения.

Для канала «пси»:

$$I_1 = |\rho \cos P \cos A_1 + \sin P \sin A_1|^2 I_{0\psi} \tag{3.10}$$

$$I_2 = |\rho \cos P \sin A_1 + \sin P \cos A_1|^2 I_{0\psi} \tag{3.11}$$

Для канала «дельта»:

$$\begin{aligned}
I_3 &= |(\rho \cos P \cos C + \sin P \sin C) \cos(A_2 - C) \rho_c - \\
&- (\rho \cos P \sin C - \sin P \cos C) \sin(A_2 - C)|^2 I_{0\Delta}
\end{aligned} \tag{3.12}$$

$$\begin{aligned}
I_4 &= |(\rho \cos P \cos C + \sin P \sin C) \sin(A_2 - C) \rho_c + \\
&+ (\rho \cos P \sin C - \sin P \cos C) \cos(A_2 - C)|^2 I_{0\Delta}
\end{aligned} \tag{3.13}$$

Здесь $I_{0\psi}$, $I_{0\Delta}$ – множители, которые соответствуют интенсивностям на входах каналов, A_1 , A_2 , – азимутальные положения анализаторов в каналах «пси» и «дельта». Если считать, что параметры компенсатора известны, то система уравнений (3.23) позволяет в принципе выразить эллипсометрические параметры Ψ и Δ , исключив неизвестные $I_{0\psi}$, и $I_{0\Delta}$. Для этого достаточно провести измерения при некотором фиксированном положении оптических элементов. Поэтому данная схема и называется статической: измерения происходят при

фиксированных положениях азимутов оптических элементов. Однако, детальный анализ уравнений (3.10) – (3.13) показывает, что точность измерения эллипсометрических углов ψ и Ψ зависит как от их значений, так и от целого набора неучтённых несовершенств оптических элементов (оптического дихроизма, погрешностей юстировки, рассеяния света и т.д.). По этой причине целесообразно проводить измерения ψ и Ψ при нескольких фиксированных значениях оптических элементов, чтобы избежать больших ошибок.

Рассмотрим, какие азимутальные углы оптических элементов представляют наибольший интерес. Прежде всего, необходимо исключить значения $P=0$ и 90° , так как при этом исчезает одна из поляризационных компонент в падающем пучке. Для аналитического рассмотрения удобно выбирать значения углов, кратные 45° (при этом получаются наиболее простые выражения для тригонометрических функций). Если из рассмотрения исключить симметричные положения, которые не добавляют новых уравнений, то в итоге получается 8 независимых конфигураций оптических элементов, которые приведены в таблице. Для каждой конфигурации поляризатор может принимать два положения $P = \pm 45^\circ$.

Таблица конфигураций оптических элементов.

Номер конфигурации	A_1	C	A_2
1	0	0	0
2	0	0	45
3	0	45	0
4	0	45	45
5	45	0	0
6	45	0	45
7	45	45	0
8	45	45	45

Рассмотрим частные случаи. Пусть $A_1 = A_2 = 0^\circ$, $C = 45^\circ$, $P = \pm 45^\circ$. Предположим также, что коэффициенты пропускания для быстрой и медленной осей компенсатора одинаковы, то есть $\rho_c = e^{i\delta_c}$. Подставляя эти значения в (3.23) получим после некоторых преобразований:

$$\cos 2\psi = -F_\psi \quad (3.24)$$

$$\pm \sin 2\psi \sin \Delta \sin \delta_c - \cos 2\psi \cos \delta_c = F_\Delta \quad (3.25)$$

Здесь введены обозначения: $F_\psi = \frac{I_1 - I_2}{I_1 + I_2}$, $F_\Delta = \frac{I_1 - I_2}{I_1 + I_2}$ знак $\pm$ в (3.25)

соответствует положениям поляризатора $\pm 45^\circ$. Уравнение (3.24) однозначно определяет параметр ψ , а из уравнения (3.25) получаем для Δ :

$$\sin \Delta = \pm \frac{F_{\Delta} - F_{\psi} \cos \delta_c}{\sqrt{1 - F_{\psi}^2} \sin \delta_c} \quad (3.26)$$

Параметр Δ определяется неоднозначно этим уравнением, так как на интервале $(0, 360^\circ)$ функция $\sin \Delta$ имеет два решения. Чтобы устранить эту неоднозначность, необходимо провести дополнительное измерение при других положениях элементов. Например, если установить $A_2=45^\circ$, не меняя азимуты остальных элементов, то уравнение аналогичное примет вид

$$\pm \sin 2\psi \cos \Delta = F_{\Delta}$$

(в уравнении (3.27) количественно значение F_{Δ} отличается от того, что фигурировало в уравнении (3.25) из-за различия в азимутах A_2). Из (3.27) можно определить $\cos \Delta$ и в сочетании с (3.26) это позволяет найти однозначное значение Δ .

Можно проводить измерения и при других азимутах оптических элементов. При этом получаются уравнения, связывающие ψ и Δ с измеренными интенсивностями, аналогичные (3.24), (3.27). Однако неоднозначность измерений эллипсометрических параметров, выполненных при одной конфигурации оптических элементов, по-прежнему остается. Это одно из неудобств однозонных измерений (то есть, измерений при одном фиксированном наборе элементов). Впрочем, это неудобство компенсируется рядом существенных преимуществ. Прежде всего - это малое время измерений, поскольку отсутствует необходимость в механических поворотах. Отсутствует также точная механика и лимбы отсчета углов, поэтому конструкция прибора существенно упрощается. Требования к стабильности источника тоже не столь жесткие как в динамической фотометрической схеме. Необходимо, чтобы интенсивность оставалась постоянной в течение последовательного считывания сигналов с фотоприемников (а это времена порядка десятков микросекунд). Если реализовать параллельное считывание сигналов с фотоприемников, то нестабильность источника вообще перестанет влиять на измерения.

Мы показали, как можно определить эллипсометрические параметры при известном фазовом сдвиге компенсатора. Покажем теперь, как можно определить сам фазовый сдвиг. Обратившись к уравнению (3.25) видим, что для этого

необходимо провести измерения интенсивностей при двух положениях поляризатора: $P=45^0$ и $P=-45^0$. Тогда

$$\cos \delta_c = \frac{F_{\Delta}(45^0) + F_{\Delta}(-45^0)}{2F_{\psi}} \quad (3.28)$$

В формуле (3.28) при вычислении $\cos \delta_c$ параметры образца исключаются, поэтому для измерений годится практически любой образец. Однако в том случае, когда ψ близко к 45^0 получаем $F_{\psi} \rightarrow 0$ и в (3.28) имеет место неопределенность типа 0/0. Конечно, всегда можно выбрать образец, у которого ψ достаточно далеко отстоит от 45^0 . Но это требование к параметру ψ исключает практически важный случай измерений "на просвет", когда свет из плеча поляризатора падает в плечо анализатора минуя образец. Действительно, при этом $R_p=R_s=1$, поэтому $\psi=45^0$ и $\Delta=0^0$. Существует и другой способ измерения δ_c при положениях $P=0^0$ и 90^0 . Здесь по-прежнему рассматривается конфигурация элементов $A_1=A_2=0^0$ и $C=45^0$. Нетрудно убедиться прямой подстановкой, что $\cos \delta_c F_{\Delta}(0^0) = -F_{\Delta}(90^0)$. В этом случае нет никаких ограничений на параметры образца, в частности, можно проводить измерения "на просвет".

В статической фотометрической схеме дрейф параметров компенсатора оказывает такое же нежелательное действие на результаты измерений, как и в нулевой схеме. Однако в силу высокого быстродействия эллипсометра целесообразно тем не менее использовать однозонные измерения, корректируя периодически параметры компенсатора. Следует отметить, что проблема абсолютной точности измерений в фотометрической схеме является актуальной. Для ее решения требуется не только точное знание параметров компенсатора, но и учет других возможных несовершенств оптической схемы.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Оптические элементы эллипсометров
2. Оптические схемы эллипсометров
3. Фазосдвигающие устройства
4. Преобразования поляризации при прохождении через оптические элементы
5. Оптические схемы эллипсометрических измерений
6. Статическая фотометрическая схема

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 6

Методы исследования поверхности, структуры, состава и свойств материалов оптические методы измерения параметров полупроводников

Физика взаимодействия электромагнитного излучения с полупроводниками

Цель работы: изучить основы методов исследования поверхности, структуры, состава и свойств материалов оптические методы измерения параметров полупроводников

Теоретический материал

Основные оптические характеристики полупроводников

Экспериментально измеряемыми оптическими характеристиками полупроводникового образца являются коэффициенты отражения R пропускания T и поглощения α . Пусть на пластину полупроводника падает пучок монохроматического излучения интенсивностью I_0 , который частично отражается, а частично поглощается.

Если I_R - интенсивность отраженного света, то доля отраженного излучения характеризуется коэффициентом отражения $R = \frac{I_R}{I_0}$. Аналогично определяется

коэффициент пропускания $T = \frac{I_T}{I_0}$, из закона сохранения энергии $R + T = 1$.

