

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего профессионального образования  
«Владимирский государственный университет имени Александра  
Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых»

Д.В. Абрамов, С.В. Кутровская, А.О. Кучерик

**ПРАКТИКУМ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ  
ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ  
ПО ДИСЦИПЛИНЕ «ОСНОВЫ НАНОТЕХНОЛОГИЙ»**

Владимир, 2014

УДК 539.1

ББК 22.539

Составители: Д.В. Абрамов, С.В. Кутровская, А.О. Кучерик

Рецензент

Доктор физико-математических наук, профессор

Владимирского государственного университета имени Александра

Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых

*Л.В. Фуров*

Печатается по решению редакционного совета ВлГУ

Практикум по выполнению лабораторных работ по дисциплине «Лазерные микро- и нанотехнологии» / Владим. гос. уни-т имени Александра Григорьевича и Николая Григорьевича Столетовых; Д.В. Абрамов, С.В. Кутровская, А.О. Кучерик – Владимир: Изд-во ВлГУ, 2014. – 63 с.

Рассмотрены основы разделов современных методов получения и модификации наноматериалов с использованием контролируемого лазерного воздействия. Даны основы методов диагностики наноматериалов с применением растровой электронной и атомно-силовой микроскопии. К лабораторным работам приведена краткая теория, что упрощает их понимание и выполнение.

Предназначены для проведения практических и лабораторных занятий студентов-магистров специальности 200500.62 «Лазерная техника и лазерные технологии».

Рекомендовано для формирования профессиональных компетенций в соответствии с ФГОС 3-го поколения.

Ил. 13. Прил. 1. Библиогр.: 25 назв.

УДК 539.1

ББК 22.539

## Оглавление

ВВЕДЕНИЕ.....	4
ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ.....	5
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ КЛАССА ОПАСНОСТИ ЛАЗЕРНЫХ КОМПЛЕКСОВ». .....	<b>Ошибка! Закладка не определена.</b>
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2 «СВОЙСТВА ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЛИНЫ ВОЛНЫ ЛАЗЕРНОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ».....	<b>Ошибка! Закладка не определена.</b>
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3 «ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ. СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ КОЛЬЦЕВЫХ ЗОН В АТМОСФЕРЕ ВОЗДУХА И В ВАКУУМЕ ».....	6
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4 «ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ПОЛЯРИЗАЦИИ ЛАЗЕРНОГО ЛУЧА НА ЛАЗЕРНУЮ МОДИФИКАЦИЮ ПОВЕРХНОСТИ ТОНКИХ ПЛЕНОК ».....	12
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЛИЖНЕГО/ДАЛЬНОГО ПОРЯДКА НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ».....	32
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6 «КОНТАКТНЫЙ РЕЖИМ СКАНИРОВАНИЯ АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА».....	12
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №7 «ПОЛУЧЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ В ЖИДКОСТЬ».....	19
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №8 «ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ В КОЛЛОИДНОМ РАСТВОРЕ»..	25
ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №9 «СТАТИСТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТОВ ». .....	37
ЗАКЛЮЧЕНИЕ.....	45
РЕКОМЕНДАТЕЛЬНЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	46

## Введение

В последнее время наблюдается значительный прогресс в развитии методов синтеза и исследования физических свойств объектов в области пространственного наноразмерного масштаба. Интерес к наноструктурированным материалам возникает вследствие проявлений у них необычных свойств и рекордных характеристик. В основе такого поведения лежит тот факт, что с каждым свойством вещества связан некоторый характерный критический пространственный параметр определенного явления: длина свободного пробега электрона, расстояние тепловой диффузии, размер домена или доменной стенки, диаметра Франка-Рида для скольжения дислокаций, длина волны электрона де Бройля и т.п. [1-3].

В наноструктурах комбинация этих параметров может проявляться различными способами, что аналогично фазовым превращениям вещества. Но в данном случае роль термодинамического параметра, управляющего состоянием среды, фактически выполняет размер синтезируемых наноструктур; важен также и способ их получения.

Это приводит к уникальным возможностям для разработки новых физических принципов создания технологии будущего – нанотехнологий, т.е. производству материалов и изделий с необычными/рекордными характеристиками, которые состоят из различного типа структур с размерами менее 100 нм.

Но, несмотря на значительный прогресс, достигнутый в области нанотехнологий, до сих пор отсутствуют эффективные подходы для управления механизмом образования и роста наноструктур с заданной морфологией. В конечном итоге они должны привести к направленному синтезу материалов с заданными физико-химическими свойствами.

Особая роль здесь принадлежит исследованию различных механизмов синтеза наноструктур [4]. Это важно не только для определения оптимальных условий синтеза при разработке новых технологий получения данных наноструктур, но и для понимания физических принципов, на основе которых реализуются процессы самоорганизации в наносистемах [5-7]. Именно эти явления самоорганизации имеют фундаментальное значение для создания новых материалов наноиндустрии, особенно в композициях углерода с нанопорошками различных металлов [8].

Развитие подобных методов и технологий, особенно в части получения функциональных наноматериалов, – одно из принципиальных направлений современной нанотехнологии [1-8]. Таким образом, появляется возможность решения принципиальной проблемы по синтезу новых материалов с требуемой морфологией, что позволит варьировать физико-механическими свойствами [9]. В настоящее время основными направлениями лазерного синтеза наноструктурированных материалов являются методы физического и химического осаждения из газовой плазмы, из коллоидных систем, а также формирование структур из расплавов веществ и при твердофазной модификации образцов.

## **ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ**

Работа в физических лабораториях требует от студента соответствующей подготовки для выполнения лабораторной работы, кроме рассмотренной теоретической части также необходимо использовать литературу, которую рекомендует преподаватель на лекции.

В отчет по лабораторной работе необходимо внести:

- Номер и название работы;
- Цель работы;

- Теоретическую часть;
- Результаты экспериментов (получение или диагностика наноматериалов).
- Вывод.

При работе в лаборатории следует быть внимательным и выполнять правила по технике безопасности. Инструкция по технике безопасности находится в лаборатории.

Работа заканчивается составлением краткого заключения (вывода), в котором следует указать:

- Метод получения или диагностики;
- Краткий анализ результатов.

## **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1 «ПОЛУЧЕНИЕ ТОНКИХ ПЛЕНОК МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ. СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ КОЛЬЦЕВЫХ ЗОН В АТМОСФЕРЕ ВОЗДУХА И В ВАКУУМЕ».**

Цель работы: Изучить процессы лазерной абляции в воздухе и в вакууме с использованием схемы прямого лазерного осаждения.

Краткая теория: Интерес к лазерной плазме [10] (ЛП) объясняется ее уникальными характеристиками и растет по мере достижения все больших параметров, что стало возможным благодаря быстрому прогрессу лазерной техники. Особенностью ЛП является высокая скорость энерговыделения. На современном уровне в ЛП достигаются (при наносекундных импульсах) мощности энерговыделения более  $10^{14}$  Вт, плотности энергии в плазме  $10^9$  Дж/см<sup>3</sup>, удельные скорости энерговыделения  $10^{18}$  Вт/см<sup>3</sup> (удельная энергоемкость обычных взрывчатых веществ  $\sim 10^4$  Дж/см<sup>3</sup>).

Взаимодействие лазерного излучения с твердотельными мишенями характеризуется необычайно большим спектром явлений, представляющих

интерес для различных областей физики. Результат воздействия лазерного излучения на вещество зависит, помимо длины волны лазера  $\lambda$  и длительности лазерного импульса  $\tau_n$ , главным образом от поверхностной плотности потока излучения

$$q = \frac{Q}{S * \tau_n},$$

где  $Q$  — энергия лазерного излучения в импульсе,  $S$  — площадь пятна на поверхности твердотельной мишени, на которую фокусируется излучение лазера,  $\tau_n$  - длительность импульса. Величина  $q$  может изменяться на много порядков от  $10^5$  до  $10^{18}$  Вт/см<sup>2</sup>.

Явлений без фазовых изменений материала мишени можно ожидать только на уровне импульсных лазеров без модулированной добротности при  $q < 10^7$  Вт/см<sup>2</sup>. При этом наблюдается термоэмиссия электронов (или ионов), включая многофотонную эмиссию. В этих явлениях помимо плотности потока излучения на мишень также могут играть роль и другие параметры лазера, такие как модовая структура, форма лазерного импульса, ширина полосы излучения и т.д.

С увеличением плотности потока излучения на поверхности материала наблюдаются фазовые переходы и наблюдаются плавление и испарение. Экспериментальные и теоретические исследования показывают, что при заданной форме и длительности импульса существует достаточно четко определенная критическая плотность потока излучения  $q = 10^6 - 10^7$  Вт/см<sup>2</sup> (зависящая от теплофизических характеристик облучаемого вещества), начиная с которой происходит интенсивное испарение вещества. Значение

( $q = 10^7$  Вт/см<sup>2</sup> является тем уровнем плотности излучения современных лазеров, который используется в настоящее время для лазерного отжига ионно-имплантированных полупроводников и обработки материалов.

При  $q = 10^9$  Вт/см<sup>2</sup> происходит образование волн напряжения большой амплитуды в твердом теле. Аналогично УВ такие волны напряжения изменяют суб- и микроструктуру, т.е. параметры кристаллической решетки. Это приводит к изменению механических свойств вещества, что успешно применяется для повышения прочности и твердости некоторых металлов и сплавов и для увеличения их предела усталости.

При плотностях, больших, чем  $q = 10^9$  Вт/см<sup>2</sup> получаемых от лазеров с модулированной добротностью или пикосекундных лазеров, образование плазмы является основным эффектом. При воздействии мощного лазерного излучения (МЛИ) на поверхность твердого тела наблюдается быстрое плавление, испарение и ионизация вещества, и дальнейшее взаимодействие лазерного излучения уже происходит с плавно меняющимся профилем плотности плазмы на границе вещество-вакуум. Основным механизмом поглощения лазерного излучения здесь - обратный тормозной эффект, имеющий место в результате электрон-ионных столкновений. При увеличении плотности потока повышается температура начального сгустка. Это сопровождается увеличением излучения ЛП, в т.ч. в рентгеновском диапазоне спектра. При дальнейшем увеличении плотности потока  $q$  доминирующим процессом поглощения плазмой лазерного излучения становится процесс нелинейного поглощения, и возникают эффекты деформации пространственного профиля плазмы. Порог этого эффекта определяется условием:

$$q\lambda^2 \geq 10^{15} \text{ Вт/см}^2,$$

здесь значение длины волны  $\lambda$  выражено в мкм. Для  $\lambda \sim 1$  мкм, длительности лазерного импульса  $\tau \sim 1$  нс и для площади фокусировки  $S = 10^{-4}$  см<sup>2</sup> это условие требует энергии в импульсе  $Q = 100$  Дж. Диапазон  $q\lambda^2 > 10^{14}-10^{17}$  Вт/см<sup>2</sup> принадлежит области современных исследований по лазерному термоядерному синтезу (ЛТС).

