



Міністерство освіти і науки України
Сумський державний університет

Методичні вказівки
до виконання практичних робіт з курсу
«Сучасні експериментальні методи дослідження
властивостей матеріалів в прикладній фізиці
та наноматеріалознавстві»
для аспірантів спеціальності
105 Прикладна фізика та наноматеріали

Суми
Сумський державний університет
2022

Методичні вказівки до виконання практичних робіт з курсу «Сучасні експериментальні методи дослідження властивостей матеріалів в прикладній фізиці та наноматеріалознавстві» / укладач: І. О. Шпетний. – Суми : Сумський державний університет, 2022 – 33 с.

Кафедра електроніки, загальної та прикладної фізики

ВСТУП

Отримання наноструктур, низькорозмірних систем і нових наноструктурованих матеріалів із заданими властивостями, призначених для застосування в сучасній електроніці, потребує розробки нових та удосконалення діючих діагностичних методів. У наш час розроблено ряд методів дослідження властивостей матеріалів в прикладній фізиці та наноматеріалознавстві. До кола їх завдань входить одержання і накопичення знань про склад речовин, їх структуру, фізико-хімічні властивості та процеси, що в них відбуваються. До таких методів відносять методи електронної мікроскопії (ПЕМ, РЕМ), спектральні методи (РМА, ОЕС, РОР), методи мас-спектрометричного аналізу тощо.

Сучасні методи дослідження фізичних властивостей матеріалів швидко розвиваються, застосовують достатньо складний апарат для інтерпретації експериментальних даних, використовують складну фізичну апаратуру.

Для дослідження поверхні твердих тіл часто використовують спектральні методи, засновані на аналізі енергетичних спектрів відбитих випромінювань, що виникають при опроміненні досліджуваного матеріалу електронами, іонами або фотонами. Таких методів у наш час відомо кілька десятків. Однак не всі із них мають переважне або особливе застосування в області дослідження наноматеріалів. Так, наприклад, широко відомий метод рентгеноспектрального мікроаналізу при кількісному аналізі має діаметр аналізованої ділянки на зразку не менше 1-2 мкм, а метод рентгенівської фотоелектронної спектроскопії - навіть 2-10 мм. Це викликає потребу розглянути ряд методів, які з одного боку - за своїми можливостями становлять інтерес саме для вивчення наноматеріалів, а з іншого боку - є найбільш ілюстративними й досить широко використовуваними.

Практична робота № 1

Дослідження структурного стану тонких металевих плівок методом просвітлювальної електронної мікроскопії

Мета роботи – дослідити структурний стан тонких металевих плівок методом просвітлювальної електронної мікроскопії, побудувати гістограми розподілу розміру гранул та кристалів.

Загальна інформація. Структурний стан матеріалів визначає їх фізичні властивості. Одні і ті ж матеріали, знаходячись у різному структурному стані (аморфному, моно- або полікристалічному) проявляють по різному магнітні, магніторезистивні, електрофізичні, механічні та інші властивості. Наприклад, від розміру кристалів (у випадку суцільних плівок) або від розміру гранул магнітного матеріалу, що знаходяться у матриці з немагнітного матеріалу (у випадку гранульованих наноматеріалів) через залежність їх магнітоопору від площі поверхні розсіювання залежать їх магнітотранспортні властивості. Також, розмір гранул визначає магнітні властивості наноматеріалів.

Для отримання інформації про структурний стан матеріалів необхідно будувати гістограми залежностей розміру кристалів або гранул від їх кількості на певній ділянці площі зразка. Для цього, використовуючи знімок структури, отриманий методом просвітлювальної електронної мікроскопії, будують вищезазначені гістограми. Приклад гістограми приведений на рис.1.