Та часть интенсивности света, которая остается после прохождения расстояния x в полупроводнике, может быть выражена через коэффициент поглощения α (закон Бугера—Ламберта) [5]:

$$I(x) = I(0)e^{-\alpha x} \quad (2.1)$$

Коэффициент поглощения α численно равен обратной толщине слоя полупроводника, в котором интенсивность света уменьшается в e раз. Эту же величину можно выразить через относительное уменьшение интенсивности света вдоль направления его распространения (рисунке 1):

$$\alpha = \frac{1}{I(x)} \frac{d}{dx} [I(x)]. \quad (2.2)$$

В оптических экспериментах коэффициент поглощения α определяется расчетным путем из значений непосредственно измеряемого коэффициента пропускания или прозрачности T , который представляет собой отношение интенсивности света $I(d)$, прошедшего через образец толщиной d , к интенсивности падающего света I_0 . При этом необходимо учесть, что часть $R I_0$ падающего излучения

I_0 отражается от фронтальной поверхности образца и через первую поверхность пройдет лишь интенсивность света $(1 - R) I_0$, второй поверхности достигнет излучение $(1 - R) I_0 e^{-\alpha d}$ только $(1 - R) \cdot (1 - R) I_0 e^{-\alpha d}$ выйдет из образца. С

учетом многократного внутреннего отражения [9] коэффициент пропускания в широкой области прозрачности ($\geq 10\%$) имеет вид:

$$T = \frac{(1-R)^2 e^{-\alpha d}}{1 - R^2 e^{-2\alpha d}} \quad (2.3)$$

Из формулы (2.3) можно найти α при известных R и d . Если $\alpha d \sim 1$, то можно пренебречь вторым членом в знаменателе (2.3), и тогда $T \approx (1-R)^2 e^{-\alpha d}$

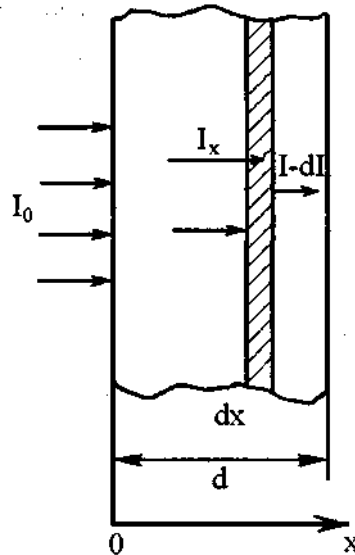


Рисунок 1– Поглощение света веществом

Зависимость коэффициента поглощения вещества от энергии падающего света $\alpha(h\nu)$ или от длины волны $\alpha(\lambda)$ называется спектром поглощения. Коэффициент поглощения можно также связать с поведением квазичастиц фотонов в полупроводнике. При взаимодействии фотонов с N поглощающими центрами, обладающими эффективными сечениями поглощения σ , средняя длина пробега фотона будет равна $\ell_\phi = (\sigma N)^{-1}$, а коэффициент поглощения

$$\alpha = \frac{1}{\ell_\phi} = \sigma N = \frac{1}{v_\phi \tau_\phi} = g(h\nu) \frac{n}{C}. \quad (2.4)$$

Этот коэффициент характеризует вероятность поглощения фотона на единичной длине образца. Здесь $g(h\nu) = \frac{1}{\tau_\phi}$ – вероятность поглощения фотона в единицу времени, зависящая от плотности возбуждаемых светом электронных состояний, n – коэффициент преломления; C – скорость света в вакууме.

При нормальном падении света на образец можно получить сравнительно простую связь коэффициента отражения R с оптическими константами вещества.

$$R = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2} \quad (2.5)$$

где k – коэффициент экстинкции, определяющий затухание электромагнитной световой волны в среде и связанный с коэффициентом поглощения α соотношением

$$\alpha = \frac{2\pi\nu k}{C} \quad (2.6)$$

В случае $n^2 \gg k^2$, т.е. для областей спектра, где показатель поглощения мал по сравнению с показателем преломления, уравнение (2.5) принимает вид

$$R = \left(\frac{n-1}{n+1} \right)^2$$

Это выражение можно использовать для определения показателя преломления из измерений коэффициента отражения естественного света при угле падения, близком к нормальному.

Существует эмпирическое соотношение, установленное Моссом между показателем преломления и шириной запрещенной зоны полупроводника $n^4 \cdot \Delta E_g = 77$, справедливое для материалов, у которых величина n меняется в пределах от 30 до 440.

Ниже мы рассмотрим некоторые механизмы взаимодействия света с кристаллами, которые имеют практическое значение в метрологии полупроводников.

Задача: Вычислить показатели преломления для полупроводников с разной шириной запрещенной зоны: Ge, Si, GaAs, GaPn др. и оценить точность (в %) соотношения Мосса.

Ширина запрещенной зоны для некоторых полупроводников, E_0

Таблица 3

Полупроводник	Si	Ge	AsGa	ZnO	ZnS
E_0 , эВ	1.15	0.74	1.52	3.35	3.36

Градуировочный график медьконстантановой термопары

Определение диэлектрической проницаемости приводилось еще в школьной программе. Не вдаваясь в детали, ее проще определить через заряд плоского конденсатора. Если взять плоский конденсатор в вакууме, то заряд на каждой его пластине равен (по модулю):

$$Q_0 = \frac{\epsilon_0 \cdot S \cdot U}{d} \quad (1.4)$$

где ϵ_0 – диэлектрическая постоянная, или диэлектрическая проницаемость вакуума, $\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12}$ Ф/м, S – площадь каждой из пластин, d – зазор между пластинами, U – напряжение между ними.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Как распределяется световая энергия при взаимодействии луча света с твердым телом?
2. Каков физический смысл и взаимосвязь коэффициентов а) поглощения света? б) пропускания? в) отражения?
3. Как выражается коэффициент поглощения через характеристики фотона в полупроводнике?
4. Как можно определить показатель преломления вещества из измерений коэффициента отражения света?

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 7

Область больших энергий света и собственное поглощение в полупроводниках

Цель работы: изучить область больших энергий света и собственное поглощение в полупроводниках

Теоретический материал

Механизмы взаимодействия света с полупроводниковым кристаллом зависят от длины волны электромагнитного излучения и могут быть разделены на несколько групп. Если рассматривать эти механизмы в соответствии с возрастанием длины волны света, то в первом, самом коротковолновом интервале, особенности спектров поглощения и отражения обусловлены возбуждением электронов из валентной и более глубоко лежащих зон в зону проводимости. Во втором интервале электромагнитного излучения, соответствующего более длинным волнам, осуществляются переходы электронов из валентной, зоны полупроводника в зону проводимости. При дальнейшем увеличении длины волны свет поглощается кристаллом за счет нескольких механизмов, в том числе с участием примесных уровней, и путем взаимодействия со свободными носителями. В области наиболее длинных волн происходит оптическое возбуждение колебаний решетки.

Оптический диапазон электромагнитного излучения охватывает область длин волн $0,01 \div 2000$ мкм и подразделяется на три поддиапазона: ультрафиолетовый ($0,01 \div 0,4$ мкм), видимый ($0,4 \div 0,8$ мкм) и инфракрасный ($0,8 \div 2000$ мкм), длинноволновая граница последнего примыкает к радиодиапазону.

Рассмотрим особенности взаимодействия света ультрафиолетового диапазона с кристаллом полупроводника.

В оптических переходах, стимулированных светом ультрафиолетовой области длин волн, участвуют электроны валентной и более глубоко лежащих зон, характеризующихся высокой плотностью энергетических состояний, поэтому коэффициент поглощения света (зависящий от вероятности переходов и плотности возбуждаемых электронных состояний) в этом механизме очень велик, и для исследований поглощения в ультрафиолетовом диапазоне требуются чрезвычайно тонкие образцы. Такие образцы трудно изготовить, и в них всегда имеются механические напряжения, поэтому они редко используются. Обычно вместо спектров поглощения в видимой и ультрафиолетовой областях исследуются спектры отражения. Изучение механизмов взаимодействия ультрафиолета с полупроводником

позволило получить экспериментальные данные, необходимые для построения схемы энергетических зон, обусловленных электронами внутренних оболочек атомов.

Поглощение света, приводящее к возбуждению электрона из валентной зоны в зону проводимости, называется собственным, или фундаментальным. Для возбуждения собственных переходов необходимо, чтобы энергия светового кванта была больше или равна ширине запрещенной зоны. При этом вид спектральной зависимости коэффициента поглощения определяется зонной структурой и будет разным в прямозонных и непрямозонных полупроводниках.

При оптических переходах должны выполняться законы сохранения энергии и квазиимпульса в системе:

$$\begin{aligned} E_f &= E_i + \hbar\omega, \\ \vec{p}_f &= \vec{p}_i + \hbar\vec{\eta} \end{aligned} \quad (2.8)$$

где E_f и E_i – конечная и начальная энергии электрона, взаимодействующего с квантом света с энергией $\hbar\omega$; $\vec{p}_f$ и $\vec{p}_i$ – конечный и начальный импульс электрона, взаимодействующего с фотоном, обладающим импульсом $\hbar\vec{\eta}$.

Поскольку импульс фотона $\frac{h}{\lambda}$ ($\lambda \sim 10^{-3} \div 10^{-5}$ см) меньше по сравнению с квазиимпульсом электрона в кристалле $\frac{h}{a}$ ($a \sim 10^{-7} \div 10^{-8}$ см – постоянная решетки) на 3-4 порядка, то в (2.8) импульсом фотона можно пренебречь и квазиимпульс электрона должен сохраниться: $\vec{p}_f = \vec{p}_i$. Это означает, что при поглощении света возможны такие переходы, при которых волновой вектор электрона сохраняется, т.е. в координатах $E = f(\vec{k})$ условию сохранения импульса электронов соответствуют вертикальные переходы.

Рассмотрим собственное поглощение в прямозонном полупроводнике, у которого электроны зон валентной и проводимости расположены в одной и той же

точке Бриллюэна (обычно при $\vec{k}=0$). Примером таких полупроводников являются InSb, InAs, InP, GaAs и др.

Пусть зоны у полупроводника параболические (рисунок 1). При расчете спектральной зависимости коэффициента поглощения учитываются законы сохранения (2.8) и то, что вероятность вертикальных оптических переходов пропорциональна плотности квантовых состояний в валентной зоне. Кроме того, собственное поглощение может иметь место только в случае, когда $h\nu \geq \Delta E_g$.

Тогда
$$\alpha(h\nu) = A^* (h\nu - \Delta E_g)^{\frac{1}{2}} \quad (2.9)$$

где коэффициент

$$A^* = \frac{\pi e^2 [2m_n^* m_p^* / (m_n^* + m_p^*)]^{\frac{3}{2}}}{h^2 C m^* \bar{\epsilon} n}$$

Принимая показатель преломления $\bar{n} = 4$ (близкое к значениям п большинства полупроводников) и считая эффективные массы электронов и дырок одинаковыми, получим (в см^{-1}): $\alpha(h\nu) \approx 2 \cdot 10^4 (h\nu - \Delta E_g)^{\frac{1}{2}}$, где $h\nu$ и ΔE_g – в электрон-вольтах. Величина коэффициента поглощения в прямозонных полупроводниках составляет величину порядка $10^3 \div 10^4 \text{см}^{-1}$. Как следует из (2.9), α^2 линейно зависит от $h\nu$, и пересечение прямой квадрата коэффициента поглощения с осью абсцисс $h\nu$ позволяет определить ширину запрещенной зоны для прямых оптических переходов.

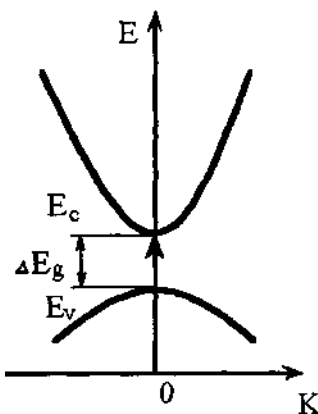


Рисунок 1 – Структура зон и оптические переходы в прямозонном полупроводнике

У непрямозонных полупроводников (Si, Ge, GaP и др.) экстремумы валентной зоны и зоны проводимости расположены в разных точках зоны Бриллюэна. Оптический переход, в котором меняются и энергия, и импульс электрона, должен быть двухступенчатым, поскольку взаимодействие только с фотоном не может привести к изменению импульса электрона. В этом случае закон сохранения импульса выполняется за счет взаимодействия электрона не только с фотонами, но и с фононами (рисунок 2). Из всей совокупности фононов, существующих при данной температуре в кристалле, в оптических переходах принимают участие только те, которые обеспечивают требуемое изменение импульса. При непрямом оптическом переходе электрона из начального в конечное энергетическое состояние фонон либо испускается, либо поглощается.