С точки зрения экспериментальных ситуаций и теоретического анализа процесса формирования и динамики ЛП следует иметь в виду два случая: малые капельные мишени, полностью испаряющиеся при воздействии лазерного излучения, и массивные мишени, когда количество образующейся ЛП определяется длительностью лазерного импульса,  $\tau_l$  и его энергией  $Q$ .

Как в первом, так и во втором случае могут осуществляться два режима: режим инерциального удержания и режим стационарного облучения. В режиме инерциального удержания разлет горячей плазмы осуществляется за времена

$$t \cong \frac{R_0}{c},$$

где  $R_0$  — начальный размер мишени,  $c$  — скорость звука в плазме (характерная величина  $R_0 \sim 100$  мкм,  $c \sim 10^7$  см/с,  $t \sim 10^{-9}$  с). Если длительность импульса  $\tau_l < 10^{-9}$  с, то энергия лазерного излучения вкладывается в плазму до начала ее разлета. В случае режима инерциального удержания целесообразно, чтобы разлет плазмы и ее нагрев осуществлялся одновременно, т.к. плотность плазмы при разлете уменьшается и поглощение становится ничтожно мало. Во втором случае при  $\tau_l \sim 10^{-9}$  с характерна нестационарность в нагреве и разлете; для  $\tau_l > 10^{-9}$  с устанавливается квазистационарный режим нагрева и разлета плазмы (нагретая плазма уходит из области нагрева за  $10^{-9}$  с, позволяя лазерному излучению нагревать другие слои плазмы, и т.д.).

Таким образом, использование лазерных источников позволяет получать плотную плазму и использовать ее в качестве источника для осаждения различных материалов. В рамках данной работы мы рассмотрим формирование осаждаемых структур в схеме прямого лазерного переноса материала.

### Задание к работе:

Изготовление наноструктурированных микропленок оксидов и нитридов металлов (титан, никель, серебро и т.д.) осуществляется по механизмам «сверху-вниз» методом лазерной абляции.

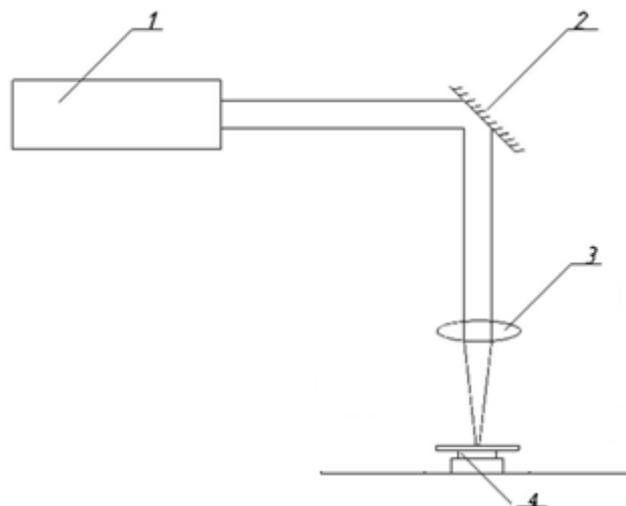


Рис.1.1. Экспериментальная схема: 1- лазер, 2 - поворотное зеркало, 3 - фокусирующая линза, 4 – конструкция, где происходит процесс напыления: показаны последовательно кварцевая подложка-акцептор, керамическая шайба, мишень.

Для получения наноструктурированных пленок выполнить следующий порядок действий.

1. Разместить поверхность мишени в области перетяжки лазерного луча, для получения наиболее интенсивной плазмы при заданной мощности лазерного излучения. Для точного расположения образца использовать прицельный лазер системы.

2. В соответствии с ранее проведенными исследованиями выбирается высота позиционирования холодной подложки от плоскости мишени. Расстояние от плоскости мишени до поверхности подложки являет-

ся управляющим фактором морфологии поверхности осажденного слоя. В общем случае расстояние варьируется в диапазоне от 100мкм до 2.5 мм.

3. В соответствии с видом материала мишени выбирается диапазон мощности воздействия лазерного излучения. Значение мощности может варьироваться в зависимости от требований к осаждаемому слою от 10 до 50Вт.

4. Задается время воздействия (осаждения), что также влияет на толщину осаждаемого слоя и размер сформировавшихся наноструктур от 3с до 15с.

5. Повторить последовательность пп. 1-4 при работе в вакуумной камере.

6. После воздействия холодная подложка маркируется. При помощи оптического микроскопа оценить кольцевые зоны осажденного слоя ( диаметры зон, их ширины).

7. Полученные образцы размещаются в чистом боксе для дальнейшего исследования с использованием растрового электронного и атомно-силового микроскопа.

#### **Контрольные вопросы:**

1. Лазерная абляция.
2. Особенности лазерной плазмы.
3. Прямой и обратный перенос материала.
4. Определение интенсивности лазерного воздействия.
5. Длина свободного пробега частиц в вакууме.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2 «КОНТАКТНЫЙ РЕЖИМ СКАНИРОВАНИЯ АТОМНО-СИЛОВОГО МИКРОСКОПА».

Цель работы: Изучить работу АСМ в контактном режиме и получить изображения поверхности в данном режиме.

### Краткая теория:

Основными элементами микроскопа являются зонд, система регистрации отклонения зонда, пьезосканер, система обратной связи. Типичная схема взаимодействия основных элементов АСМ показана на рис. 2.1.

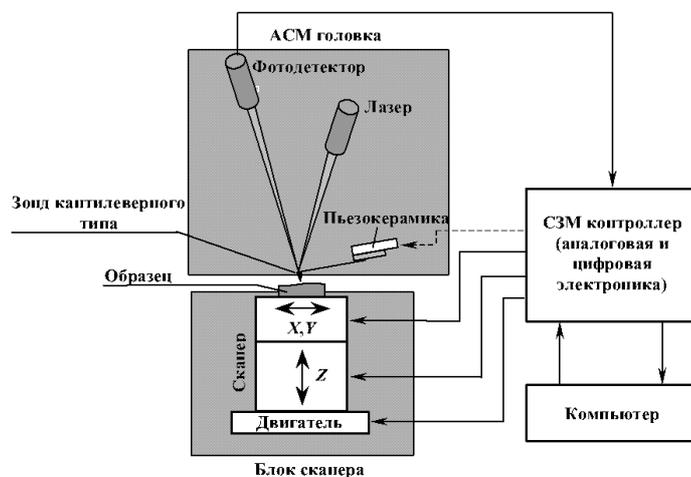


Рис. 2.1 Схема взаимодействия основных элементов микроскопа

Сканирование поверхности осуществляется при помощи пьезосканера, который двигает образец относительно зонда последовательно, строка за строкой (изменяются координаты  $X$  и  $Y$ ). При взаимодействии с поверхностью происходит изменение механического состояния зонда, например, отклонение кантилевера. В процессе сканирования величина отклонения кантилевера (или какого-либо другого параметра взаимодействия) от начально установленного значения измеряется при помощи регистрирующей системы. Сигнал, пропорциональный отклонению, поступает в систему обратной связи, которая управляет положением пьезосканера оси  $Z$ .

Измерительная головка содержит держатель зонда и оптическую систему детектирования его отклонений. Сканирование в приборе Ntegra

Aura осуществляется образцом, поэтому зонд закрепляется на головке жестко, в отличие от систем (конфигурация Smena B), в которых при сканировании перемещается зонд (кантилевер).

Регистрирующая система состоит из источника излучения, позиционно-чувствительного фотоприемника и оптической системы (рис. 2.2). Источником излучения является полупроводниковый лазер (длина волны — 670 нм, мощность — 0.9 мВт). Позиционно-чувствительным фотоприемником является четырехсекционный фотодиод. Оптическая система состоит из фокусирующего объектива и зеркальной поверхности кантилевера.

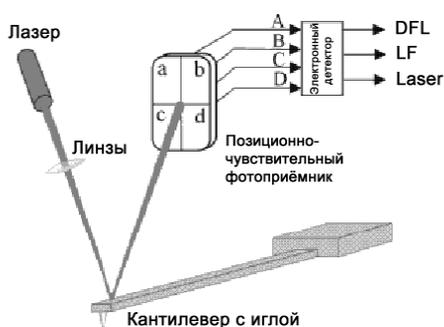


Рис. 2.2. Оптическая схема регистрации отклонения кантилевера



Рис. 2.3. Смещение лазерного пятна при отклонении кантилевера

Луч лазера фокусируется объективом в эллиптическое пятно размером около 50 мкм на обратной стороне кантилевера в районе острия. Отраженный от кантилевера свет попадает на четырехсекционный фотодиод.

Отклонение кантилевера вызывает перемещение лазерного пятна относительно сегментов ( $a, b, c, d$ ) фотодиода (рис. 2.3), что вызывает изменение электрических сигналов ( $A, B, C, D$ ), поступающих с этих сегментов. Сигналы предварительно обрабатываются (усиливаются, складываются и вычитаются), и с выхода регистрирующей системы поступают три сигнала:

1)  $DFL$  — сигнал, пропорциональный отклонению кантилевера в вертикальном направлении.  $DFL$  является разностным сигналом между верхней и нижней (рис. 6.3) половинами фотодиода:  $DFL = (A + B) - (C + D)$ .

2)  $LF$  — сигнал, пропорциональный боковому отклонению луча, который позволяет измерять крутильную деформацию кантилевера.  $LF$  является разностным сигналом между правой и левой (рис. 2.3) половинами фотодиода:  $LF = (A + C) - (B + D)$ .

3)  $LASER$  — сигнал, пропорциональный интенсивности света, отраженного от кантилевера.  $LASER$  является суммарным сигналом от всех четырех сегментов фотодиода:  $LASER = A + B + C + D$ . Данный сигнал используется при юстировке лазера.

Сканер обеспечивает два независимых движения образца относительно кантилевера: сканирование вдоль поверхности образца (в плоскости  $X, Y$ ) и перемещение в направлении, перпендикулярном к поверхности (по оси  $Z$ ). Сканер изготовлен из пьезоэлектрического материала. В микроскопе Smena B и Ntegra Aura используются несколько модификаций сканеров, имеющих некоторые отличия в конструкции и обеспечивающих различное максимальное поле сканирования:  $50 \times 50$  мкм<sup>2</sup> и  $100 \times 100$  мкм<sup>2</sup>. При этом максимальная измеряемая высота — 2,5 мкм и 10 мкм соответственно. Сканер состоит из двух пьезотрубок разного диаметра, вставленных одна в другую. Пьезотрубка меньшего диаметра обеспечивает сканирование в

плоскости образца  $(X, Y)$ , большего — перемещение образца относительно кантилевера по нормали (по оси  $Z$ ).