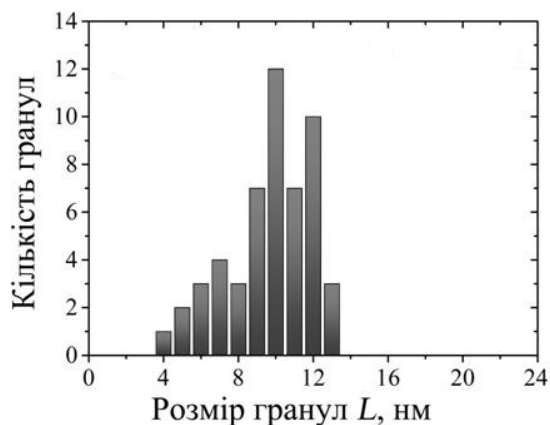


Рис.1. Гістограма розподілу розміру гранул Co у тонкоплівкових гранульованих сплавах на основі Co і Ag

Для обробки зображень структури (рис. 2) плівок можна використовувати спеціальні програми, наприклад, Image Tool або ImageJ.

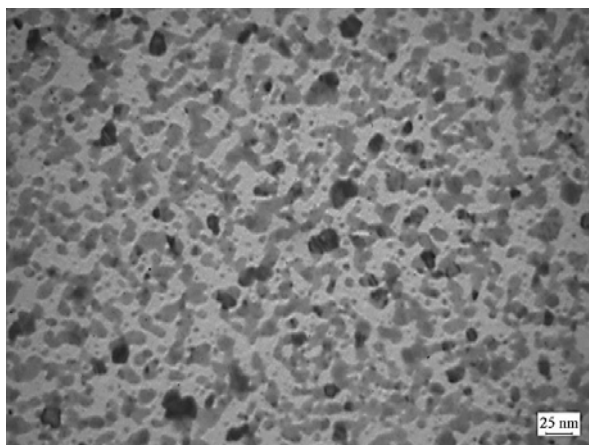


Рис. 2. Мікрознімок від плівки рутенію, отриманий за допомогою просвітлювального електронного мікроскопа

Розглянемо більш детально алгоритм вимірювання розмірів частинок (гранул, кристалів) за допомогою програми ImageJ.

ImageJ це загальнодоступна, заснована на мові Java програма для аналізу та обробки зображень, розроблена в National Institutes of Health. ImageJ був створений з відкритою архітектурою, що забезпечує розширюваність за допомогою плагінів Java, а також макросів, що записуються. Користувальницькі модулі отримання, аналізу та обробки можуть бути написані за допомогою вбудованого редактора ImageJ та Java компілятора. Плагіни, написані користувачами уможливають вирішення багатьох завдань аналізу та обробки зображень, дозволяють проводити тривимірну візуалізацію в діапазоні від клітин до рентгенологічних зображень, проводити автоматичні порівняння аж до створення автоматизованих систем вивчення, наприклад, у гематології. Архітектура плагінів ImageJ та вбудована в програму система розробки робить цю платформу дуже популярною для роботи та викладання аналізу та обробки зображень.

У меню File (рис. 3) необхідно відкрити зображення – мікрознімок. Зображення повинно бути збережено в наступних форматах – tiff, jpeg, bitmap, psx, png або raw.

Для отримання інформації про розмір кристалів або гранул необхідно провести калібровку області зображення. Проводимо лінію

відомої нам довжини і в меню настройки (Analyze) вибираємо SetScale. В якості такої лінії вибираємо маркер, зазвичай знаходиться в правому нижньому кутку мікрофотографії. У діалоговому вікні (див. рис. 4) вводимо потрібну розмірність і задаємо довжину лінії.

Після того як проведена калібрування зображення, потрібно налаштувати зображення для подальшого вимірювання. Після цього можна перейти безпосередньо до вимірювання. На вкладці Analyze вибираємо Analyze Particles і в діалоговому вікні вказуємо потрібні нам параметри за якими будуть проводитися вимірювання (див. рис. 5).