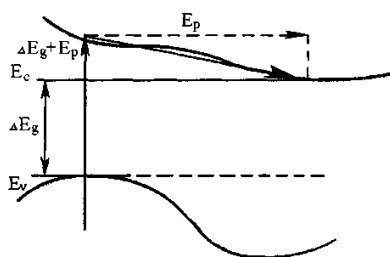


Рисунок 2 – Структура зон и оптические переходы в непрямозонном полупроводнике

В случае не прямых оптических переходов возможны переходы электронов из любого занятого состояния валентной зоны в любое свободное состояние зоны проводимости. Коэффициент поглощения пропорционален интегралу по всем возможным парам состояний от произведения плотностей начальных и конечных состояний, а также пропорционален вероятности взаимодействия с фононами, подчиняющимися статистике Бозе-Эйнштейна. Расчеты [5] дают два значения коэффициента поглощения для случая с поглощением фонона:

$$\alpha_a(h\nu) = \frac{A(h\nu - \Delta E_g + E_p)^2}{\exp\left(\frac{E_p}{kT}\right) - 1}, \text{ при } h\nu > \Delta E_g - E_p \quad (2.10)$$

и переходам с эмиссией фонона:

$$\alpha_e(h\nu) = \frac{A(h\nu - \Delta E_g - E_p)^2}{1 - \exp\left(-\frac{E_p}{kT}\right)}, \text{ при } h\nu > \Delta E_g + E_p \quad (2.11)$$

Так как при $h\nu > \Delta E_g + E_p$ возможны процессы как с испусканием, так и с поглощением фононов, полный коэффициент поглощения будет иметь вид суммы:

$$\alpha = (h\nu) = \alpha_s(h\nu) + \alpha_e(h\nu)$$

На графике зависимости $\sqrt{\alpha} = f(h\nu)$ для непрямозонного полупроводника имеются два прямолинейных участка для $\sqrt{\alpha_s}$ и $\sqrt{\alpha_e}$, экстраполяция которых к нулю дает величины $h\nu = E_g - E_p$ и $h\nu = E_g + E_p$. В связи с тем, что не прямые переходы имеют меньшую вероятность, чем прямые, величина коэффициента поглощения для переходов между непрямыми долинами обычно лежит в пределах $\alpha = 10^{-1} \div 10^3 \text{ см}^{-1}$

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Указать основные механизмы поглощения света полупроводником.
2. Какие законы сохранения должны выполняться при оптических переходах?
3. Охарактеризовать прямые и не прямые оптические переходы.
4. Как различаются спектры фундаментального поглощения у прямозонных и непрямозонных полупроводников?
5. Как определить ширину запрещенной зоны и характер межзонных переходов из спектра собственного поглощения полупроводника?

Задача: Пользуясь соотношением Эйнштейна $E = h\nu$ найти коэффициент пропорциональности между длиной световой волны (в мкм) и ее энергией (в эВ). Оценить ширину запрещенной зоны ДЕ для полупроводника, чувствительного к излучению $\lambda = 565 \text{ нм}$.

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 8

Электронно-оптические методы исследования

Электронная микроскопия

Цель работы: изучить основы электронно-оптических методов исследования

Теоретический материал

Просвечивающая электронная микроскопия обеспечивает в настоящее время высокое разрешение до 0,2 нм и увеличение до 1 млн.

В современных электронных микроскопах формирование изображения происходит с помощью электронных линз. Линза – это электромагнитная катушка (рисунок 1).

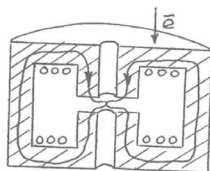


Рисунок 1 – Схематическое изображение линзы

Изменяя ток, протекающий в катушке, можно изменять фокусное расстояние линзы. Фокусирующее действие аксиально-симметричное магнитного поля осуществляется за счет силы, действующей на электроны в два этапа: $\vec{F} = e[\vec{V} \times \vec{B}]$

1. Радиальная составляющая магнитного поля заставляет электроны двигаться по винтовой линии. Электроны приобретают вращательную скорость. Взаимодействие вращательной скорости электронов с вертикальной составляющей магнитной индукции вызывает силу, которая действует на электроны по направлению к оси. Эта сила отвечает за фокусирующее действие линзы и заставляет пучок электронов сжиматься. Длина волны Де-Бройля электронов при ускоряющем напряжении 100кВ составляет 0,003нм. Если бы мы имели идеальные линзы, то разрешающая сила электронного микроскопа была бы порядка длины волны Де-Бройля. На самом деле предельная разрешающая способность равна 0,2нм. Это происходит потому, что невозможно создать идеальную магнитную линзу. Линза вносит в изображение некоторые дефекты, которые также как и в оптике возникают из-за астигматизма, сферической и хроматической аберрации.

Хроматическая аберрация – это искажение, возникающее в оптике из-за зависимости коэффициента преломления от длины волны. В электронном микроскопе хроматическая аберрация возникает из-за того, что ускоряющее напряжение имеет

конечный коэффициент стабильности, и электроны будут двигаться с разными скоростями. Кроме того, электроны испускаются накалившимся вольфрамовым катодом и имеют разброс по энергиям порядка кТ.

Сферическая абберация возникает из-за того, что электроны, которые движутся вдоль оси и электроны, движущиеся по периферии, по разному отклоняются от магнитной линзы, и таким образом магнитные линзы вносят конечное искажение в изображение.

Источник света через конденсерную линзу освещает образец. Конденсерная линза создает параллельный пучок света. Образец находится вблизи фокуса объекта, и наводка на резкость осуществляется путем изменения расстояния между образцом и объектом. Лучи света проходят через окуляр и попадают в глаз наблюдателя (рисунок 2).

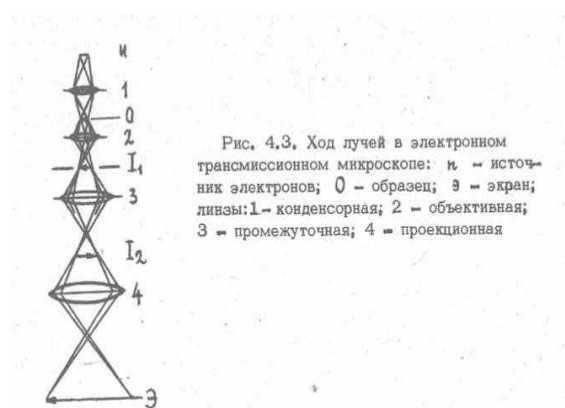


Рисунок 2 – Электронный микроскоп

Источником электрона служит электронная пушка, которая состоит из вольфрамового катода и анода. Вольфрам нагревается до высокой температуры и в результате электронной эмиссии, электроны покидают катод. Катод находится под высоким отрицательным потенциалом, анод – заземлен. В результате электроны ускоряются и набирают высокую энергию. Расходящийся пучок электрона с помощью конденсирующей линзы превращается в плоско – параллельный пучок электрона. Плоско – параллельный пучок падает на образец, и после взаимодействия с образцом, собирается объективной линзой. Получается изображение с помощью проекционной линзы, проектируется на экран, который затем рассматривается оператором или фотографируют на фотопластинку, или на видеокамеру.

Простые микроскопы состоят из трех линз, современные приборы состоят из пяти линз. Добавляется еще одна конденсерная линза, и между объективной и

проекционной линзами добавляется промежуточная линза. Также микроскопы достигают до двух акстрем и увеличение до 1мОм.

Просвечивающиеся электроны микроскопом, могут работать в двух режимах: режим изображения и режим дифракции (рисунок 3).

2. Режим дифракции.

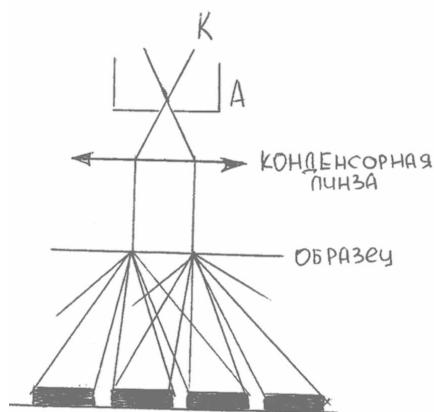


Рисунок 3 – Режим дифракции

Это режим, когда включены только конденсаторные линзы, а все остальные – выключены. В этом случае параллельный пучок падает на образец, возникает дифракция электрона, и на экране мы наблюдаем дифракционную картину, которая представляет собой случаи монокристалла (кубическая симметрия)

В случае поликристалла, получается симметрия колец.

В случае аморфного вещества – размытое пятно.

По дифракционной картине определяют кристаллическую структуру материала.

2. Режим изображения.

В режиме изображения включаются все линзы, и мы получаем изображение образца. Образцом могут быть только тонкие пленки. Электрон представляет собой объект, который проявляет как волновые, так и корпускулярные свойства, поэтому принцип работы можно понять, исходя как из корпускулярной модели, так и из волновой.

В первом случае электроны, как частицы, проходя через образец, поглощаются и рассеиваются, и мы получаем на экране изображение за счет амплитудного контраста. Это характерно для относительно толстых образцов, толщиной более 10нм и элементы с высоким атомным номером.

Во втором случае электроны проходя через образец, не поглощаются и не рассеиваются, но приобретают сдвиг фазы и в результате интерференции, мы получаем на экране изображение образца за счет фазового контраста.

Величина амплитудного контраста возрастает с ростом величины образца и с уменьшением ускоряющего напряжения, а величина фазового контраста возрастает с увеличением ускоряющего напряжения.

Метод Реплика

Просвечивающий электронный микроскоп предназначен для изучения образцов в виде тонких пленок. Для того, чтобы изучить поверхность массивных толстых образцов, существует метод Реплики. Реплики могут быть одно и двух ступенчатые. Метод одно ступенчатой реплики заключается в том, что на поверхности исследуемого образца напыляется, под углом $10^\circ - 20^\circ$, слой платины, золота или других тяжелых металлов.