В контактном режиме кантилевер непосредственно касается острием поверхности образца и работает на отталкивание от поверхности. Сила отталкивания  $F$ , действующая на кантилевер, связана с величиной отклонения кантилевера  $x$  законом Гука:

$$F = -kx \approx -k_0\theta,$$

где  $k$  и  $k_0$  — коэффициенты упругости,  $\theta$  — угол отклонения кантилевера от положения равновесия. Величина отклонения кантилевера в вертикальном направлении измеряется при помощи оптической регистрирующей системы и преобразуется в электрический сигнал DFL. В контактном режиме сигнал DFL используется в качестве параметра, характеризующего силу взаимодействия острия с поверхностью.

Работа микроскопа в режиме поддержания постоянной силы взаимодействия острия с поверхностью образца является основой для измерения топографии поверхности, а также для измерения локальной вязкости и локальной силы трения.

В режиме «постоянной силы» сигнал DFL используется в качестве входного сигнала цепи обратной связи. Перед началом сканирования оператор задаёт некоторое значение силы взаимодействия между образцом и зондом, которое будет поддерживаться в процессе сканирования постоянным (параметр SP). Тем самым он устанавливает определенную величину отклонения кантилевера в подведенном состоянии. Затем происходит подвод образца к зонду с помощью двигателя. Пьезотрубка оси  $Z$  при этом полностью выдвинута, так как цепь обратной связи отработывает не равный нулю сигнал ошибки error. Подвод будет осуществляться до тех пор, пока сигнал DFL не станет равным значению SP, то есть пока сигнал error

не обратится в ноль. В конечном итоге, по окончании подвода, пьезотрубка оси  $Z$  должна быть выдвинута на половину своей длины.

Поддержание заданной величины DFL, равной значению SP, происходит благодаря работе системы ОС. При сканировании величина отклонения кантилевера изменяется из-за рельефа поверхности. Соответственно текущее значение сигнала DFL изменяется относительно уровня SP. В каждой точке поверхности система ОС при помощи сканера перемещает образец относительно зонда по нормали к поверхности таким образом, чтобы вернуть текущую величину DFL к значению SP, т.е. величину отклонения кантилевера к исходной величине. Одновременно сигнал, пропорциональный вертикальному перемещению сканера, через усилитель поступает на аналого-цифровой преобразователь и через интерфейсную плату записывается в память компьютера. Таким образом формируется массив  $\{Z_{ij} \square F = \text{const}, X_i, Y_j\}$ , по данным которого восстанавливается топографический образ поверхности образца.

Наряду с режимом “постоянной силы” часто используется режим “постоянной высоты”, в котором обратная связь отключена (коэффициент усиления обратной связи FB gain — около нуля), поэтому длина пьезотрубки остаётся неизменной. Регистрируется непосредственно разностный сигнал фотодиода, пропорциональный реальному отклонению кантилевера, взаимодействующего с неровностями поверхности. Разностный сигнал с фотодиода записывается в массив  $\{F_{ij} \square Z = \text{const}, X_i, Y_j\}$ , по данным которого формируется изображение сигнала, пропорционального силе, действующей между кантилевером и образцом. В случае, когда образец достаточно жёсткий, получаемое изображение хорошо отображает топографию поверхности. Если предварительно для используемого кантилевера снята зависимость прогиба кантилевера от расстояния между зондом и образцом и если известна константа упругости используемого кантилевера, то изобра-

жение сигнала отклонения кантилевера можно пересчитать в изображение локальной силы, действующей на кантилевер. Такой метод используется преимущественно для исследования кристаллографических атомно-плоских поверхностей при полях сканирования нанометрового масштаба. Благодаря высокой чувствительности и малоинерционности этот метод позволяет получать ангстремное разрешение.

В контактном режиме сканирования кроме измерения топографии можно также исследовать распределение локальной силы трения по поверхности образца. Согласно установившимся понятиям и представлениям данная методика называется “микроскопией латеральных сил”. Данная методика позволяет различать области с различными коэффициентами трения, а также подчеркивать особенности рельефа поверхности. Эти возможности могут быть использованы одновременно с получением рельефа поверхности для более полной характеристики исследуемого образца.

Физическая сущность методики заключается в следующем. Во время сканирования в контактном режиме, кроме отклонения кантилевера, в направлении нормальном к поверхности, возникает дополнительная крутильная деформация кантилевера (рис. 2.4). Угол кручения для небольших отклонений пропорционален боковой (латеральной) силе. Как указывалось выше, оптическая регистрирующая система формирует электрический сигнал  $LF$ , изменение которого пропорционально изменению крутильной деформации кантилевера, поэтому его используют для получения изображения локальной силы трения (рис. 2.5).

При сканировании гладкой поверхности с участками с различными коэффициентами трения угол скручивания меняется на каждом участке. Это позволяет проводить измерения локальной силы трения. Если же поверхность не гладкая, то такая интерпретация затруднена. Для того, чтобы различить участки с различными коэффициентами трения и неоднородно-

сти рельефа необходимо использовать второй проход в противоположном направлении. Кроме того измерения латеральных сил позволяют относительно просто достигать атомарного разрешения на слюде и на других слоистых материалах

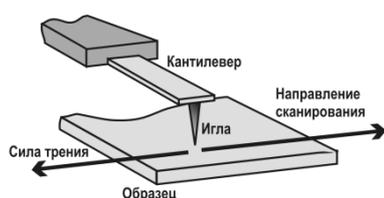


Рис. 2.4. Контактный режим работы

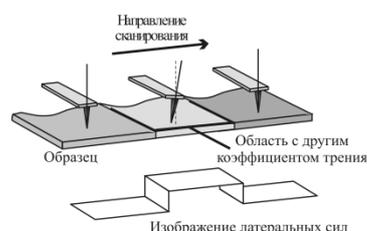


Рис. 2.5. Сканирование в областях с различными коэффициентами трения (сигнал  $LF$ )

Метод Латеральных Сил имеет важное значение при исследованиях полупроводников, полимеров, пленочных покрытий, запоминающих сред, при изучениях поверхностных загрязнений, химических особенностей и фрикционных характеристик, а также постоянно растущий ряд новых применений.

Задание к работе:

1. Установить кантилевер в измерительную головку. Произвести юстировку оптической системы (добиться максимального значения сигнала  $LASER$ ,  $DFL = 0$ ,  $LF = 0$ ).
2. Установить образец №1 из лабораторной работы № 3 в держатель сканера.
3. Настроить микроскоп для работы в контактном режиме ( $Set\ point = 2$ ;  $FB\ gain = 0,5$ ).
4. Произвести подвод образца к кантилеверу.

5. Исследовать топографию в режиме постоянной силы и по методу латеральных сил в двух взаимно перпендикулярных направлениях сканирования. Определить топографию и распределение сил трения по поверхности образца.

6. Отвести образец от зонда на 1,0 мм.

7. Заменить образец №1 из лабораторной работы № 1 на образец №2 в держателе сканера. Повторить пп 3-6.

8. Используя возможности программы обработки полученных данных Image Analysis, представить статистику пространственных характеристик поверхности исследуемых образцов.

9. По результатам работы подготовить отчет.

### **Контрольные вопросы и задания**

1. Сравнить электрические схемы организации обратной связи для режимов «постоянной высоты» и «постоянной силы».

2. Как меняется сигнал DFL при подводе зонда к образцу/образца к зонду.

3. Достоинства и недостатки контактного режимов.

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3 «ПОЛУЧЕНИЕ НАНОЧАСТИЦ МЕТОДОМ ЛАЗЕРНОЙ АБЛЯЦИИ В ЖИДКОСТЬ».**

Цель работы: изучение принципов работы лазера, ознакомление с техникой безопасности при работе лазерными комплексами. Получить коллоидный раствор методом лазерной абляции в жидкость.

#### Краткая теория:

Лазерная абляция с поверхности мишени, когда она помещена в жидкость, позволяет получать коллоидные растворы и формировать на поверхности мишени различные микро– наноструктуры. Формирование та-

ких поверхностных структур происходит за счет высокой температуры и обратного действия давления паров мишени, возникающих из-за оптического пробоя в поле лазерного излучения [14,15]. Действительно, при оптическом пробое формируется парогазовое облако непосредственно над поверхностью мишени, из которого в жидкую среду вылетают микро- наночастицы расплавленного материала [16-19], образуя коллоидный раствор. В зависимости от геометрии эксперимента из него можно осаждать эти частицы на определенную поверхность, в т.ч. и управляемым способом при некоторых дополнительных условиях (например, с помощью квазистатического электрического/магнитного поля).

Для получения упорядоченных подобных структур в работе [20] использовалась многоимпульсная лазерная абляция с перемещающимся лазерным пучком. Данный сканирующий режим позволяет получить на поверхности мишени микрокунусы, период которых растет с увеличением диаметра лазерного пучка на поверхности мишени (рис.3.1). Это является особенностью лазерной абляции материала в жидкостях [20], в отличие от структур, образующихся при лазерной абляции материала в вакууме, для которых период возникающих структур определяется лишь константами самого материала (коэффициент поверхностного натяжения расплава и т.д.).

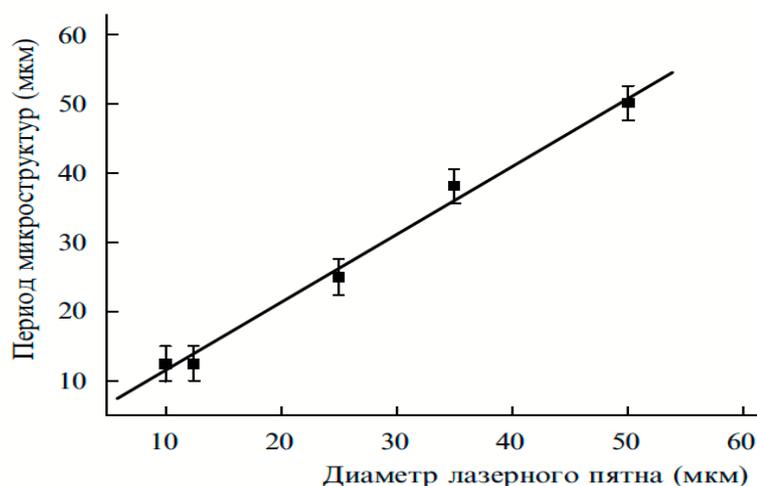


Рис.4. Зависимость периода микроструктур, полученных при лазерной абляции латунной подложки в воде, от диаметра лазерного пятна на поверхности мишени. Плотность энергии излучения около 25 Дж/см<sup>2</sup>.