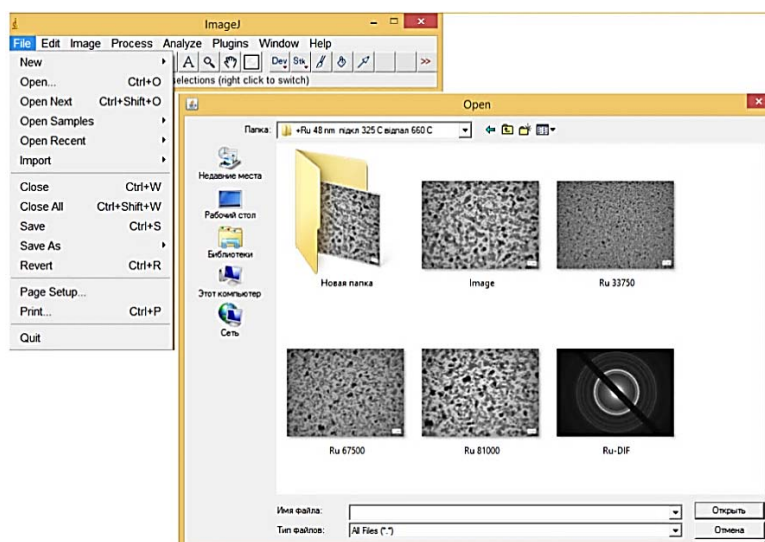


Рис. 3. Відкриття графічного файлу

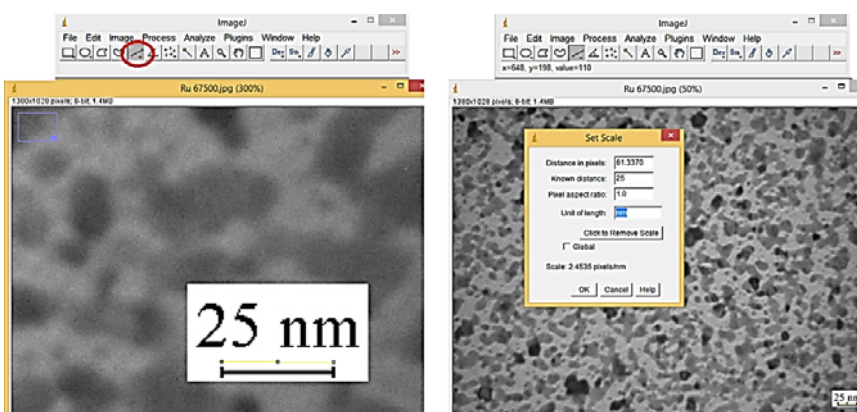


Рис. 4. Калібровка області зображення

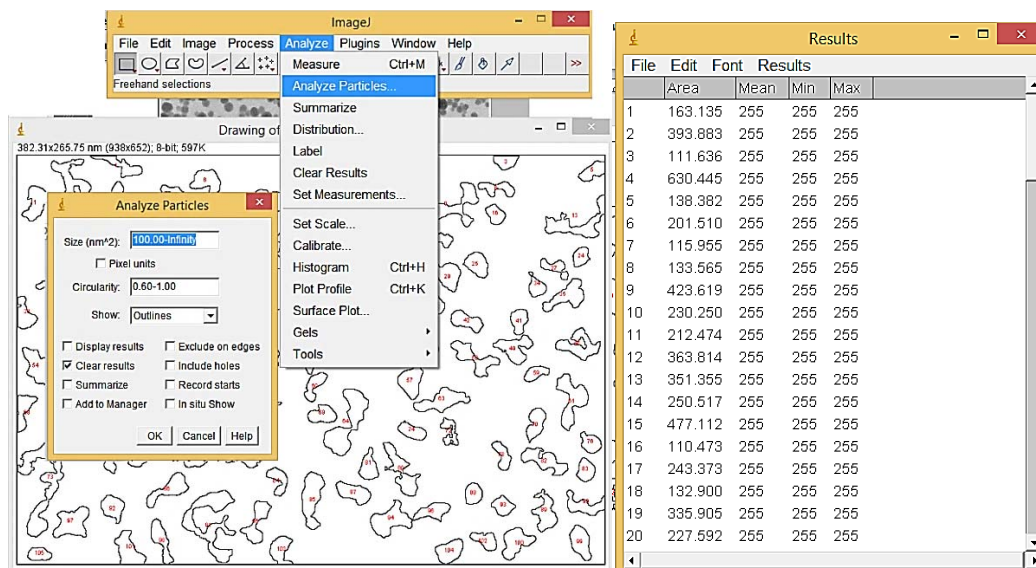


Рис. 5. Визначення розміру частинок та вікно збереження інформації

Результати вимірювань зберігаються в окремому вікні, автоматично розраховується середня площа частинок, а також стандарт невідхилення (рис. 5). Для подальших розрахунків отримані результати можна скопіювати в будь-яку програму обробки даних – Excel, Origin, Statistica і т.д.