Напыление производится в вакууме термическим способом. Затем под углом 90° , перпендикулярно поверхности, производится напыление графита, далее образец растворяют в специально подобранном растворе кислот, и остается графитовая пленка с рисунком из платины, золота и других тяжелого металла, который отображает рельеф тяжелого образца. Если растворить образец невозможно, то пленку снимают с поверхности образца, с помощью желатина, который предварительно наносится на поверхность образца, просушивается, затем снимается вместе с репликой и растворяется в воде. Оставшаяся реплика извлекается для изучения в микроскопе.

Двухступенчатая реплика изготавливается, следующим образом:

На поверхность, какой – либо пластинки наносят каплю растворителя, когда поверхность пластинки растворится или станет мягкой, он плотно прижимается к поверхности образца и после высыхания снимается. На полученный оттиск напыляют металл или графит, так же как и у одноступенчатой реплики, пластик растворяется и полученный реплик отправляется для изучения.

Метод реплик позволяет получить изображение поверхности образца с разрешением до $50 \text{ \AA}$.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Основы просвечивающей электронной микроскопии
2. Основы сферической аберрации
3. Режимы работы просвечивающего электронного микроскопа
4. Описать метод реплик

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 9.

Электроннография

Цель работы: изучить основы уравнения электронографии и анализа электронограмм

Теоретический материал

Анализ электронограмм

Электронограммы содержат два вида информации. Расстояние R между центральным пятном и другими дифракционными пятнами и кольцами, углы между линиями, соединяют центральное пятно с другими пятнами и вторая – интенсивность дифракционных максимумов по отношению к интенсивности центрального пятна. Для расчета межплоскостных расстояний используют основное уравнение электронографии.



φ – угол дифракции;

R – радиус кольца или расстояние от центрального максимума до дифракционного пятна;

L – дифракционная длина микроскопа или расстояние между образцом и экраном.

Условия дифракции:

$$d \sin \varphi = \lambda;$$

где d - межплоскостное расстояние;

λ - длина волны электрона.

Так как φ – очень малый угол, то $\sin \varphi = \tan \varphi = R/L$.

Подставим в условие дифракции:

$$dR = L\lambda.$$

Мы получили основное уравнение электронографии.

Зная радиус дифракционного пятна(кольца) R , можно рассчитать межплоскостные расстояния и определить структуру образца.

λ – длина волны Де-Бройля:

$$\lambda = \frac{2\pi\hbar}{p}, \quad p - \text{импульс.}$$

В нерелятивистском приближении $p=mV$. Скорость определим из ускоряющего напряжения.

В электрическом поле разность потенциалов U электронов наберет энергию равную $\frac{mV^2}{2} = qU$.

$$V = \sqrt{\frac{2qU}{m}}$$

$$p = \sqrt{2qmU}$$

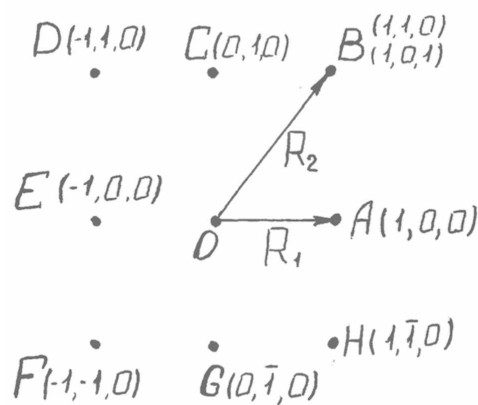
$$\lambda = \frac{2\pi\hbar}{\sqrt{2qmU}}$$

При ускоряющем напряжении 100кВ длина волны электрона составляет 0,03Å.

Рассмотрим электронограмму от монокристаллического образца с простой кубической структурой с ориентацией (100).

С известным параметром решетки $a=0,25\text{нм}$.

Рассмотрим:



Сначала определяют межплоскостные расстояния d , а затем определяют индексы Миллера. Для определения d измеряют расстояние между центральным пятном и всеми другими пятнами электронограммы. Так как картина симметрична, то следует измерить расстояние между пятнами, симметричными относительно центрального пятна и полученную величину разделить на 2.

При рассмотрении электронограммы видно, что дифракционные пятна А, С, Е, G расположены на одинаковом расстоянии от центра, также как и В, D, F, H. Таким образом, необходимо измерить расстояние R_1 и R_2 .

Пусть $R_1 = 12.8 \text{ мм}$, а $R_2 = 18.1 \text{ мм}$. Ускоряющее напряжение равно 80 кВ , $L = 800 \text{ мм}$, $\lambda = 0.04 \text{ нм}$. Тогда рассчитывая d , найдем:

$$d_1 = \frac{L\lambda}{R_1} = \frac{800 \cdot 0.004}{12.8} = 0.25 \text{ нм}$$

$$d_2 = \frac{800 \cdot 0.04}{18.1} = 0.177 \text{ нм}.$$

Так как образец имеет простую кубическую структуру, то используем формулу для кристаллографии для простой кубической системы:

$$\frac{1}{d^2} = \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a^2},$$

a – параметр кубической ячейки,

d – межплоскостное расстояние,

h, k, l – индексы Миллера.

Представим $a = 0.28 \text{ нм}$, определим величину $h^2 + k^2 + l^2$ для двух дифференциальных пятен.

$$\text{Пятно А: } h^2 + k^2 + l^2 = (0.25)^2 / (0.25)^2 = 1.$$

$$\text{Пятно В: } h^2 + k^2 + l^2 = (0.25)^2 / (0.177)^2 = 2.$$

Так как h, k, l должны быть целыми числами, это означает, что пятна $A(1,0,0)$; $(0,1,0)$; $(0,0,1)$ h_1, k_1, l_1 .

$$\left. \begin{array}{l} 110 \\ \text{В: } 101 \\ 011 \end{array} \right\} h_2 k_2 l_2$$

Припишем центральному пятну индексы $(0,0,0)$, а пятну А одно из трех возможных эквивалентных значений, например $(1,0,0)$.

Индексы всех дифракционных пятен должны представлять собой результат векторного строения отдельных индексов, например, можно представить себе, что направляясь от пятна О к В последнее можно достигнуть, сделав один шаг в направлении ОА, а затем один шаг в направлении ОС. В этом примере шаг от центрального пятна $O(0,0,0)$ в направлении ОА к пятну $A(1,0,0)$ эквивалентен прибавлению единицы к величине индекса h , значит пятно В, которого можно достигнуть сделав шаг в направлении ОА также должно иметь индекс $h=1$. Следовательно пятно В может быть обозначено индексом $(1,1,0)$ или $(1,0,1)$, но не может быть обозначено индексом $(0,1,1)$. Таким образом произвольно припишем

пятну В индекс (1,1,0). После того, как приписали индексы двум дифракционным пятнам электронограммы, каждое из которых не является центральным, индексы всех остальных пятен оказались автоматически определены.

Присвоение индексу k_2 значение равное 1 обязывает рассматривать шаг в направлении ОС, как увеличение k на 1, и наоборот, шаг в направлении СО и ОС как уменьшение k на 1. так пятну С следует приписать индексы (0,1,0), пятну Е (-1,0,0).

Существуют 2 правила, которые оказываются полезными при индцировании:

1. Если при перемещении вдоль прямой, соединяющей пятна электронограммы от одного пятна к другому, один из индексов h, k, l изменился, то подобное изменение этого же индекса должно иметь место и при дальнейшем перемещении в этом направлении до следующего пятна.

Например, при перемещении от пятна $D(1^-, 1, 0)$ к пятну $E(1^-, 0, 0)$ не происходит изменения индексов h и l , а k уменьшается на 1, то при перемещении к следующему пятну F в этом же направлении, индекс k должен уменьшиться еще на 1. Получаем индексы пятна $F(1^-, 1^-, 0)$.

2. Если дифракционные пятна расположены на одной прямой с центральным пятном с разных сторон и на одинаковом расстоянии от него, то индексы одного пятна можно получить умножив индексы другого на -1, например $B(1, 1, 0)$ и $F(1^-, 1^-, 0)$. Для полной уверенности следует проверить правильность углов между некоторыми пятнами электронограммы. Угол между плоскостями h_1, k_1, l_1 и h_2, k_2, l_2 соответствующий углу между двумя линиями, соединяющими два дифракционных пятна с центральным пятном.

$$\overline{ab} = ab \cdot \cos \varphi$$

$$\cos \varphi = \frac{\overline{ab}}{ab}$$

$$\cos \varphi = \frac{h_1 h_2 + k_1 k_2 + l_1 l_2}{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2} \cdot \sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}}$$

Для дифракционных пятен А и С, которым приписаны индексы (1,0,0) и (0,1,0)

$$\cos \varphi = \frac{1 \cdot 0 + 0 \cdot 1 + 0 \cdot 0}{\sqrt{\quad}} = 0;$$

запишем

$$\varphi = 90^\circ$$

Для А и В:

$$\cos \varphi = \frac{1 \cdot 1 + 0 \cdot 0 + 0 \cdot 1}{\sqrt{1^2 + 0^2 + 0^2} \cdot \sqrt{1^2 + 1^2 + 0^2}} = \frac{1}{\sqrt{2}}$$

$$\cos \varphi = 45^\circ$$

В случае простой электронограммы с рефлексами низкого порядка индексы Миллера, которые содержат малые числа, производить проверку углов нет необходимости. Но это может быть очень важным в случае рефлексов более высокого порядка и более сложных электронограмм.

Если образец и его кристаллическая структура совершенно неизвестны, индцирование электронограммы становится очень сложным, которое не удастся решить строго. В этом случае следует использовать метод проб и ошибок, привлекать дополнительные сведения об образце.

Получение изображения в свете выделенного рефлекса

Для получения такого изображения в режиме дифракции получают электронограмму от образца. Проводят анализ электронограммы, получают индексы Миллера, находят нужный рефлекс, выделяют этот рефлекс с помощью селекторной диафрагмы. Затем переходят в режим работы электронного микроскопа в изображении, т. е. включают все линзы микроскопа. При этом на изображении получается картина, сформированная этим одним рефлексом.

Селекторная диафрагма — это отверстие маленького размера, с помощью которой выделяют один необходимый рефлекс, который падает на экран микроскопа.

В случае идеального монокристалла изображение не изменяется (будет с меньшей интенсивностью). Если образец будет многофазным, то мы получим изображение только той фазы, которая отвечает выбранному рефлексу.