Рис. 3.1 Зависимость периода микроструктур, полученных методом лазерной абляции латунной подложки в воде, от диаметра лазерного пятна на поверхности мишени. Плотность энергии излучения 25 Дж/см<sup>2</sup>. [20]

Образование наноструктур на поверхности титана, никеля, вольфрама, молибдена при их лазерной абляции в жидкости рассмотрено в работе [21] с использованием пико- и фемтосекундного лазерного излучения. В результате облучения на поверхности мишени были сформированы наноструктуры, поперечный размер которых составляет от 50-200нм в зависимости от материала мишени.

Морфология и плотность расположения полученных наноструктур зависела как от интенсивности падающего излучения, так и от числа и длительности лазерных импульсов, воздействующих на среду (рис.3.2).

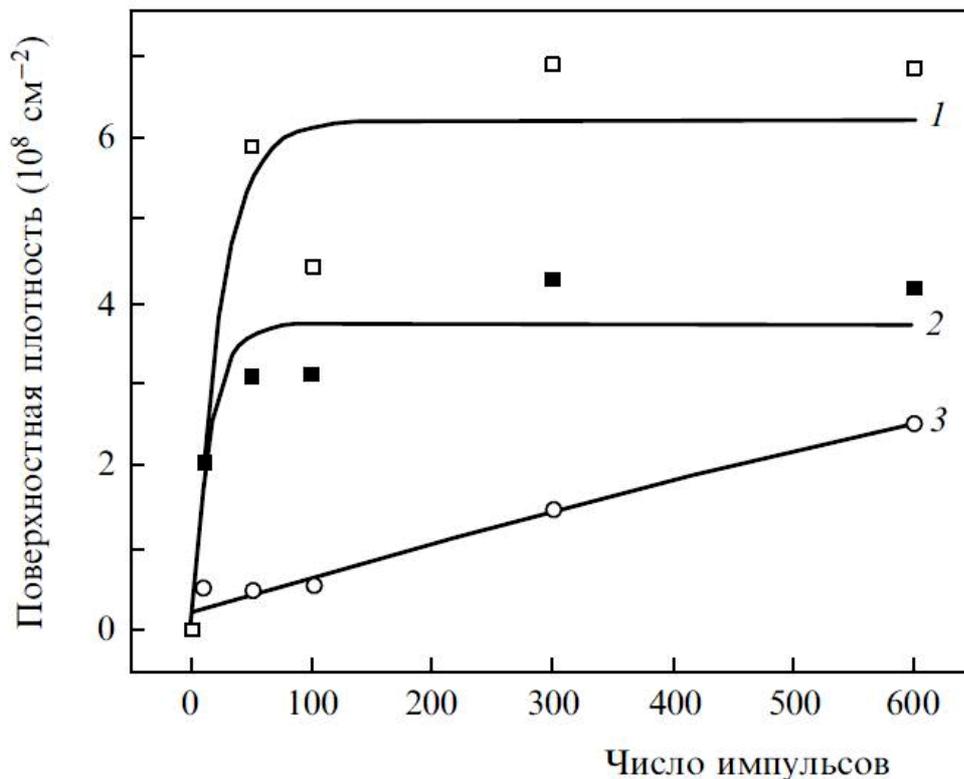


Рис. 3.2. Поверхностная плотность наноструктур на мишени как функция от числа лазерных импульсов для плотностей энергии в импульсе КrF-лазера составляла 1.32 (1), 0.75 (2) и 0.6 (3) Дж/см<sup>2</sup> при абляции в воде; длина волны лазерного излучения – 248 нм и длительность лазерного импульса – 5 пс [21].

При облучении титановой мишени, область лазерного воздействия изменяла цвет. Это было обусловлено плазмонными колебаниями электронов в образованных наноструктурах. При высокой плотности таких наноструктур подложки можно использовать в качестве элементов для прикладных задач: устройств оптоэлектроники и фотоники, например полевых эмиттеров электронов и/или в качестве среды для магнитной записи различной информации.

Получение коллоидных растворов с наночастицами меди и латуни рассмотрено в работе [22]. Наночастицы получались посредством облуче-

ния мишеней в воде, этаноле, ацетоне импульсно-периодическим Nd<sup>3+</sup>:YAG лазером ( $\lambda=1.06$  мкм, длительность импульса – 130нс) и лазером на парах меди ( $\lambda=0.51$  мкм, длительность импульса – 20нс). При этом требования на энергетические характеристики лазерного излучения определяются только условием выбором линзы (плотность энергии) – не менее 200-500 Дж/см<sup>2</sup> в случае Nd<sup>3+</sup>:YAG лазера, а при использовании медного лазера – частотой повторения импульсов 7.5 кГц и средней мощностью около 3 Вт, достигается плотность энергии на поверхности мишени около 30 Дж/см<sup>2</sup>. В результате наночастицы меди в ацетоне имели размер в несколько нанометров и были покрыты диффузной оболочкой из стеклоуглерода. Наличие наночастиц меди с соответствующей оболочкой в этаноле не наблюдалось, поэтому такие наночастицы могут окислиться в атмосфере воздуха. При облучении латунной мишени в воде также образуются наночастицы с оболочкой, которая может состоять из продуктов реакции цинка с водой (например, Zn(OH)<sub>2</sub>).

Таким образом, получение наночастиц в растворах зависит от природы жидкости, в которую помещена мишень, а не от типа лазерного излучения. Повторное облучение такого раствора приводит к уменьшению среднего размера наночастиц [23,24].

Типичная схема эксперимента по получению коллоидных частиц представлены на рис. 3.3.

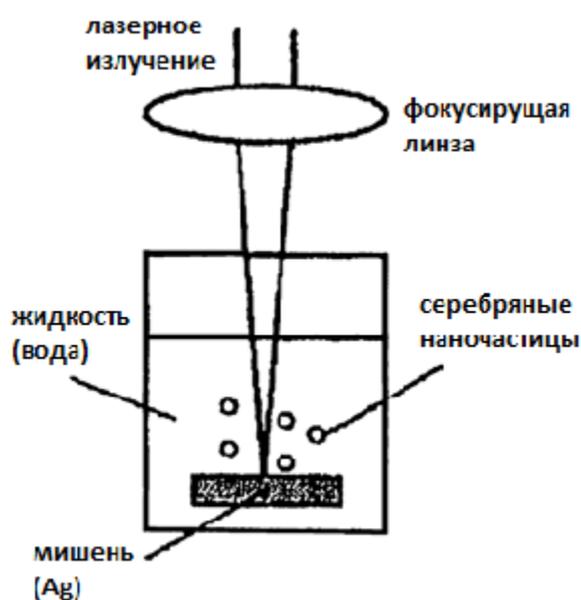


Рис 3.3. Формирование коллоида при лазерном воздействии

Порядок выполнения работы:

1. Ознакомится с техникой безопасности при работе с лазерными комплексами и получить допуск у преподавателя, отметить в журнале по ТБ.
2. Ознакомится с теорией о лазерной абляции.
3. Подготовить мишени в виде пластин стеклогуглерода и золота. В кюветы кварцевого стекла поместить мишени и заполнить растворителем .
4. Поместить кювету в область действия лазерного луча согласно схеме на рис.4. Перед воздействием проверить фокусировку и определить диаметр лазерного пятна в мкм. Записать параметры эксперимента: мощность воздействия, скорость сканирования, время воздействия.
5. В выводах к лабораторной работе определить интенсивность воздействия и описать физические процессы, наблюдаемые в эксперименте.
6. Оформить отчет по лабораторной.

### **Контрольные вопросы.**

1. Требования безопасности перед началом работ с лазерным оборудованием.
2. Требования безопасности во время работ лазерным оборудованием.
3. Требования безопасности по окончании работ с лазерным оборудованием.
4. Лазерная абляция.
5. Основные элементы лазера.
6. Особенности лазерного излучения.

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4 «ИЗМЕРЕНИЕ РАЗМЕРОВ ЧАСТИЦ В КОЛЛОИДНОМ РАСТВОРЕ».**

Цель работы: Измерение размеров частиц в коллоидном растворе методом динамического рассеяния света.

#### Краткая теория:

В данной работе твердую фазу коллоидного раствора необходимо исследовать на анализаторе размеров частиц динамического рассеяния лазерного света Horiba LB-550. Динамическое рассеяние света (ДРС) — представляет собой совокупность таких явлений как изменение частоты (Доплеровский сдвиг), интенсивности и направления движения света прошедшего через среду движущихся (Броуновских) частиц. Размеры измеряемых частиц должны быть такого же порядка, что и длина волны рассеиваемого света. При прохождении пучка света через суспензию происходит его упругое (рэлеевское) рассеяние. В случае ДРС используют лазерное излучение, которое когерентное и монохроматическое. Измеряемой величиной служит т.н. автокорреляционная функция (АКФ), определяемой по

временному изменению интенсивности рассеиваемого излучения:

$$G(t_d) = \frac{1}{N} \sum_i I(t_i)I(t_i - t_d) = \langle I(t)I(t - t_d) \rangle$$

где  $G(t_d)$  - автокорреляционная функция, N- число измерений, выполняемых в момент времени  $t_i$ ,

$I(t_i - t_d)$ - интенсивность рассеивания света после определенного периода времени задержки  $t_d$

Лазерный анализатор предназначен для измерения частиц в диапазоне от 3 нм до 6 микрон. Анализатор использует теорию динамического рассеивания света. На рисунке 4.1. представлена оптическая схема исследования раствора лазерным анализатором частиц.

Принципом исследования является то что, фокусная точка луча лазера расположена как можно ближе к внутренней стенке ячейки. Это сдерживает эффект многократного рассеяния при больших концентрациях пробы и обеспечивает достаточную силу сигнала для проб с большими концентрациями, т.к. рассеянный свет не затухает, проходя через большой объем диспергированной пробы.