За допомогою цих програм можна розрахувати середній діаметр, так як ми отримуємо площу частинок, які мають форму близьку до сферичної, з формули:

$$s = 2\pi r^2, \quad (1)$$

де s – площа;

r – радіус.

Після підрахунку всіх частинок за обраним мікроснімком необхідно зберегти отримані дані і перейти до наступного знімку, відкривши новий файл. При цьому якщо масштаб нових зображень відрізняється, то необхідно провести знову калібрування області зображення.

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. Переглянути відео з інструкцією про роботу програми ImageJ [1].
2. Запустити програму ImageJ.

3. Завантажити файл з зображенням структури плівки та з допомогою програми ImageJ знайти розміри кристалів (гранул).
4. Побудувати таблицю залежності розмірів кристалів (гранул) від їх кількості.
5. Побудувати гістограму залежності розподілу розміру кристалів (гранул) від їх кількості.

КОНТРОЛЬНІ ПИТАННЯ

1. Назвати та коротко охарактеризувати спеціалізовані програми для побудови гістограм.
2. Описати детально алгоритм вимірювання розмірів частинок (гранул, кристалів) за допомогою програми ImageJ.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Imagej Tutorial : How to Set scale bar in micro-structure using imagej [Електронний ресурс]. – Режим доступу: https://www.youtube.com/watch?v=YqOk0grW9v4&ab_channel=Mjay.
2. Collins T.J. ImageJ for microscopy // BioTechniques. – 2007. – Vol. 43, N. 1. – P. 25–30.

Практична робота № 3

Електронографічне дослідження кристалічної структури тонких металевих плівок з кубічною ґраткою методом електронографії

Мета роботи – вивчити методику розшифрування електронограм від полікристалічних зразків металів кубічної сингонії.

Загальна інформація. Для дослідження фазового складу плівкових матеріалів використовується метод електронографії. В основі електронографії лежить чотири основні формули. Перша із них - рівняння Бреггів - співвідношення (1).

$$2 d_{hkl} \sin \Theta = n \lambda, \quad (1)$$

де n – порядок відбиття (в електронографії $n = 1$).

Друге співвідношення пов'язує між собою діаметри кілець (D_{hkl}) і міжплощинні відстані (d_{hkl}) за допомогою т.зв. сталої приладу $C = 2\lambda L$. Для отримання цього співвідношення скористаємося геометрією рис. 1, із якої витікає, що

$$\operatorname{tg} 2\Theta = \frac{R_{hkl}}{L}.$$

Оскільки кути θ в електронографії мають малі величини (до 4°), то

$$\operatorname{tg} 2\Theta \cong 2 \sin \Theta \cong 2\Theta = \frac{R}{L}.$$

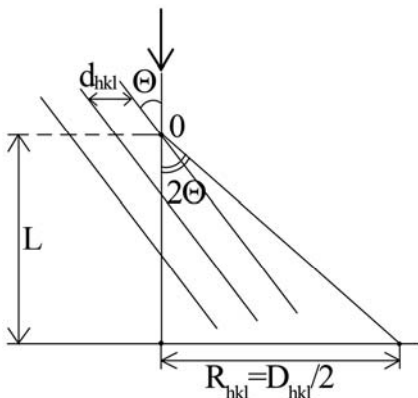


Рис. 1. До отримання співвідношення для сталої приладу

Поряд з цим співвідношення (1) можна спростити до виду:

$$d_{hkl} 2\Theta \cong n\lambda \Rightarrow 2\Theta \cong \frac{n\lambda}{d_{hkl}}.$$

Маючи два вирази для 2θ , можна записати для випадку $n = 1$:

$$2R_{hkl}d_{hkl} \cong 2L\lambda = C,$$

або через діаметр даного кільця:

$$D_{hkl}d_{hkl} \cong 2L\lambda = C, \quad (2)$$

де C - стала приладу, оскільки не залежить від номера дифракційного кільця.