Пример:

Пусть в качестве образца выступает частично закристаллизованное стекло, стекло — аморфно, кварц — кристаллический. В режиме дифракции получим изображение, дающее изображение кварца. Выбираем рефлекс, дающий дифракцию, выделяем её с помощью селектора диафрагмы и переходим в режим изображения. На экране получаем изображение, как распределяется кварц в стекле.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Основные уравнения электронографии
2. Получение изображения в свете выделенного рефлекса

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 10

Взаимодействие света с примесями, свободными носителями заряда и кристаллической решеткой

Цель работы: изучить взаимодействие света с примесями, свободными носителями заряда и кристаллической решеткой

Теоретический материал

Взаимодействие между полупроводником и фотоном с энергией, меньшей ширины запрещенной зоны, может привести к поглощению, вызванному ионизацией электрона с примесного уровня в зону проводимости или из валентной зоны на свободный примесный уровень (рисунке 1).

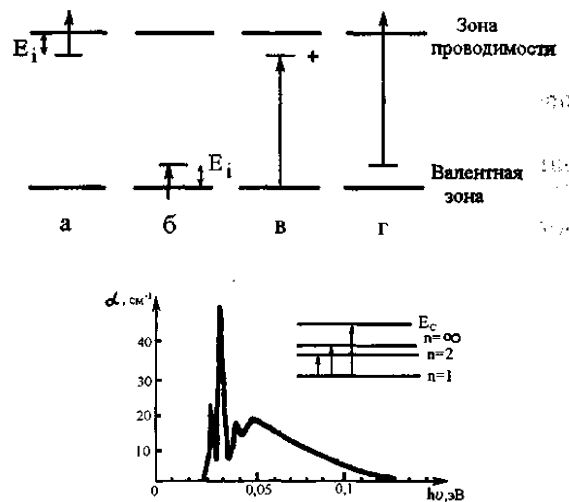


Рисунок 1 – а) Схема оптических переходов с участием примесных уровней; б) Спектр оптического поглощения в кремнии

Известно, что мелкие примеси в полупроводниках хорошо описываются водородоподобной моделью. Энергетический спектр мелких примесных состояний состоит из серии дискретных уровней

$$E = 13,52 \frac{z^2}{\varepsilon^2} \left(\frac{m^*}{m_0} \right) \frac{1}{n^2}, \quad n = 1, 2, \dots \quad (2.12)$$

Примесное поглощение наблюдается при низких температурах, например, $T=4\text{K}$ для бора в кремнии в виде пика начиная с энергии фотона, равной энергии перехода электрона из основного ($n = 1$) в первое возбужденное состояние ($n = 2$). Можно обнаружить пики поглощения переходов в другие возбужденные состояния. Пики с большими значениями n практически сливаются с полосой разрешенных энергий, соответствующей полной ионизации примеси. Описанный эксперимент

доказывает справедливость водородоподобной модели мелких примесных состояний и может быть использован для определения энергии ионизации примесного уровня.

При оптических переходах между глубокой примесью и зоной разрешенных энергий в зависимости от энергии фотона заброс электрона может осуществляться не только на дно зоны, но и на любой уровень энергии в глубине зоны. Поэтому переходы между примесью и зоной проявляются не в виде пиков, а в виде ступеньки на полосе поглощения с порогом при энергии $(\Delta E_g \sim E_i)$. Более точное определение энергии ионизации примеси может быть выполнено из анализа формы спектра поглощения, часто описываемого для глубоких уровней зависимостью, пропорциональной $(h\nu - E_i)^{\frac{3}{2}}$ (формула Луковского).

Коэффициент поглощения для переходов с участием примесей $(\alpha \sim 1 \div 10^2 \text{ см}^{-1})$ значительно меньше, чем для межзонных переходов, поскольку плотность примесных состояний гораздо меньше плотности квантовых состояний в зонах. В случае непрямых переходов примесь – зона потребует дополнительное поглощение или эмиссия фононов; приводящая к смещению порога поглощения на величину, кратную энергии фонона в сторону меньших энергий при поглощении фонона и в сторону больших – при испускании его.

При поглощении фотона свободные электроны могут переходить с одного уровня на другой в пределах одной зоны (рисунке 2). Такие переходы осуществляются с изменением волнового вектора k и для выполнения закона сохранения импульса требуют дополнительного взаимодействия с решеткой, либо путем рассеяния на ионизованных примесях. Согласно классической теории Друде, описывающей колебания электронного газа под действием периодического электрического поля, затухание должно увеличиваться пропорционально:

$$\alpha = \frac{e^3 N}{4\pi^2 C^3 \varepsilon_0 \bar{n} m_n^* \mu_n} \lambda^2 = \frac{e^2 N}{4\pi^2 C^3 \varepsilon_0 \bar{n} m_n^* \langle \tau \rangle} \lambda^2 \quad (2.13)$$

где N - концентрация носителей заряда; $\bar{n}$ - показатель преломления; $\langle \tau \rangle$ - среднее время релаксации.

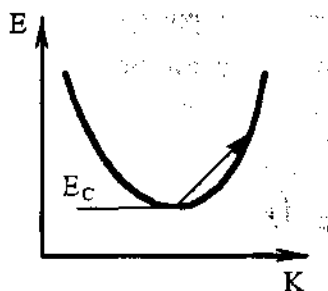


Рисунок 2 – Схема оптических переходов при поглощении света свободными электронами

Поскольку время релаксации зависит от природы рассеивающих центров, то можно ожидать, что на зависимость коэффициента поглощения свободными носителями заряда от длины волны падающего света будут оказывать влияние механизмы рассеяния носителей заряда.

Действительно, рассеяние акустическими фононами приводит к поглощению, меняющемуся, как $\lambda^{1,5}$. Рассеяние на оптических фононах дает зависимость $\lambda^{2,5}$, тогда как рассеяние ионизованными примесями может дать зависимость λ^3 или $\lambda^{3,5}$. В общем случае, когда реализуются все типы рассеяния, результирующий коэффициент поглощения представляет собой сумму трех членов: $\alpha = A\lambda^{1,5} + B\lambda^{2,5} + C\lambda^{3,5}$ (A , B и C – константы). Преобладание одного механизма поглощения над другими зависит от условий эксперимента, таких как температура, концентрация примеси и др.

При взаимодействии электромагнитной волны падающего света с полупроводником кроме описываемого выше механизма поглощения имеет место эффект колебания электронного (или дырочного) газа относительно остова кристаллической решетки с собственной (плазменной) частотой

$$\omega_p = \left(\frac{Ne^2}{\epsilon\epsilon_0 m^*} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2-14)$$

зависящей от концентрации N и эффективной массы m^* носителей заряда.

Совпадение частоты падающего излучения и плазменной частоты приводит к резонансному поглощению энергии (плазменный резонанс) и на спектральной зависимости коэффициента отражения наблюдается минимум (рисунок 3). Положение минимума отражения на спектральной кривой зависит от концентрации и

эффективной массы свободных носителей. Метод измерения плазменного резонанса может быть использован для контроля концентрации или эффективной массы свободных носителей в сильно легированных полупроводниках с малой прозрачностью.

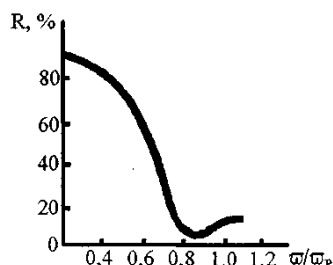


Рисунок 3 — Частотная зависимость коэффициента отражения света от поверхности полупроводника

Полупроводниковые соединения, состоящие из атомов разного типа, например A^3B^5 , имеют ионную составляющую химической связи, и их кристаллы можно рассматривать как состоящие из электрических диполей. Электромагнитное излучение может взаимодействовать с этими диполями причем наибольшее поглощение света будет иметь место, когда частота излучения совпадает с частотой собственных колебаний диполей. Такое резонансное поглощение света, связанное с возбуждением колебаний кристаллической решетки полупроводника, называется решеточным поглощением.

Так как кристаллическая решетка может поглощать энергию электромагнитного излучения только при определенных значениях энергии фотона, то спектр решеточного поглощения характеризуется рядом пиков, лежащих в далекой инфракрасной области спектра.

Поглощение света одним фононом приводит к появлению полосы остаточных лучей, характеризуемой большим коэффициентом поглощения. При возрастании энергии света поглощаемый фотон будет взаимодействовать с двумя или более фононами не только в соответствии с законом сохранения энергии, но и с законом сохранения квазиимпульса. В полупроводниках A^3B^5 имеются две поперечные оптические (ТО) и две поперечные акустические (ТА) ветви колебаний и по одной продольной оптической (ЛО) и акустической (ЛА) ветви. Некоторые комбинации фононов запрещены правилами отбора, но так как число всех возможных комбинаций разных типов колебаний очень велико, то это обуславливает сложность обычно наблюдаемых спектров. Резонансная природа взаимодействия света с фононами дает

спектры в виде пиков поглощения в дальней инфракрасной области ($18 \div 29$ мкм для GaAs).

В полупроводниках с чисто ковалентными связями (германий, кремний) нет диполей, однако спектр решеточного поглощения наблюдается. Это происходит вследствие процессов второго порядка: излучение индуцирует диполь, взаимодействующий со светом с последующей генерацией фононов. Область решеточного поглощения кремния лежит в интервале $17 \div 50$ мкм. Исследование решеточного поглощения позволяет экспериментально определить энергии различных типов фононов, играющих существенную роль в процессе рассеяния носителей заряда, в явлениях теплопроводности и теплоемкости.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Почему спектр поглощения водородоподобного примесного центра наблюдается в виде отдельных линий (пиков), а спектр поглощения света глубокой примесью — в виде полосы поглощения?
2. Можно ли из спектра поглощения на свободных носителях определить преобладающий при данных условиях механизм рассеивания свободных носителей заряда?
3. Описать физическую модель явления плазменного резонанса.
4. Почему решеточное поглощение света лежит в длинноволновой области спектра и наблюдается в виде пиков поглощения?

Задача: Определить частоту ω_p и соответствующую длину волны плазменного резонанса при отражении от n-Ge с концентрацией электронов $2,5 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$ ($m_n^* = 0,16m_0$, $\epsilon = 16$).

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 11

Рентгеновский дифрактометр

Цель работы: изучить основы рентгеновских методов анализа

Теоретический материал

Рентгеновский дифрактометр общего назначения позволяет проводить высокоточные экспрессные исследования по широкому кругу задач прикладного рентгеновского анализа: фазовый качественный и количественный анализ, определение межплоскостных расстояний фаз, исследование текстур, уточнение ориентировки монокристаллов, оценка их совершенства и т.д. Дифрактометр состоит из гониометра, рентгеновской трубки, приемника.