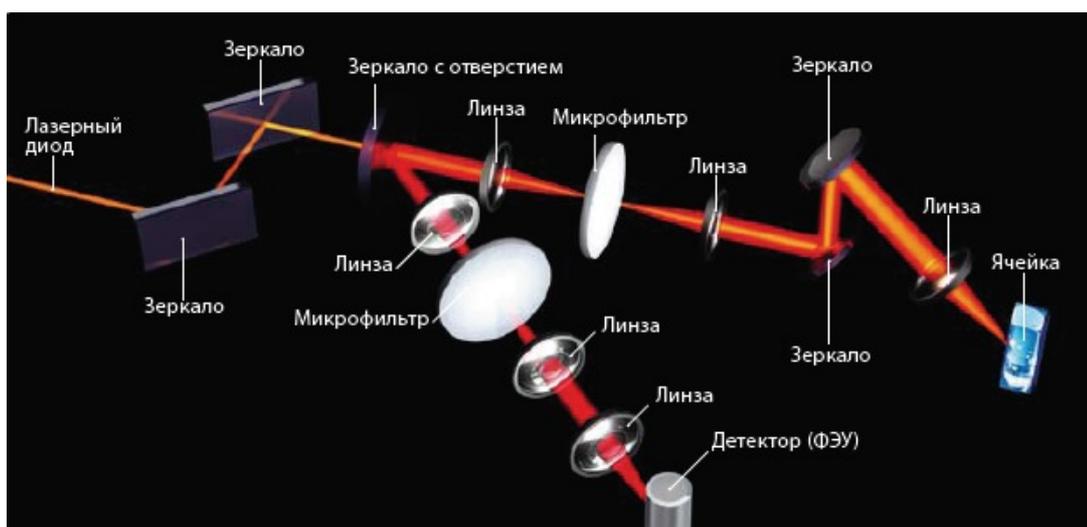


Рисунок 4.1. Оптическая схема работы лазерного анализатора частиц Horiba LB-550.

Угол испускания света в ячейку также контролируется, исключая эффекты рассеяния и отражения света. Это увеличивает соотношение сигнал/шум и позволяет измерять разбавленные пробы. Высокочувствительный детектор ФЭУ определяет мгновенные сигналы от пробы, которые поглощают свет или пробы, которые имеют низкий сигнал рассеяния света. Такой подход обеспечивает широкий диапазон динамической чувствительности, что позволяет измерять высококонцентрированные пробы на той же оптической системе и детектором.

Порядок выполнения работы:

1. Ознакомится с теоретическими основами метода определения частиц в коллоидном растворе по ДРС.
2. Получив результат эксперимента, проведите анализ данных по полученной диаграмме распределения частиц по размерам. Определите оптимальные параметры для лазерного воздействия в лабораторной работе №7.

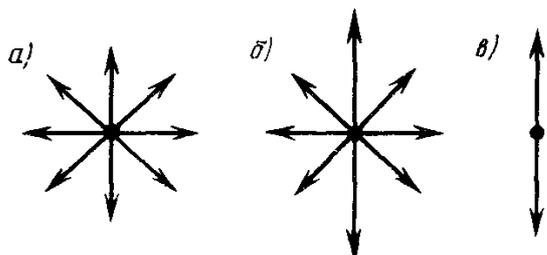
**Контрольные вопросы:**

1. Броуновское движение частиц.
2. Методы определения дисперсности.
3. Доплеровский сдвиг.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 «ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ ПОЛЯРИЗАЦИИ ЛАЗЕРНОГО ЛУЧА НА ЛАЗЕРНУЮ МОДИФИКАЦИЮ ПОВЕРХНОСТИ ТОНКИХ ПЛЕНОК»**

Цель работы: экспериментально изучить явление поляризации лазерного излучения при модификации лазерным излучением поверхности полупроводниковой пленки.

Краткая теория: Естественные и искусственные макроскопические источники света, такие как лампы накаливания, газоразрядные лампы, Солнце и т.д., представляют собой совокупность множества атомных излучателей, которые испускают кванты света независимые друг от друга. Пространственная ориентация электромагнитных векторов  $E$  и  $B$  этих квантов и моменты актов испускания отдельными частицами распределены хаотически.



Поэтому световая волна, излучаемая таким источником, характеризуется быстро изменяющимися колебаниями векторов  $E$  и  $B$ , плоскости которых с рав-

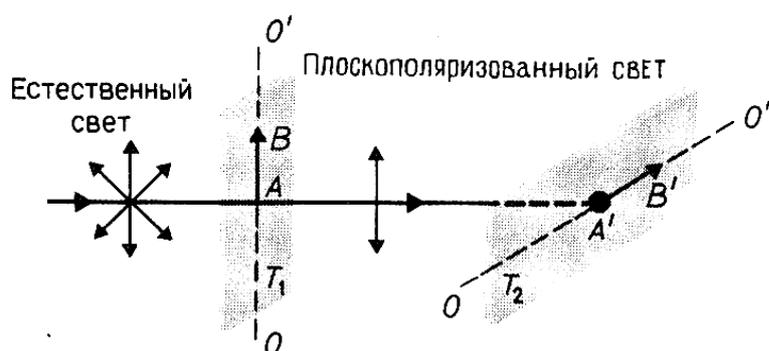
ной вероятностью ориентированы во всевозможных направлениях, перпендикулярных направлению распространения светового луча. Такой свет называется естественным (неполяризованным) и может быть изображен совокупностью векторов  $E$ , расположенных хаотично в сечении, перпендикулярном распространению луча (рис.5.1а). Свет, в котором колебания вектора  $E$  каким-либо образом упорядочены в преимущественном направлении (рис.5.1б) называется частично поляризованным или колеблются в определенной плоскости, называется линейно или плоско-поляризованным (рис.5.1в).

Плоскость, проходящая через направление колебаний светового вектора плоскополяризованной волны и направление распространения этой волны, называется плоскостью поляризации. Плоскополяризованный свет является предельным случаем эллиптически поляризованного света— света, для которого вектор  $E$  (вектор  $H$ ) изменяется со временем так, что его конец описывает эллипс, лежащий в плоскости, перпендикулярной лучу. Если эллипс поляризации вырождается в прямую (при разности фаз  $\varphi$ , равной нулю или  $\pi$ ), то имеем дело с рассмотренным выше плоскополяри-

зованным светом, если в окружность (при разности фаз  $\varphi = \pm\pi/2$ , и равенстве амплитуд складываемых волн), то имеем дело с циркулярно поляризованным (поляризованным по кругу) светом.

Степенью поляризации называется величина 
$$V = \frac{I_{\max} - I_{\min}}{I_{\max} + I_{\min}},$$

$I_{\max}$  и  $I_{\min}$  — максимальная и минимальная интенсивности света, соответствующие двум взаимно перпендикулярным компонентам вектора  $E$ . Естественный свет можно преобразовать в плоскополяризованный, используя так называемые поляризаторы, пропускающие колебания только определенного направления. В качестве поляризаторов могут быть использованы среды, анизотропные в отношении колебаний вектора  $E$ , например кристаллы (турмалин).



При направлении естественного света перпендикулярно пластинке турмалина  $T_1$ , вырезанной параллельно оптической оси  $OO'$ , вращая кристалл  $T_1$

вокруг направления луча, никаких изменений интенсивности прошедшего через турмалин света не наблюдается. Если на пути луча поставить вторую пластинку турмалина  $T_2$  и вращать ее вокруг направления луча, то интенсивность света, прошедшего через пластинки, меняется в зависимости от угла между оптическими осями кристаллов по закону Малюса:  $I = I_0 \cos^2 \alpha$ , где  $I$  и  $I_0$  — соответственно интенсивности света, падающего на второй кристалл и вышедшего из него. Пластинка  $T_1$ , преобразующая естественный свет в плоскополяризованный, является поляризатором. Пластинка  $T_2$ , служащая для анализа степени поляризации света, называется анализатором.

ром.

Интенсивность прошедшего через пластинки света изменяется от минимума (полное погашение света) при  $\alpha = \pi/2$  (оптические оси пластинок перпендикулярны) до максимума при  $\alpha = 0$  (оптические оси пластинок параллельны). Однако, амплитуда  $E$  световых колебаний, прошедших через пластинку  $T_2$ , будет меньше амплитуды световых колебаний  $E_0$ , падающих на пластинку  $T_2$ :  $E = E_0 \cos \alpha$ .

Луч лазера поляризован. В этом можно убедиться с помощью поляризатора, пропускающего колебания только определенного направления. Поляризатор представляет собой пластинку, вырезанную из анизотропного кристалла таким образом, что оптическая ОО располагается в плоскости пластинки.

Наноструктурированное состояние узкозонных полупроводников халькогенидов свинца PbSe (ширина запрещенной зоны  $E_g = 0,29$  эВ), PbTe (0,32 эВ), PbS (0,41 эВ) перспективно для реализации квантово-размерных эффектов в объектах с относительно большими геометрическими размерами в десятки нанометров. Для формирования наноразмерных структур бинарных соединений PbTe, PbSe, PbS и твердых растворов на их основе применяются различные подходы, среди которых важное место занимают лазерные технологии. Известно, что лазерное излучение при различных энергиях квантов ( $\omega\hbar < E_g$ ,  $\omega\hbar > E_g$ ) и в разных режимах облучения эффективно изменяет структурные и электрофизические параметры халькогенидов свинца, в том числе приводит к созданию микро- и наноструктур. При сканировании лазерным лучом по поверхности тонких пленок соединений PbTe, PbSe, PbS возникает эффект перераспределения поверхности в виде кольцевых концентрических периодических структур рельефа поверхности, простирающихся на расстояния в несколько радиусов лазерного пятна от области воздействия. Эти структуры образуются при лазерной обработ-

ке эпитаксиальных пленок селенида свинца в режиме непрерывного облучения при длине волны  $\lambda = 1,06$  мкм ( $\omega\hbar > E_g$ ).

#### Порядок выполнения работы:

1. Разместить поверхность мишени в области лазерного луча. Для точного расположения области взаимодействия лазерного излучения с тонкой пленкой использовать прицельный лазер системы.

2. В соответствии с видом материала мишени выбирается диапазон мощности воздействия лазерного излучения и размер лазерного пятна. Значение мощности может варьироваться в зависимости от требований к получаемому режиму (от твердотельной модификации до плавления) от 10 до 50Вт.

3. Задается время воздействия и скорость сканирования.

4. После воздействия холодная подложка маркируется. При помощи оптического микроскопа оценить кольцевые зоны осажденного слоя ( диаметры зон, их ширины).

5. Ввести в оптическую схему поляризатор. Поворачивая поляризатор вокруг оптической оси ОО, определить поляризацию лазерного излучения по интерференционной картине на экране.

6. Повторить последовательность пп. 1-4. для некоторого положения поляризатора и при повороте оси поляризатора на  $90^0$  относительно этого положения.

#### **Контрольные вопросы и задания.**

1. Поляризованный свет.
2. Угол Брюстера.
3. Поляризационные приборы.
4. Твердофазная модификация поверхности.
5. Схема зон полупроводников.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6 «ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЛИЖНЕГО/ДАЛЬНОГО ПОРЯДКА НАНОСТРУКТУРИРОВАНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ПО РЕЗУЛЬТАТАМ РАСТРОВОЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ»

Цель работы: Ознакомление с устройством, принципами работы и получение навыков использования сканирующего электронного микроскопа на примере установки Quanta 200 3D.