Оскільки L по своїй суті це фокусна відстань лінзи, яка може змінювати свою величину в залежності від умов фокусування, то формула (2) дає не точне значення сталої C . Тому більш коректно і правильно буде розрахувати C використовуючи т.зв. еталон.

У залежності від необхідної точності знаходження d_{hkl} як еталон можна використовувати рекристалізовану (відпалену) плівку Al (товщина – 30 – 40 нм), що забезпечить Δd_{hkl} близько $\pm 0,002$ нм (якщо цей еталон буде нанесений на зразок, то можна досягти $\Delta d_{hkl} = \pm 0,001$ нм).

Більш високоточним є еталон із MgO , $NaCl$, $TlCl$. Для усіх еталонів загальною вимогою є точна інформація про d_{hkl} і їх слабку залежність від товщини зразка і розміру кристалітів. При нанесенні цих еталонів на зразок (одночасна зйомка електронорами) можна досягти максимальної точності $\Delta d_{hkl} = \pm 0,0005$ нм (це т.зв. прецезійне вимірювання d_{hkl}).

Оскільки співвідношення (2) має загальний характер безвідносно до зразка, то її можна переписати таким чином:

$$C = D_{hkl}^0 \cdot d_{hkl}^0, \quad (2)$$

де індекс "нуль" означає еталон.

Таблиця 1 ілюструє методику розрахунків C .

Таблиця 1 – Визначення сталої приладу за допомогою еталона із плівки Al

№ п/п	D_{hkl}^0	hkl	d_{hkl}^0	$D_{hkl}^0 d_{hkl}^0, \text{м} \cdot \text{нм}$
1	...	111	0,2338	...
2	...	200	0,2025	...
3	...	220	0,1432	...
4	...	311	0,1221	...
				$\overline{C} = \dots$

Зауважимо, що вимірювання діаметрів D_{hkl}^0 необхідно здійснювати з якомога високою точністю (наприклад, $\pm 0,1$ нм). Для цього використовуються спеціальні прилади – компаратори, мікрофотометри та ін.

Таким чином, знайшовши сталу приладу, ми пройшли перший етап фазового аналізу. Другим етапом буде розрахунок d_{hkl} невідомого зразка на основі вимірювання D_{hkl} за допомогою отриманої електронограми і формули:

$$d_{hkl} = \frac{C}{D_{hkl}}. \quad (2')$$

Третій етап найбільш складний, оскільки на ньому вирішується основна задача фазового аналізу - встановлення типу кристалічної ґратки і індексів Міллера (hkl) для усіх ліній. На рис.2 приведено електронограми від різних типів ґраток. Для розрахунку міжплощинної відстані необхідно скористатися формулами для т.зв. квадратичних форм (одна із цих форм буде являти собою третю формулу електронографії, співвідношення (3)).

Для кожної із семи кристалографічних сингоній квадратичні форми зовні відрізняються, хоча фізична суть у них однакова – це пов'язати між собою величини d_{hkl} , параметрів a_{hkl} і c_{hkl} та індекси Міллера.