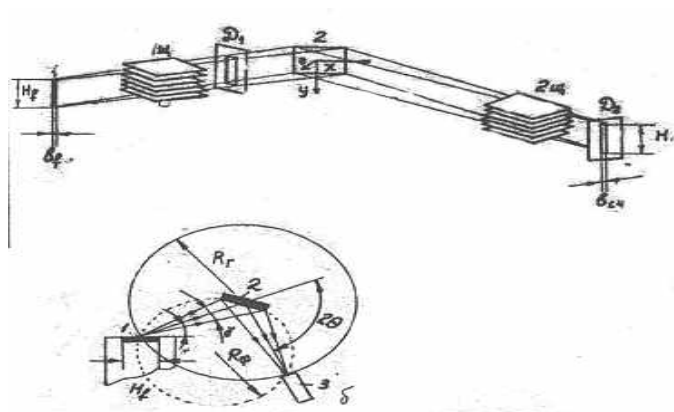


Рисунок 1 – Фокусировка по Брэггу-Брентано

Коллимирующая система гониометра формирует пучок определенной расходимости. Размер оптической проекции фокуса трубки определяется способом установки трубки. Большой размер фокуса в вертикальной плоскости существенно увеличивает вертикальную расходимость пучка. Для уменьшения расходимости используют щели Соллера. В дифрактометре используют фокусировку по Брэггу-Брентано (рисунок 1). Источник и приемник находятся на одной окружности, плоскость образца пересекает центр окружности. При повороте детектора на угол 2θ плоский образец должен поворачивать на угол θ , то есть так, чтобы плоскость образца перемещалась со скоростью выше, чем приемник рентгеновского излучения. Поскольку плоская поверхность образца отклоняется от круга, поэтому для получения фокусировки необходимо достичь малой расходимости с щелевой диафрагмой. Для монохроматически дифрагированного пучка применяют селективно-поглощающие фильтры и кристаллические монохроматоры.

При записи образца получают дифрактограмму, которая представляет собой зависимость интенсивности рассеянного рентгеновского излучения от угла 2Θ (рисунок 2)

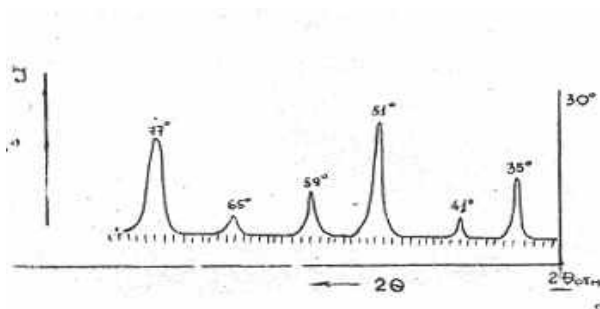


Рисунок 2 – Зависимость интенсивности рассеянного рентгеновского излучения от угла 2Θ

Для расшифровки дифрактограммы используют условие Вульфа-Брегга:

$$2d\sin\Theta = \lambda,$$

где d – межплоскостные расстояния,

λ – длина волны рентгеновского излучения,

Θ – угол дифракции.

Каждый пик на дифрактограмме соответствует межплоскостному расстоянию.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Описать рентгеновский дифрактометр
2. Зависимость интенсивности рассеянного рентгеновского излучения от угла 2Θ
3. Описать фокусировку по Брэггу-Брентано

ПРАКТИЧЕСКОЕ ЗАНЯТИЕ № 12

Расшифровка дифрактограмм. Рентгеновский фазовый анализ

Цель работы: изучить основы рентгеновских методов анализа

Теоретический материал

Рентгеновский фазовый анализ

Фазой называют равновесное состояние вещества, отличающегося физическими свойствами от других равновесных состояний того же вещества. При заданных условиях может существовать либо одна фаза, либо несколько фаз. Различные фазы в кристалле часто обладают не только различными свойствами, но и разной кристаллической структурой. Определение таких фаз возможно с помощью дифракционного структурного анализа. Рентгено-дифракционная картина однородного вещества характеризуется строго определенным спектром, межплоскостным расстоянием d и интенсивностью I . Если в веществе содержится m фаз, каждая из которых рассеивает излучение независимо, то дифракционная картина представляет сумму m спектров компонента. Величина I представляет собой отношение интенсивности дифракционного максимума к интенсивности самой сильной линии данного вещества.

Качественный фазовый анализ состоит в разложении экспериментально определенного спектра образца на спектры фаз компонентов. В качестве способа поиска фаз компонент используется сопоставление известных спектров фаз эталонов и экспериментального спектра образца. Критерием присутствия фазы в образце будет совпадение всех линий эталона с учетом их интенсивностей с линиями образца. А критерием отсутствия фазы в образце является отсутствие в спектре образца двухдифракционной линии эталона из числа сильных. Для расшифровки используется картотека эталонов дифракционных спектров в форме принятой американским комитетом стандартизации порошковых дифракционных данных (ASTM) (рисунок 3). Номер карточки определяет ее положение в картотеке. Первые цифры – номер бокса, остальные через тире – порядковый номер в боксе.

Поле 1 содержит межплоскостные расстояния d и отношение интенсивностей для трех наиболее сильных линий.

Поле 2 содержит сведения о методах получения дифрактограммы. λ - длина волны рентгеновского излучения. Используется фильтр, и диаметр используемой камеры 114,6 мм.

В поле 3 собраны сведения о кристаллической системе в пространственной группе и параметре ячейки.

Поле 4 содержит сведения о диэлектрической проницаемости, плотности, точке плавления.

Поле 5 содержит химическую формулу и название образца в соответствии с принятой номенклатурой. В правом верхнем углу поля 5 может стоять знак, указывающий качество переводимых данных: * - сведения высокой степени достоверности, *i* – проведено индицирование, *c* – рассчитанный спектр, *o* – низкая надежность данных.

Поле 6 содержит сведения о дифракционном спектре, межплоскостном расстоянии, отношении интенсивности, индексах Миллера. Иногда в левом нижнем углу карточки присутствует текст о наличии еще какого-то количества линий, не приведенных здесь, а продление данных на следующей карточке и т. д.

При использовании данных карточки для качественного фазового анализа осуществляется их перебор. На первом этапе выявляют карточки, у которых три наиболее сильные линии поля 1 совпадают по межплоскостным расстояниям с образцом. Следующим этапом анализа является сопоставление всех межплоскостных расстояний спектра в поле 6 с линиями образца. Совпадение межплоскостных расстояний эталона и межплоскостных расстояний образца в пределах точности означает значительную вероятность присутствия данной фазы в образце. Окончательное заключение о присутствии фазы в образце можно сделать, лишь анализируя отношение интенсивности рефлексов образца и сумм интенсивностей, совпадающих по межплоскостным расстояниям линии. При этом очень важным критерием того, что фаза не входит в состав образца, является отсутствие в дифрактограмме образца сильных рефлексов этой фазы. Для упрощения задачи фазового анализа целесообразно ограничиться в начале анализом лишь наиболее сильных линий.

Количественный фазовый анализ

Возможность определять относительное количество кристаллической фазы в смеси заключается в зависимости интенсивности дифрагированных лучей от рассеивающего объема, который при одинаковых условиях съемки пропорционален объемной доле соответствующей фазы в смеси.

Для того, чтобы исключить из расчета интенсивность первичного пучка рентгеновских лучей, непосредственное определение которой связано с большими

экспериментальными трудностями, количественный анализ проводят путем расчета относительной интенсивности линий, принадлежащих разным фазам смеси.

Отражения, по которым проводится количественный фазовый анализ, должны удовлетворять следующим условиям:

1. Табличная интенсивность их должна быть велика. Это обеспечивает малую относительную ошибку определения их интенсивности.
2. Отражения должны располагаться в малых углах. В этом случае возможное уширение дифракционных максимумов в материале несущественно изменяет профиль линии, что обеспечивает высокую точность измерениям.
3. На анализируемую линию вдоль всего ее профиля не должны накладываться другие ее отражения.

При проведении количественного фазового анализа возникают случайные систематические ошибки. Случайные ошибки возникают из-за нестабильности работы рентгеновской трубки и ошибок измерения интенсивности на дифрактограмме. Последние связаны с точностью определения уровня фона и измерения интенсивности в дифрактометрической кривой.

Для проведения количественного фазового анализа необходимо провести калибровку по предварительно подготовленным образцам с известным содержанием фаз. Затем строят градуировочную кривую и по измерениям интенсивности неизвестного образца проводят количественный фазовый анализ.

Контрольные вопросы по усвоению теоретического материала

1. Качественный фазовый анализ
2. Количественный фазовый анализ

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

ВЗАИМОДЕЙСТВИЕ ИЗЛУЧЕНИЯ С ВЕЩЕСТВОМ

**Методические указания для обучающихся по организации и проведению
самостоятельной работы**

Направление подготовки 28.03.02 «Наноинженерия»
Направленность (профиль)
«Диагностика материалов и наносистем в промышленности»

Ставрополь
2026

ВВЕДЕНИЕ

Методическое указание составлено в соответствии с требованиями ФГОС ВО, рабочих учебных планов по программе бакалавриата, программы дисциплины «Взаимодействие излучения с веществом».

Методы исследования материалов микро- и наносистем является фундаментом современного материаловедения. В настоящее время имеется огромное число методов диагностики и исследования самых разных характеристик изучаемых систем. Поэтому:

- при их применении необходимо учитывать специфику объектов нанометровой геометрии и особенности, протекающих в них процессов;
- диагностика наносистем и наноматериалов должна обеспечивать наиболее полную информацию об их основных характеристиках и о протекающих в них процессах.
- изучение структуры материалов с нанометровым пространственным разрешением;
- изучение особенностей поведения и свойств наносистем, наноустройств, наноматериалов.

При изучении дисциплины «Взаимодействие излучения с веществом» на лабораторных занятиях используются междисциплинарное и проблемное обучения в малых группах.

В структуры самостоятельной работы студентов входит:

- 1) Подготовка к практическим занятиям: изучение теоретического материала, выявление основных законов, уравнений и соотношений, используемых при решении задач по указанной теме;
- 2) Подготовка к лабораторным занятиям: изучение теоретического материала, ознакомление с методикой и порядком выполнения лабораторных работ, выполнение расчетов и обработка экспериментальных данных, оформление отчетов по выполняемой лабораторной работе;
- 3) Самостоятельное изучение тем: изучение теоретического материала, подготовка письменного обзора по темам, выносимым на самостоятельное изучение.
- 4) Подготовленный обзор студенты предоставляют в виде доклада или реферата на обсуждение, проводимого в рамках изучения дисциплины;
- 5) Подготовка к экзаменам (зачетам): изучение теоретического материала по полному курсу изучаемой дисциплины, подготовка по вопросам, выносимым на экзамен.