### Краткая теория:

Электронные микроскопы позволяют получать изображения объектов с разрешением, значительно превосходящим возможности их оптических аналогов. Данное преимущество электронных микроскопом основывается на использовании положений теории о волнах де Бройля. В оптических микроскопах предельное пространственное разрешение определяется длиной волны излучения подсветки. Аналогично в электронной микроскопии максимальное пространственное разрешение определяется длиной волны де Бройля электронов, которая в свою очередь зависит от величины ускоряющего напряжения.

Используя известные соотношения, можно определить длину волны де Бройля электронов:

$$\lambda_e = \frac{h}{p_e} = \frac{h}{\sqrt{2m_e E_e}} = \frac{h}{\sqrt{2m_e eU}},$$

где  $\lambda_e$  – длина волны де Бройля электрона,  $h$  – постоянная Планка,  $p_e$  – импульс электрона,  $m_e$  – масса электрона,  $E_e$  – энергия электрона,  $e$  – элементарный заряд,  $U$  – ускоряющее напряжение.

В современных электронных микроскопах используют, как правило, ускоряющие напряжения в диапазоне от 10 кВ до 100 кВ. Очевидно, что предельное пространственное разрешение в таких диагностических

устройствах будет не менее чем в два порядка лучше по сравнению с оптическими микроскопами.

Однако нельзя ориентироваться только на физический предел пространственного разрешения. Необходимо учитывать технические ограничения, накладываемые особенностями функционирования элементов и узлов электронного микроскопа (катода, электростатических линз, магнитных линз и др.). Их влияние достаточно велико. В результате предельное пространственное разрешение большинства сканирующих электронных микроскопов ограничивается десятками ангстрем.

Источником электронов в микроскопах служат специальные катоды. Наиболее простым и распространенным является термоэмиссионный катод. Традиционно такие катоды изготавливались из вольфрама, но в последнее время активно начинают использоваться более эффективные термоэмиссионные катоды из гексаборида лантана  $\text{LaB}_6$ . Еще более эффективными, но дорогими и чувствительными к внешним воздействиям являются катоды, реализующие принципы холодной или термополевой эмиссии.

Управление пучком электронов осуществляется электрическими и магнитными полями с помощью специальных линз. При использовании электростатических линз электрон при попадании в область большего потенциала смещается к нормали к эквипотенциальной поверхности. Это происходит за счет увеличения составляющей его скорости, направленной вдоль нормали к эквипотенциальной поверхности. Если изменить направление градиента электрического поля на противоположно, то электрон будет отклоняться в противоположную сторону.

Принцип фокусировки электронного луча неоднородным магнитным полем короткой катушки основан на том, что сила Лоренца смещает электроны к оси катушки. Изменяя индукцию магнитного поля, можно обеспе-

чить пересечение траекторий всех электронов в определенной точке на оси пучка. Тем самым обеспечивается фокусировка электронного потока.

При столкновении с молекулами газа среды, в которой распространяется пучок электронов, последние изменяют направление своего движения. Это ухудшает качество пучка. Поэтому необходимым условием перемещения электронов в виде пучка на большое расстояние является обеспечение как можно большей средней длины свободного пробега. Это условие выполняется за счет создания в рабочей камере электронного микроскопа вакуума. Для большинства целей, для достижения которых используются электронные микроскопы достаточно поддерживать в рабочей камере вакуум приблизительно  $10^{-4}$  Па.

Общая функциональная схема сканирующего электронного микроскопа на примере установки Quanta 200 3D состоит из четырех основных блока, создающих изображение объекта (рисунок 6.1):

#### 1. Электронная и ионная пушки.

Пушки излучают электроны/ионы (заряженные частицы), ускоряют их до заданной энергии и сводят в пятно малых размеров (кроссовер), из которого пучок расходится под небольшим углом.

#### 2. Система электромагнитных линз.

Данная система осуществляет окончательно формирование пучка электронов и управляет им на пути к поверхности образца.

#### 3. Генератор развёртки.

Сигнал генератора развёртки, управляя отклоняющей системой, перемещает пучок, образуя растр на поверхности образца. Величина напряжения на выходе детектора изменяется при перемещении пучка от точки к точке, поэлементно отображая структуру объекта. Этот сигнал, модулируя яркость точек на экране монитора, создаёт изображение объекта.

#### 4. Детекторы вторичного излучения.

Частицы, соударяясь с образцом, взаимодействуют с его атомами и образуют рентгеновские лучи, электроны и фотоны. Детектор собирает соответствующие частицы, преобразует их в усиленный электрический сигнал, который и отображается на экране монитора компьютера.

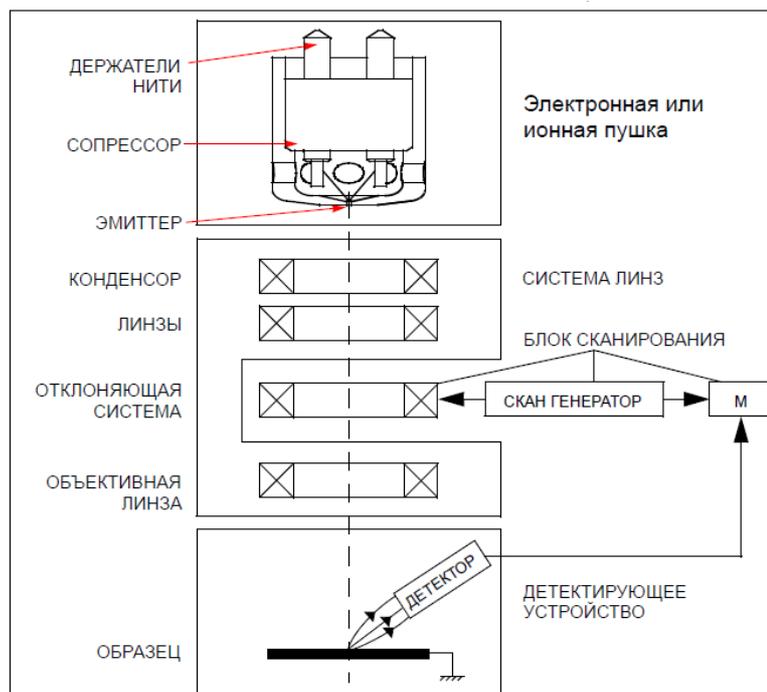


Рисунок 6.1. Общая функциональная схема сканирующего электронного микроскопа на примере установки Quanta 200 3D

#### Порядок выполнения работы.

1. Внимательно ознакомьтесь с устройством и принципом работы электронного микроскопа на основании руководства пользователя СЭМ Quanta 200 3D.
2. Включите сканирующий микроскоп Quanta 200 3D и запустите, запустить программу управления им.
3. Ознакомьтесь с расположением основных командных окон и кнопок интерфейса управления Quanta 200 3D.

4. Установите по очереди исследуемые образцы с лабораторных работ №5 на держателе в рабочей области вакуумной камеры электронного микроскопа.

5. Используя возможности интерфейса управления Quanta 200 3D, установите требуемые режимы вакуума и ускоряющего напряжения.

6. Сфокусируйте электронный пучок на поверхности образца.

7. Выберите на поверхности образца область для исследования.

8. Установите требуемые параметры формирования изображения: увеличение, яркость, контраст, астигматизм и скорость сканирования.

9. Осуществите регистрацию изображения.

10. Используя возможности интерфейса управления Quanta 200 3D, произведите измерения пространственных характеристик поверхности исследуемого образца.

11. Выключите сканирующий микроскоп Quanta 200 3D

12. По результатам работы подготовьте отчет.

### **Контрольные вопросы и задания.**

1. Какие физические принципы определяют высокое разрешение электронного микроскопа?

2. Объясните принципы формирования электронного пучка и управления им.

3. Устройство сканирующего электронного микроскопа Quanta 200 3D: основные функциональные узлы и их назначение.

4. Перечислите основные области применения сканирующих электронных микроскопов.

5. Объясните принципиальные различия в устройстве и принципах работы просвечивающего и растрового электронных микроскопов.

6. Перечислите факторы, определяющие качество изображений получаемых методом электронной микроскопии, и объясните принципы их влияния.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №7 «СТАТИСТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ЭКСПЕРИМЕНТОВ».

Цель работы: ознакомление с основами статистической обработки данных и вычислению погрешностей эксперимента современными методами.

Краткая теория: Для прямых измерений исходными данными для расчёта погрешности  $\Delta x$  являются оценки приборной погрешности

$$\sigma_{xp}: \sigma_{xp}^2 = \sigma_{показ}^2 + \sigma_{отсч}^2 \quad (1)$$

и среднеквадратичной ошибки  $\sigma_{\bar{x}}$  разбр, вызванной разбросом экспериментальных данных:

$$\sigma_{\bar{x}}^2_{разбр} \approx S_{\bar{x}}^2 = \frac{1}{n(n-1)} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 .$$

Приборные погрешности определяются в соответствии с рекомендациями, приведёнными в [25]: ошибка показаний – по классу точности или по паспортным данным прибора с использованием “правила 3 $\sigma$ ”, ошибка отсчёта – по формуле:  $\sigma_{отсч} = d/3$ , где d - шаг округления.

Если одна из величин  $S_{\bar{x}}$  или  $\sigma_{xp}$  превышает другую в три и более раз (соответственно  $S_{\bar{x}}^2$  и  $\sigma_{xp}^2$  различаются на порядок и более), для дальнейших расчётов используют  $\sigma_{xp} \approx S_{\bar{x}}$  большую из них. Если же находят полную дисперсию и среднеквадратичную ошибку:

$$\sigma_{\bar{x}}^2 = \sigma_{xp}^2 + S_{\bar{x}}^2;$$

При использовании величин  $\bar{x}_1$  для дальнейших расчётов косвенно измеря-

$\bar{x}$

емых величин обработка результатов прямых измерений на этом заканчивается. Если же есть окончательный результат эксперимента, нужно найти погрешность  $\Delta x$ , соответствующую заданной доверительной вероятности  $\alpha$ .

В научных статьях, как правило, приводят доверительный интервал "плюс - минус одна среднеквадратичная ошибка":

соответствующий значению  $\alpha = 0,68$ . Такой интервал называют "стандартным" и при указании погрешности часто не приводят значение доверительной вероятности.

В лабораторной практике употребительны значения  $\alpha$ , равные 0,90; 0,95 или 0,99. Способ вычисления погрешности зависит от соотношения между случайной и приборной ошибками и от числа измерений величины  $x$ . Рассмотрим типичные ситуации.