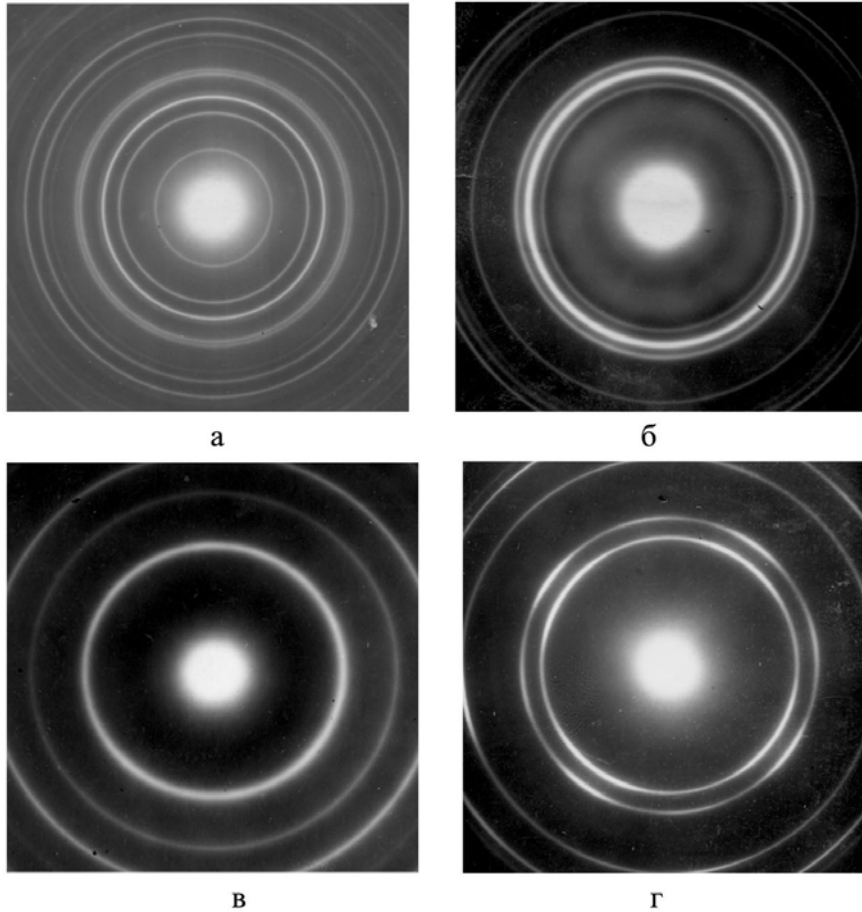


Рис. 2. Електронограми від різних ґраток кубічної сингонії: а, б – ПК (Cr_2O_3 і CrO_3); в – ОЦК (Cr); г – ГЦК (Ni)

Для найбільш простих сингоній квадратичні формули мають такий вигляд:

$$\begin{aligned} \frac{1}{d_{\text{hkl}}^2} &= \frac{h^2 + k^2 + l^2}{a_{\text{hkl}}^2} && \text{(кубічна сингонія)} \\ \frac{1}{d_{\text{hkl}}^2} &= \frac{h^2 + k^2}{a_{\text{hko}}^2} + \frac{l^2}{c_{\text{ool}}^2} && \text{(тетрагональна сингонія)} \\ \frac{1}{d_{\text{hkl}}^2} &= \frac{4}{3} \frac{h^2 + k^2}{a_{\text{hko}}^2} + \frac{l^2}{c_{\text{ool}}^2} && \text{(гексагональна сингонія)} \end{aligned} \quad (3)$$

Знаючи d_{hkl} можна розрахувати параметр ґратки a .

Оскільки кінцевою метою фазового аналізу є не тільки установлення типу кристалічної ґратки, а і розрахунок їх параметрів, то четвертою формулою слід вважати варіанти (4), а саме:

$$a_{hkl} = d_{hkl} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (\text{кубічна сингонія})$$

$$a_{hk0} = d_{hk0} \sqrt{h^2 + k^2} \quad i \quad c_{00l} = l \cdot d_{00l} \quad (\text{тетрагональна сингонія}) \quad (4)$$

$$a_{hk0} = 2d_{hk0} \frac{\sqrt{3}}{3} \sqrt{h^2 + k^2} \quad i \quad c_{00l} = l \cdot d_{00l} \quad (\text{гексагональна сингонія})$$

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. За наданою електронограмою від еталону (плівки Al) знайти сталу приладу (табл. 1).
2. Виміряти діаметри кілець з електронограми, отриманої від плівки невідомого металу.
3. Встановити тип ґратки.
4. Розрахувати міжплощинні відстані.
5. Розрахувати параметр ґратки та дати висновок про метал, електронограму від якого було розшифровано з використанням методу електронографії.