В процессе изучения дисциплины по темам, вынесенным на самостоятельное изучение, студенты должны подготовить обзор пользуясь научной литературой, учебниками, учебными пособиями, а также возможно использовать материалы электронных ресурсов сети "Интернет".

Самостоятельная работа с книгой может быть успешной, если текст не только прочитан, но и законспектирован. Существует несколько **форм записей**, но любая форма записи не даст нужного результата, если не будет пробуждать мысли того, кто ее ведет, если отсутствует активная работа ума и формирование своих выводов из прочитанного.

Выбор формы записи зависит от индивидуальных особенностей человека, его образованности и опыта. При этом не меньшую роль играет назначение записей, то есть то, какие задачи ставит перед собой человек (для самообразования, для выступления на семинаре, для использования в будущем).

Введение записей мобилизует наряду со зрительной памятью, также и моторную память. Кроме того, у человека, систематически ведущего записи изучаемой литературы, создается свой фонд материалов для быстрого повторения и мобилизации накопленных знаний.

Все записи должны быть убористыми и компактными. Интервалы между строками должны быть достаточными, чтобы вписывать дополнения. Рекомендуется вести записи ручкой, а карандашом или ручкой другого цвета пользоваться для отметок и выделений при последующей работе. Полезно также датировать записи.

Записи могут носить различный характер: план, выписки, тезисы, аннотирование, конспектирование, реферирование.

1. План - наиболее краткая формой записи. Это перечень вопросов, рассматриваемых в книге или статье. План обычно раскрывает структуру произведения, логику автора, способствует лучшей ориентации в содержании.

Так, составленным планом можно воспользоваться, чтобы вспомнить прочитанное или быстро отыскать в книге нужное место. Представление об основных пунктах плана дает оглавление книги, поэтому во многих случаях наименования глав и разделов можно использовать в качестве пунктов. Составление плана приучает логически мыслить, вырабатывать умение сжато и последовательно излагать суть вопроса в письменной и устной форме.

Существует два способа составления плана: работа над ним по ходу чтения и составление плана после ознакомления с произведением. При этом план получается более последовательным и стройным.

Трудность составления плана состоит в том, что надо выяснить для себя, прежде всего, построение изучаемого текста, ход мыслей автора и лишь затем изложить содержание работы кратко и ясно. При всей своей краткости план дает представление о содержании прочитанного. Следует учесть, что форма плана не исключает цитирования отдельных мест и обобщений. Различают простой и развернутый план. В отличие от простого плана развернутый план не только содержит перечисление вопросов, но и раскрывает основные идеи произведения, может включать выдержки из него, схемы, таблицы. Планом, особенно развернутым, необходимо пользоваться при написании выступления или статьи.

В целом развернутый план дает гораздо большее представление о произведении, его основных идеях, задачах, которые в нем решаются. Он может включать положения, замечания, собственные мысли студента.

Важно знать, что составление планов помогает вырабатывать способность к отвлеченному, абстрактному мышлению, но наибольшую пользу составление плана даст подготовленным лицам, которые бывают достаточно лишь взглянуть на перечень основных вопросов, чтобы воспроизвести содержание прочитанного.

2. Тезисы – более сложная и совершенная форма записи, чем составление плана.

Это сжатое изложение основных мыслей прочитанного произведения или подготовляемого вступления. Особенностью тезисов является их утвердительный характер.

В них сосредотачивается самое главное, только выводы и обобщения, в них меньше доказательств, иллюстрации и пояснений. Тезисы не должны повторять дословно текст, но в ряде мест могут быть близки к нему, воспроизводя некоторые характерные выражения автора, важные для понимания хода его мыслей. Составление тезисов помогает глубже понять основные идеи произведения, выделить главное в нем; приучают сжато, точно и четко сформулировать свои мысли, повышает культуру речи и письма. При составлении тезисов учитывают следующее. Прежде всего, если произведение небольшое, необходимо внимательно изучать его в целом, если большое – изучать по главам и разделам. Затем, когда будут ясны основные идеи, кратко и последовательно излагать их в виде пунктов.

Различают простые и сложные, развернутые тезисы. Если записывают только утверждение чего – либо, такой тезис называют простым, а сложным тезисом будет выражение главной мысли, содержащее, кроме утверждения, еще и краткое ее доказательство.

Часто тезисы формулируются самим автором как выводы и обобщения в заключении книги или разделах книги. Нередко тезисы выделяются в тексте другим шрифтом.

Рекомендуется делать тезисные записи своими словами, причем можно записывать один абзац за другим, учитывая смысловую связь между ними. Но в большинстве случаев следует составлять сводный тезис, сложный по форме. При этом объединяется несколько утверждений, тесно связанных между собой.

Тезисы по содержанию очень близки к **конспекту**, но конспект носит более описательный характер, и его положения не столь категоричны, как в тезисах. Кроме того, конспект представляет собой более полную форму записи.

Следует отметить, что различие между формами записей условно, но в любой форме запись – важнейшая часть самостоятельной работы с книгой.

3. Выписки. Это записи текста из книги: теоретических положений, статистических данных, имеющих по мнению читателя важное значение.

Достоинство выписок состоит в точности воспроизведения текста книги, удобстве пользования записями при последующей работе, в накоплении обобщений и фактического материала. Выписки полезны для повторения, освежения в памяти прочитанного, для быстрой мобилизации своих знаний, когда необходимо в короткий срок вспомнить материал. Выписки выделяют из текста самое главное и тем самым помогают глубже понять его. Без них трудно обойтись при подготовке доклада, реферата, выступления. Выписки следует рассматривать как составную часть тезисов и конспектов.

Выписывать текст можно и по ходу чтения и после его завершения. В последнем случае надо замечать места, которые потом будут выписаны. Необходимо каждую выписку снабжать ссылкой на источник с указанием соответствующей страницы. Это нужно, чтобы в последствии можно было быстро найти в книге соответствующее место. Целесообразно выписывать из текста только такие места, в которых содержится самое главное, суть вопроса. Выписки должны быть ориентированы на изучение произведения в целом, а не отдельных мест, поскольку положения, вырванные из общего контакта, понимаются нередко совсем не так, как этого хотел автор. Иначе говоря, отдельно взятые, лишенные пояснений выдержки могут быть не поняты или поняты неправильно.

Выписки бывают дословные (цитаты) и «свободные», когда мысли автора излагаются своими словами. Следует учесть, что большие отрывки, которые трудно цитировать, целесообразнее в краткой форме переложить своими словами, но «яркие» и важные места лучше выписывать дословно. Каждую цитату следует заключать в кавычки. Если ее берут из середины предложения, то после вводных кавычек ставят три точки. Ставят их и в конце цитаты, если из предложения опущены последние слова.

Следует знать, что какого-либо единого метода выписок, годного для всех случаев, не существует, поскольку у каждого человека свои особенности мышления и восприятия, свой подход к теме. Все это влияет на содержание и характер выписок.

Выписки рекомендуется хранить в картотеке, конвертах или папках, на которых следует обозначить общую тему.

4. Аннотация – еще одна форма записи, являющаяся кратким обобщением содержания книги. Ею удобно пользоваться, если имеется намерение вернуться к изучаемому произведению. Аннотация может быть необходима и для того, чтобы не забыть о нем.

Для составления аннотации надо сначала полностью прочитать и глубоко продумать произведение. При всей своей краткости аннотация может содержать отдельные фрагменты авторского текста, а не только оценку книги или статьи.

5. Резюме очень близко к аннотации. Это запись, являющаяся краткой оценкой прочитанного материала. Различие между ними состоит в том, что аннотация сжато характеризует произведение в целом, а резюме концентрирует внимание на его выводах, главных итогах.

6. Конспект – наиболее совершенная и наиболее сложная форма записи. Слово «конспект» происходит от латинского «*conspectus*», что означает «обзор, изложение». В правильно составленном конспекте обычно выделено самое основное в изучаемом тексте, сосредоточено внимание на наиболее существенном, в кратких и четких формулировках обобщены важные теоретические положения.

Конспект представляет собой относительно подробное, последовательное изложение содержания прочитанного. На первых порах целесообразно в записях ближе держаться тексту, прибегая зачастую к прямому цитированию автора. В дальнейшем, по мере выработки навыков конспектирования, записи будут носить более свободный и сжатый характер.

Конспект книги обычно ведется в тетради. В самом начале конспекта указывается фамилия автора, полное название произведения, издательство, год и место издания. При цитировании обязательная ссылка на страницу книги. Если цитата взята из собрания сочинений, то необходимо указать соответствующий том. Следует помнить, что четкая ссылка на источник – непереносимое правило конспектирования. Если конспектируется статья, то указывается, где и когда она была напечатана.

Конспект подразделяется на части в соответствии с заранее продуманным планом. Пункты плана записываются в тексте или на полях конспекта. Писать его рекомендуется четко и разборчиво, так как небрежная запись с течением времени становится малопонятной для ее автора. Существует правило: конспект, составленный для себя, должен быть по возможности написан так, чтобы его легко прочитал и кто-либо другой.

Формы конспекта могут быть разными и зависят от его целевого назначения (изучение материала в целом или под определенным углом зрения, подготовка к докладу, выступлению на занятии и т.д.), а также от характера произведения (монография, статья, документ и т.п.). Если речь идет просто об изложении

содержания работы, текст конспекта может быть сплошным, с выделением особо важных положений подчеркиванием или различными значками.

В случае, когда не ограничиваются переложением содержания, а фиксируют в конспекте и свои собственные суждения по данному вопросу или дополняют конспект соответствующими материалами их других источников, следует отводить место для такого рода записей. Рекомендуется разделить страницы тетради пополам по вертикали и в левой части вести конспект произведения, а в правой свои дополнительные записи, совмещая их по содержанию.

Конспектирование в большей мере, чем другие виды записей, помогает вырабатывать навыки правильного изложения в письменной форме важные теоретических и практических вопросов, умение четко их формулировать и ясно излагать своими словами.

Таким образом, составление конспекта требует вдумчивой работы, затраты времени и труда. Зато во время конспектирования приобретаются знания, создается фонд записей.

Конспект может быть текстуальным или тематическим. В **текстуальном конспекте** сохраняется логика и структура изучаемого произведения, а запись ведется в соответствии с расположением материала в книге. За основу тематического конспекта берется не план произведения, а содержание какой-либо темы или проблемы.