1. В большинстве случаев для вычисления погрешности можно пользоваться распределением Гаусса и находить  $\Delta x$  с помощью функции Лапласа (см. табл. 1) по следующей схеме:

$$\alpha = \Phi(u) \rightarrow u \rightarrow \Delta x = u \sigma_{\bar{x}}$$

Действительно, условием применимости распределения Гаусса является достаточно большое число факторов, влияющих на ошибку результата. Это условие заведомо выполняется,  $(S_{\bar{x}} \gg \sigma_{\text{ин}})$  если преобладают случайные ошибки и число измерений велико ( $n > 5$ ). Если случайные и приборные ошибки одного порядка, то даже при малом числе измерений ( $n \leq 5$ ) количество факторов, влияющих на формирование  $\sigma_{\bar{x}}$ , оказывается достаточно большим (разброс результатов отдельных измерений плюс приборные погрешности). Если преобладают приборные погрешности, часть их не обязательно распределена по нормальному (гауссову) за-

кону. Ошибки округления, например, имеют равномерное распределение. Однако предположение о нормальном распределении совокупной приборной погрешности (1) не приводит к существенным ошибкам при вычислении погрешности.

2. Если преобладают случайные ошибки и число измерений невелико ( $n < 5$ ), погрешность  $\Delta x$  определяют с помощью коэффициентов Стьюдента (табл. 2).

3. Если приборная погрешность превышает остальные, можно в записи результата не указывать доверительную вероятность,  $(S_{\bar{x}} \gg \sigma_{\text{ин}})$  но необходимо указать характер погрешности. Например:  $U = 25,6 \pm 0,8 \text{ В}$  (погрешность - предельная приборная).

Блок-схема расчёта погрешности описанная выше, приведена на рис. 7.1 (автор - Луковников А.И.)

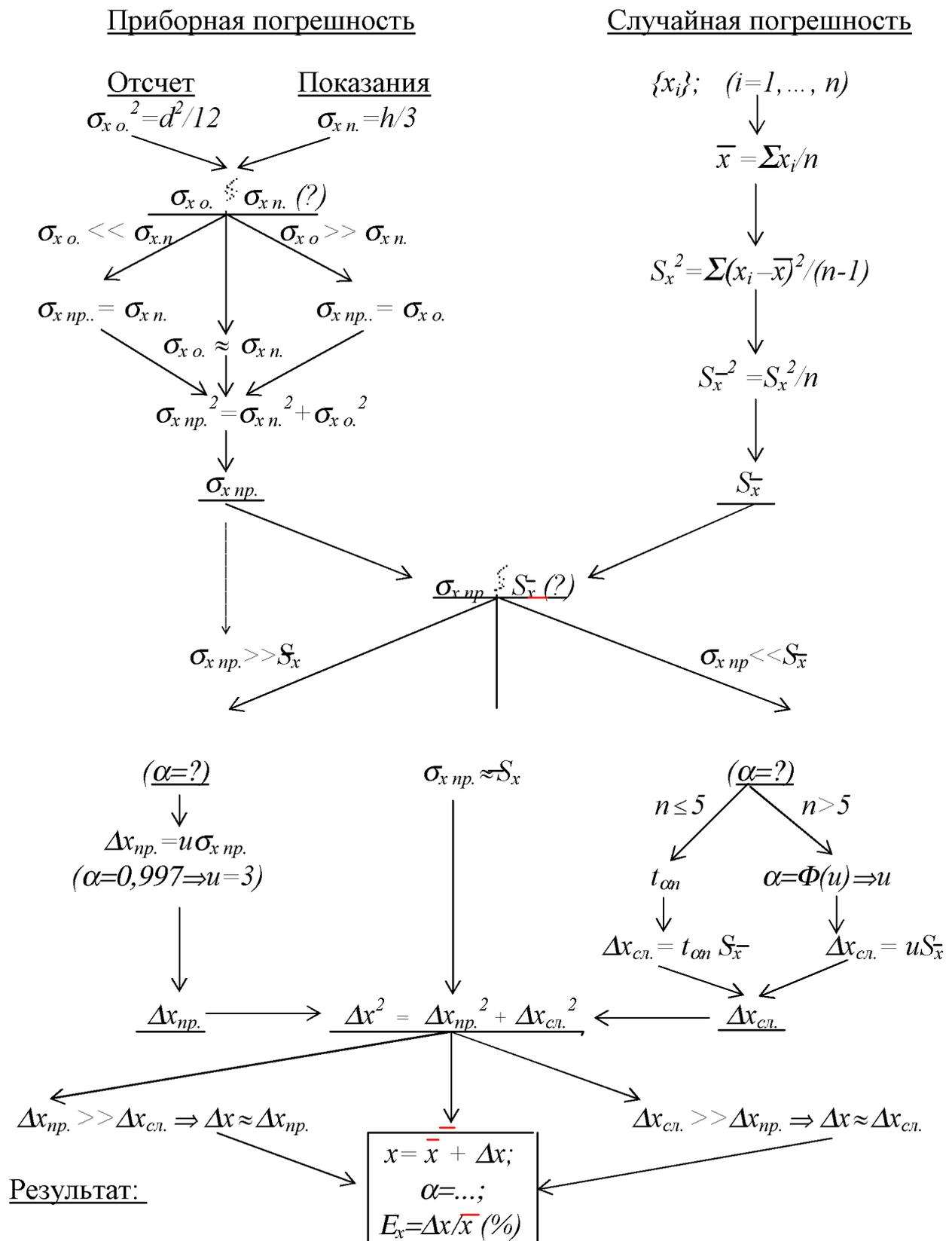


Рис. 7.1 Схема статистического расчета погрешностей и результатов прямого эксперимента. Обозначения:  $d$  - цена деления;  $h$  - предельная прибор-

ная погрешность,  $\sigma_{\text{хо}}$  - погрешность отсчета показания,  $\sigma_{\text{х.пр}}$  - приборная погрешность,  $\Delta x_{\text{сл}}$  - случайная погрешность, остальные обозначения - стандартные.

### Счёт случайных событий

Счёт случайных событий производится в самых разных отраслях науки и техники: статистика отказов оборудования, дорожно - транспортных происшествий, значительная часть экспериментов атомной и ядерной физики и т.д..

Как правило, определяют среднее число событий  $\langle N \rangle$  (например, количество частиц, попавших в счётчик в течение определённого интервала времени  $\tau$ ) или среднюю скорость счёта  $\langle N \rangle / \tau$ . Если события независимы и средняя скорость счёта - постоянна, фактическое число событий  $N$  в течение интервала  $\tau$  является случайной величиной, распределенной по закону Пуассона с дисперсией:

$$\sigma^2 = \langle N \rangle.$$

При  $\langle N \rangle \gg 1$  распределение Пуассона близко к распределению Гаусса, и стандартному доверительному интервалу ( $\alpha = 0,68$ ) соответствует погрешность:

$$\Delta N = \sigma = \sqrt{\langle N \rangle} \approx \sqrt{N}.$$

Относительная погрешность при этом равна:

$$\frac{\Delta N}{N} \approx \frac{1}{\sqrt{N}}$$

и убывает с ростом  $N$ , поэтому в эксперименте стараются получить значение  $N$  как можно большее (как говорят, набирают статистику). Часто един-

ственным способом увеличения  $N$  является увеличение длительности эксперимента  $\tau$ , поэтому нередки эксперименты, длящиеся месяцами, а то и годами (например, при регистрации комического излучения).

В ряде экспериментов ядерной физики помимо интересующих экспериментатора "полезных" числом  $N_0$  событий (например, испускание данным источником частиц данного сорта) счетчик регистрирует и другие, "посторонние" события, называемые фоном (например, частицы другого сорта или другого источника). Число "посторонних" событий обозначим  $N_\phi$ . Нередко  $N_\phi \gg N_0$ , как говорят, фон "забивает" полезный эффект. Можно ли в таких условиях определить  $N_0$ ? Оказывается, можно. Для этого эксперимент проводят дважды: один раз с исследуемым источником считают в течение интервала времени  $\tau_1$  величину  $N_1 = N_0 + N_\phi$ , а второй раз - без исследуемого источника, при этом в течение такого же интервала времени  $\tau_1 = \tau_2$  считают  $N_2 \approx N_\phi$ . Затем из результатов первого эксперимента вычитают результат второго:  $N_0 = N_1 - N_2$

Найдём погрешность  $N_0$ , полагая  $N_0 \gg 1$  и  $N_\phi \gg 1$ . Закон сложения дисперсий даёт  $\sigma_{N_0}^2 = \sigma_{N_1}^2 + \sigma_{N_2}^2 \approx N_1 + N_2 = N_0 + 2N_\phi$ . результат:

$$\delta_{N_0} = \frac{\sigma_{N_0}}{N_0} = \frac{\sqrt{N_1 + N_2}}{N_1 - N_2};$$

Относительная погрешность для стандартного доверительного интервала равна:

$$\alpha = 0,68.$$

Если уровень фона невелик ( $N_\phi \gg N_0$ ), то целесообразно сократить время счёта фона, выбрав  $\tau_2 < \tau_1$ .

Пример. Сколько времени нужно затратить на определение активности источника при средней скорости счёта  $\nu_0 = 5$  квантов в секунду, чтобы отно-

сительная погрешность не превышала  $\delta = 10\%$  при доверительной вероятности  $\alpha = 0,95$ ?

Требуемая погрешность невелика и может быть обеспечена лишь при больших  $N$ , поэтому можно пользоваться табл. 1, с помощью которой находим:

$$\begin{aligned}\Delta N &= 2\sigma_N = 2\sqrt{\langle N \rangle}; \\ \delta &= \frac{\Delta N}{\langle N \rangle} = \frac{2}{\sqrt{\langle N \rangle}}; \\ \langle N \rangle &= \left(\frac{2}{\delta}\right)^2 = 400; \\ \tau &= \frac{\langle N \rangle}{\nu_0} = 80 \text{ с.}\end{aligned}$$

### Косвенные измерения

Пусть интересующая нас величина  $z$  является известной функцией величин  $a, b, c, \dots$  измеряемых непосредственно:

$$z = z(a, b, \dots).$$

По результатам прямых измерений находятся средние значения и погрешности  $\bar{a}, \bar{b}, \dots$  и  $\sigma_{\bar{a}}, \sigma_{\bar{b}}, \dots$ . В качестве наилучшего приближения для  $z$

возьмём:  $\bar{z} = z(\bar{a}, \bar{b}, \dots)$ .