Текстуальный конспект желательно начинать после того, как вся книга прочитана и продумана, но это, к сожалению, не всегда возможно. В первую очередь необходимо составить план произведения письменно или мысленно, поскольку в соответствии с этим планом строится дальнейшая работа. Конспект включает в себя тезисы, которые составляют его основу. Но, в отличие от тезисов, конспект содержит краткую запись не только выводов, но и доказательств, вплоть до фактического материала. Иначе говоря, конспект – это расширенные тезисы, дополненные рассуждениями и доказательствами, мыслями и соображениями составителя записи.

Как правило, конспект включает в себя и выписки, но в него могут войти отдельные места, цитируемые дословно, а также факты, примеры, цифры, таблицы и схемы, взятые из книги. Следует помнить, что работа над конспектом только тогда будет творческой, когда она не ограничена текстом изучаемого произведения. Нужно дополнять конспект данными из другими источниками.

В конспекте необходимо выделять отдельные места текста в зависимости от их значимости. Можно пользоваться различными способами: подчеркиваниями, вопросительными и восклицательными знаками, репликами, краткими оценками, писать на полях своих конспектов слова: «важно», «очень важно», «верно», «характерно».

В конспект могут помещаться диаграммы, схемы, таблицы, которые придадут ему наглядность.

Составлению **тематического конспекта** предшествует тщательное изучение всей литературы, подобранной для раскрытия данной темы. Бывает, что какая-либо тема рассматривается в нескольких главах или в разных местах книги. А в конспекте весь материал, относящийся к теме, будет сосредоточен в одном месте. В плане конспекта рекомендуется делать пометки, к каким источникам (вплоть до страницы) придется обратиться для раскрытия вопросов. Тематический конспект составляется обычно для того, чтобы глубже изучить определенный вопрос, подготовиться к докладу, лекции или выступлению на семинарском занятии. Такой конспект по содержанию приближается к реферату, докладу по избранной теме, особенно если включает и собственный вклад в изучение проблемы.

Следующим методом самостоятельной работы с книгой является **реферирование** на определенную тему. Слово реферат употребляется в двух различных значениях:

1. Краткое изложение содержания книги, научной работы;
2. Доклад за заданную тему на основе критического образа литературных источников.

7. Реферат – это один из самых сложных видов самостоятельной работы с книгой, а для этого следует овладеть более простыми приемами работы – разработкой плана, составлением тезисов и конспектов. Подготовка реферата и выступление с его изложением углубляет знания, расширяет кругозор, приучает логически, творчески мыслить, развивать культуру речи.

При просмотре литературы намечается ориентировочный план реферата, в который включается обычно 3-4 основных вопроса или раздела. Каждом из разделов формулируются подвопросы, помогающие последовательно раскрыть содержание проблемы.

В процессе изучения материала формулировки подвопросов и разделов обычно уточняются. При реферировании следует делать выписки, записывать мысли,

возникающие при чтении; следует также точно записывать и определения тех понятий, которые будут использованы в реферате. Из прочитанной литературы нужно заимствовать не буквальный текст, а важнейшие мысли, идеи, теоретические положения; можно цитировать небольшие отрывки, приводить диаграммы, схемы, чертежи, но главное – высказывать собственные соображения по вопросам реферата. Приведенные выше советы следует рассматривать как примерные, предполагающие и другие подходы, поскольку у каждого человека вырабатываются свои приемы и навыки составления рефератов. Большую помощь в работе над рефератом оказывают предисловия к монографиям и сборникам. В них можно найти сведения о цели издания, а также о существующих пробелах в исследовании.

При разработке плана реферата важно учитывать, чтобы каждый его пункт раскрывал одну из сторон избранной темы, а все пункты в совокупности охватывали тему целиком. Различают несколько композиционных решений реферата: во-первых, хронологическое, когда тема раскрывается в исторической последовательности; во-вторых, описательное, при котором тема расчленяется на составные части, в целом раскрывающие определенное явление; в-третьих, аналитическое, когда тема исследуется в ее причинно-следственных связях и взаимозависимых проблемах. Важно следить за тем, чтобы каждый пункт плана был соотнесен с главной темой и не содержал повторения в других пунктах. Важными разделами реферата является вступление и заключение. Во вступлении надо обосновать актуальность темы, обозначить круг составляющих ее проблем, четко и кратко определить задачу своей работы. В заключении делаются краткие выводы, подводятся итоги. В конце реферата должен быть приложен список литературы.

Поиск информации в Интернете лучше всего начинать с работы в **Интернет-каталоге**.

Один из наиболее полных и хорошо систематизированных каталогов в русскоязычном секторе Интернета. Есть много других Интернет-каталогов: www.yandex.ru, www.list.ru, www.rambler.ru (русскоязычные), www.altavista.com (англоязычный) и др. Выбор каталога зависит от вкусов пользователя, степени проработанности его тематической структуры, скорости доступа к ресурсам каталога и т.д.

2. Чтобы попасть на эту страничку, вам надо вписать URL(адрес) данного сайта в адресную строку вашего Интернет-обозревателя (браузера), которая находится в верхней части окна.

3. Перед вами откроется главная страница поисковой системы, например «Апорт».

4. Находим на этой странице ссылку на подкаталог «Наука и образование» и кликаем на ней мышью. Теперь мы попадаем на следующую страницу каталога, где пользователю предлагается выбрать интересующую его рубрику.

5. Ищем на этой странице ссылку на рубрики. Кликаем на нее. Загружается следующая страница, на которой будут ссылки на подрубрики. Под списком рубрик появятся ссылки на конкретные Интернет-ресурсы. Вы выбираете интересующий вас ресурс (при этом можно пользоваться краткой аннотацией, рейтингом популярности сайта, информацией о времени его последнего обновления) и кликаете на его ссылке. Откроется новое окно браузера, в которое будет загружен выбранный вами сайт.

Помимо **тематического поиска** в любом Интернет-каталоге есть **контекстный поиск**. Попробуем по Интернет-каталогу найти **ссылки** на газету «Нанотехнологии».

1. Набираем в окне браузера адрес любого из русскоязычных каталогов.

2. В появившемся поисковом окне набираем целиком словосочетание, например «газета Нанотехнологии», если система может работать со словосочетаниями, или слово «газета», а потом во втором поиске «география», если такой функции в системе не предусмотрено. Не забудьте только при втором поиске напротив поискового окна поставить галочку «Искать в найденном».

3. Через несколько секунд на экране вашего компьютера появятся первые десять или двадцать ссылок на Интернет-страницы, где поисковая система нашла указанные вами слова. При необходимости после просмотра первой порции ссылок на Интернет-ресурсы можно перейти к следующим. Ссылки на них вы найдете внизу экрана.

4. Для сохранения интересующих вас Интернет-страниц достаточно кликнуть мышкой на меню «файл» (оно находится в самой верхней части браузера) и выбрать пункт «сохранить как».

5. Появится диалоговое окно, где вам нужно будет указать папку для сохранения данной страницы, вписать имя, под которым она будет сохранена (по умолчанию страница сохраняется под тем же именем, что она имеет в Интернете).

6. Если все указано правильно, смело нажимайте на «ОК», в противном случае выбирайте «Отмену».

Часто бывает так, что всю страницу сохранять необязательно, так как интерес вызывают лишь отдельные ее элементы. Текстовая часть страницы без графики и

средств мультимедиа сохраняется как файл языка HTML. Часто имеет смысл сохранять только текст, так как любые графические объекты занимают много места на дискетах и жестких дисках компьютера.

Если вам необходимо сохранить только графические элементы страницы (рисунки, фотографии и т.д.), достаточно кликнуть на интересующей вас картинке правой клавишей мыши. Появится диалоговое окно, в котором следует выбрать пункт «Сохранить рисунок как».

Следует помнить, что вы не сможете редактировать составленные в формате HTML Интернет-страницы. В случае если вам по каким-то причинам нужно **внести** в них **правку**, дополнить своими материалами, включить в готовый текстовый документ, то нужно:

1. Выделить мышью в окне браузера необходимый фрагмент текста (весь текст выделяется после нажатия на команды меню «правка» и «выделить все»);
2. Копировать его (команда «копировать» на вкладке «Правка» / «edit»);
3. Вставить в нужный текстовый файл в программе Word (команда «Вставить» / «Paste»).

Вы также можете **распечатать** нужные вам страницы:

1. Одновременно нажмите клавиши ctrl и P или выберите команду «Печать» / «Print» на вкладке «Файл».
2. Если вам не нужно распечатывать всю страницу, то вы можете распечатать ее фрагмент. Для этого вы выделяете интересующий участок страницы мышью, а в диалоговом окне печати, указывая диапазон печати, выберите пункт «Выделенный фрагмент».
3. Если вы хотите вернуться на предыдущую страницу, достаточно кликнуть мышкой кнопку «Назад», которая находится в левом верхнем углу окна вашего браузера. Обратный шаг можно сделать, нажав на стрелку «Вперед».

Для того чтобы в следующий раз точно попасть на нужную вам страницу Интернета, совсем не обязательно переписывать ее адрес, часто громоздкий и сложный. Достаточно всего лишь добавить ссылку на страницу в папке «Избранное» (она расположена вверху экрана, на рабочей панели браузера).

Если вы хотите запомнить много страниц и к тому же систематизировать их, то направляйтесь на специальный сайт www.zakladki.ru, где вы сможете сохранить гиперссылку на любую Интернет-страницу. В этом случае вы сможете работать не

только со ссылками, подобранными вами, но и другими пользователями (при условии, что доступ к ним не закрыт паролем).

В первую очередь нужно обращать внимание на собственно научные труды признанных авторов, которые посоветовали вам преподаватели. Нередко в Интернете выкладываются материалы конференций. Полезным будет поискать специализированные Интернет-журналы и электронные библиотеки. Отсутствие фамилии автора у материала и грамматические ошибки в статье должны насторожить. Используйте подобные материалы как вспомогательные и иллюстративные, но не как основные.

Оформление Интернет-информации:

Как и другие источники информации, сайты обязательно должны быть указаны в списке использованной литературы.

Согласно принятым стандартам оформляется Интернет-источник таким образом:

Ссылка на ресурс (не общая ссылка на портал, а именно на страницу с использованным текстом); фамилия и инициалы автора; заглавие статьи, эссе или книги.

Например:

1. www.ntmdt.ru официальный сайт компании NT-MDT здесь можно ознакомиться с каталогами продукции для зондовой микроскопии, установками для исследования лэнгмюровских пленок а так же найти научные публикации.

Иногда преподаватели просят указывать подобные источники отдельным списком, после «традиционных» источников. Например, под заглавием «Ресурсы Интернет».

Разумеется, сайты, где выложены коллекции бесплатных рефератов и готовых студенческих работ, не могут быть вписаны как Интернет-источники. Это вторичная информация, уже переработанная кем-то до вас. Достоверность и актуальность ее под сомнением.