Для определения  $\sigma_{\bar{z}}$  учтём, что при отклонении результатов измерений первичных величин от их истинных значений на малые приращения  $da, db, \dots$  величина  $z$  получит приращение:

$$dz = \frac{\partial z}{\partial a} da + \frac{\partial z}{\partial b} db + \dots$$

Если погрешности измерения различных первичных величин независимы, в правой части имеем сумму случайных независимых величин. Используя закон сложения дисперсий, найдём  $\sigma_{\bar{z}} = \sqrt{\sigma_{\bar{z}a}^2 + \sigma_{\bar{z}b}^2 + \dots}$ ,

$$\left. \begin{aligned} \sigma_{\bar{z}a} &= \left| \frac{\partial z}{\partial a} \right| \sigma_{\bar{a}}, \\ \sigma_{\bar{z}b} &= \left| \frac{\partial z}{\partial b} \right| \sigma_{\bar{b}}, \\ \dots\dots\dots \end{aligned} \right\}.$$

Значения производных находим, как и значение  $z$ , подставляя вместо истинных значений величин их средние экспериментальные значения.

Для выделения максимального вклада в результирующую погрешность следует вначале  $\sigma_{\bar{z}a}, \sigma_{\bar{z}b}, \dots$  найти численные значения сравнить их и лишь затем, если потребуется, воспользоваться формулой.

$$\sigma_{\bar{z}a}, \sigma_{\bar{z}b}, \dots,$$

Если после вычисления окажется,  $\sigma_{\bar{z}}$ , что лишь одна (наибольшая) из этих величин определяет ошибку например, например  $\sigma_{\bar{z}} \approx \sigma_{\bar{z}a}$ , то погрешность  $\Delta z$  определяется через  $\sigma_{\bar{z}}$  и доверительную вероятность так же, как и в случае прямых измерений, т.е. с помощью функции Лапласа или коэффициентов Стьюдента - в зависимости от числа параметров, сформировавших ошибку соответствующей первичной величины. При этом погрешности  $\Delta z$  и  $\Delta a$ , соответствующие заданной доверительной вероятности, связаны соотношением:

$$\Delta z = \left| \frac{\partial z}{\partial a} \right| \Delta a.$$

Если же две или более из величин  $\sigma_{\bar{z}a}, \sigma_{\bar{z}b}, \dots$  дают сравнимые вклады в  $\sigma_{\bar{z}}$ , то общее число измерений величин  $a, b, \dots$ , определяющих  $\sigma_{\bar{z}}$ , оказывается достаточно большим, и поправки, даваемые коэффициентами Стьюдента, несущественны. Соотношение между  $\Delta z$  и полученной оценкой  $\sigma_{\bar{z}}$ ,

определяется нормальным распределением и находится с помощью функции Лапласа (см. прил. 1).

### **Порядок выполнения работы:**

1. Ознакомится с теоретическими основами статистической обработки экспериментальных данных.
2. Получите окончательный результат эксперимента для данных лабораторной работы №2,4, проведите анализ погрешностей.
3. Оформить отчет по лабораторной работе в тетради.

### **Контрольные вопросы и задания**

4. Какое измерение дает наибольший вклад в погрешность результата?
5. Какие погрешности (случайные или приборные) преобладают в эксперименте?
6. Соплассуетса ли результат опыта с теорией или с табличными данными? Если нет, то каковы причины расхождениа? Расхождение будем считать незначительным, если доверительные интервалы сравнимых величин перекрываются.
7. Попробуйте также указать возможные источники систематических ошибок и пути повышения точности эксперимента.

### **ЗАКЛЮЧЕНИЕ**

В современных нанотехнологиях используется достаточно много методов получения наночастиц. Все методы получения наночастиц можно разделить на три группы. Первая объединяет методы механического диспергирования (дробление, прессование и т.д.). Ко второй группе относятся

методы физического диспергирования (распыление расплава, испарение с последующей конденсацией т.д.). К третьей группе относятся методы химического диспергирования, в которых наночастицы получаются в результате химических реакций окисления или восстановления.

Данные методы используют различные механизмы формирования наночастиц: механизм «снизу-вверх» и «сверху-вниз». Эти механизмы отличаются тем, что в первом случае формирование наночастиц связано с процессом зарождения и ростом новой фазы. Во втором случае процесс формирования наночастиц происходит из массивного образца в более мелкие составляющие этого же образца.

В данных методических рекомендациях приводится краткий обзор существующих методов лазерного синтеза наночастиц и структур на их основе; обсуждаются методы их диагностики.

## **РЕКОМЕНДАТЕЛЬНЫЙ БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК**

1. Гусев А.И. Наноматериалы, наноструктуры, нанотехнологии. – М.: ФИЗМАТЛИТ, 2005. - 416 с.
2. Гусев А.И. Нанокристаллические материалы: методы получения и свойства. - Екатеринбург: УроРАН, 1998. - 199с.
3. Суздаев И.П. Нанотехнология: физико-химия нанокластеров, наноструктур и наноматериалов. – М.: КомКнига, 2006. - 592 с.
4. Беленков Е.А., Шабиев Ф.К. Новые углеродные фазы с кольчужной структурой // Известия Челябинского научного центра. – 2006. – №2. – С. 32.
5. Емельянов В.И. Самоорганизация упорядоченных ансамблей наночастиц при лазерно-управляемом осаждении атомов // Квантовая электроника. – 2008. – №6. – С. 36.

6. Kukovitsky E. F., L'vov S. G., Sainov N. A., Shustov V. A. CVD growth of carbon nanotube films on nickel substrates. – 2003. – Т. 215. – Р. 201-208.
7. Чесноков В.В., Буянов Р.А. Особенности механизма образования углеродных нанонитей с различной кристаллографической структурой из углеводородов на катализаторах содержащих металлы подгруппы железа // Информационно-аналитический журнал «Мембраны» серия критические технологии. – 2005. – №4(28). – С. 75-79.
8. Домрачев Г.А. и др. Роль углерода в самоорганизации системы железо-углерод при различном содержании компонентов // Физика твердого тела. – 2004. – Т. 46. – В. 10. – С. 1901-1915.
9. Рыженков Д.И. и др. Наноматериалы – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний. – 2008. – С. 365.
10. [http://www.znaytovar.ru/gost/2/GOST\\_12104083\\_SSBT\\_Lazernaya\\_b.html](http://www.znaytovar.ru/gost/2/GOST_12104083_SSBT_Lazernaya_b.html)
11. Делоне И.Б. Взаимодействие лазерного излучения с веществом: курс лекций. – М.:Наука, 1980. – 280с.
12. Dolgaev S.I., Voronov V.V., Shafeev G.A., Fauquet-Ben Ammar C., Themlin J.-M., Cros A., Marine W. Appl. Surf. Sci., 109-110, 559 (1997).
13. Shafeev G.A., Obraztsova E.D., Pimenov S.M. Appl. Phys. A, 65,29(1997).
14. Sibbald M.S., Chumanov G., Cotton T.M. J. Phys. Chem, 100, 4672(1996).
15. Yeh M.-S., Yang Y.-S., Lee Y.-P., Lee H.-F., Yeh H.-F., Yeh C.-S. J. Phys. Chem. B, 103, 6851 (1999).
16. Takami A., Kurita H., Koda S. J. Phys. Chem. B, 103, 1226 (1999).
17. Link S., Burda C., Nikoobakht B., El-Sayed M.A. J. Phys. Chem. B, 104, 6152 (2000).

18. Казакевич П.В., Симакин А.В., Шафеев Г.А. Образование периодических структур при лазерной абляции металлических мишеней в жидкости // Квантовая электроника. 2005. Т.35. №9. С.831-834.
19. Бармина Е.В., Стратакис Э., Фотакис К., Шафеев Г.А. Генерация наноструктур при лазерной абляции металлов в жидкостях: новые результаты // Квантовая электроника. 2010. Т.40. №11. С. 1012–1020.
20. Казакевич П.В. , Воронов В.В. , Симакин А.В. , Шафеев Г.А. Образование наночастиц меди и латуни при лазерной абляции в жидкости // Квантовая электроника. 2004. Т.34. №10. С. 951–956.
21. Simakin A.V., Voronov V.V., Shafeev G.A., Brayner R., Bozon-Verduraz F. *Chem .Phys. Lett.*, 348, 182(2001)
22. Kurita H., Takami A., Kada S., *Appl. Phys. Lett.*, 72(7),789(1998).
- 23.

Приложение 1

Таблица 1

Значения функции Лапласа

$u = \frac{\Delta x}{\sigma_x}$	$\alpha = \Phi(u)$	$u$	$\Phi(u)$
0	0		
0,5	0,383	2,5	0,988
1,0	0,683	3,0	0,997
1,5	0,866	3,5	0,9995
2,0	0,954	4,0	0,99994

Таблица 2

Коэффициенты Стьюдента  $t_{\alpha, n}$

$\alpha \backslash n$	0,2	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,95	0,98	0,99	0,999
2	0,33	0,73	1,00	1,38	2,0	3,1	6,3	12,7	31,8	63,7	636,6
3	0,29	0,62	0,82	1,06	1,3	1,9	2,9	4,3	7,0	9,9	31,6
4	0,28	0,58	0,77	0,98	1,3	1,6	2,4	3,2	4,5	5,8	12,9
5	0,27	0,57	0,74	0,94	1,2	1,5	2,1	2,8	3,7	4,6	8,6
6	0,27	0,56	0,73	0,92	1,2	1,5	2,0	2,6	3,4	4,0	6,9
7	0,27	0,55	0,72	0,90	1,1	1,4	1,9	2,4	3,1	3,7	6,0
8	0,26	0,55	0,71	0,90	1,1	1,4	1,9	2,4	3,0	3,5	5,4
9	0,26	0,54	0,71	0,90	1,1	1,4	1,9	2,3	2,9	3,4	5,0
10	0,26	0,54	0,70	0,88	1,1	1,4	1,8	2,3	2,8	3,3	4,8
15	0,26	0,54	0,69	0,87	1,1	1,3	1,8	2,1	2,6	3,0	4,1
20	0,26	0,53	0,69	0,86	1,1	1,3	1,7	2,1	2,5	2,9	3,9
25	0,26	0,53	0,69	0,86	1,1	1,3	1,7	2,1	2,5	2,8	3,7
30	0,26	0,53	0,68	0,85	1,1	1,3	1,7	2,0	2,5	2,8	3,7
40	0,26	0,53	0,68	0,85	1,1	1,3	1,7	2,0	2,4	2,7	3,6
60	0,25	0,53	0,68	0,85	1,0	1,3	1,7	2,0	2,4	2,7	3,6
120	0,25	0,53	0,68	0,85	1,0	1,3	1,7	2,0	2,4	2,6	3,4
$\infty$	0,25	0,52	0,67	0,84	1,0	1,3	1,6	2,0	2,3	2,6	3,3