ЛІТЕРАТУРА

1. Проценко І.Ю., Чорноус А.М., Проценко С.І. Прилади і методи дослідження плівкових матеріалів – Суми: СумДУ, 2020. – 270 с.
2. В.В. Загородній. Локальні методи досліджень: підручник. - Київ: КПІ, 2019. - 323 с.

Практична робота № 4

Застосування програми Nova для обробки зображення морфології поверхні методом атомно силової мікроскопії на приладі Solver PRO

Мета роботи – освоїти методику дослідження морфології поверхні плівок методом атомно силової мікроскопії.

Загальна інформація.

Дослідження морфології поверхні плівок та вивчення впливу магнітних полів на структурні їх характеристики можна виконувати на скануючому зондовому мікроскопі Solver Pro (рис. 1) [1] фірми НТ-МДТ. Дана модель призначена для проведення досліджень морфології поверхні, структурних характеристик та магнітних властивостей матеріалів у зовнішніх магнітних полях величиною до $H_{\text{макс}}=1$ кЕ, спрямованих уздовж площини зразка.

Скануючий зондовий мікроскоп моделі Solver PRO призначений для проведення досліджень морфології поверхні методами скануючої, тунельної та магнітосилової мікроскопії.

Модель Solver PRO дозволяє проводити вимірювання з використанням наступних методів:

- атомно-силова мікроскопія;
- мікроскопія латеральних сил;
- метод відображення фази;
- метод модуляції сили;
- відображення адгезійних сил;
- магнітно-силова мікроскопія;
- електро-силова мікроскопія;
- скануюча ємнісна мікроскопія;
- метод зонда кельвіна;
- відображення опору розтікання;
- струмова АСМ літографія;
- силова АСМ літографія.

На рис. 1 представлені основні функціональні пристрої, що входять до складу приладу:

- блок підведення;

- вимірювальна голівка;
- віброзахисна платформа;
- система відеоспостереження;
- СЗМ контролер;
- генератор магнітного поля;
- система водяного охолодження;
- блок живлення електромагніта.

Особливістю моделі Solver PRO є те, що всі металеві частини вимірювальної голівки й блоку підведення й сканування виконані з немагнітних матеріалів. Це дозволяє уникнути зміни положення зонда при вмиканні/вимиканні, а також зміни напрямку магнітного поля. Для створення магнітного поля в Solver MFM передбачений генератор магнітного поля. Охолодження електромагніта виробляється за допомогою системи водяного охолодження. Система водяного охолодження складається з рідинного термостата і шлангів водяного охолодження.

При дослідженнях методом атомно-силової мікроскопії застосовують кантилевери марки NSG01. Аналіз отриманих зображень морфології поверхні плівок дозволяє стверджувати, що завдяки віброзахисній платформі та плавному вмиканню джерела магнітного поля вдається уникнути зсуву досліджуваної ділянки.

Під час вимірювань потрібно підібрати контрольні точки на поверхні зразка, щоб забезпечити сканування тієї ж області. Керування приладом Solver Pro та обробка результатів дослідження структури поверхні плівкових зразків методом СЗМ здійснюють з використанням програми Nova. Проведені дослідження дозволяють встановити основні закономірності впливу магнітного поля на такі характеристики поверхні гранульованих магнітних плівок як середня арифметична R_a та середня квадратична R_q шорсткості поверхні, ентропія зображення, максимальна та мінімальна висота піків. На рис.2 приведено діалогове вікно програми Nova.



Рис. 1. Загальний вигляд Solver PRO MFM [1]:

1 – блок живлення електромагніту; 2 – термостат; 3 – система відеоспостереження; 4 – віброзахисна платформа; 5 – СЗМ контролер; 6 – вимірювальна голівка; 7 – генератор магнітного поля; 8 – блок підведення і сканування; 9 – платформа

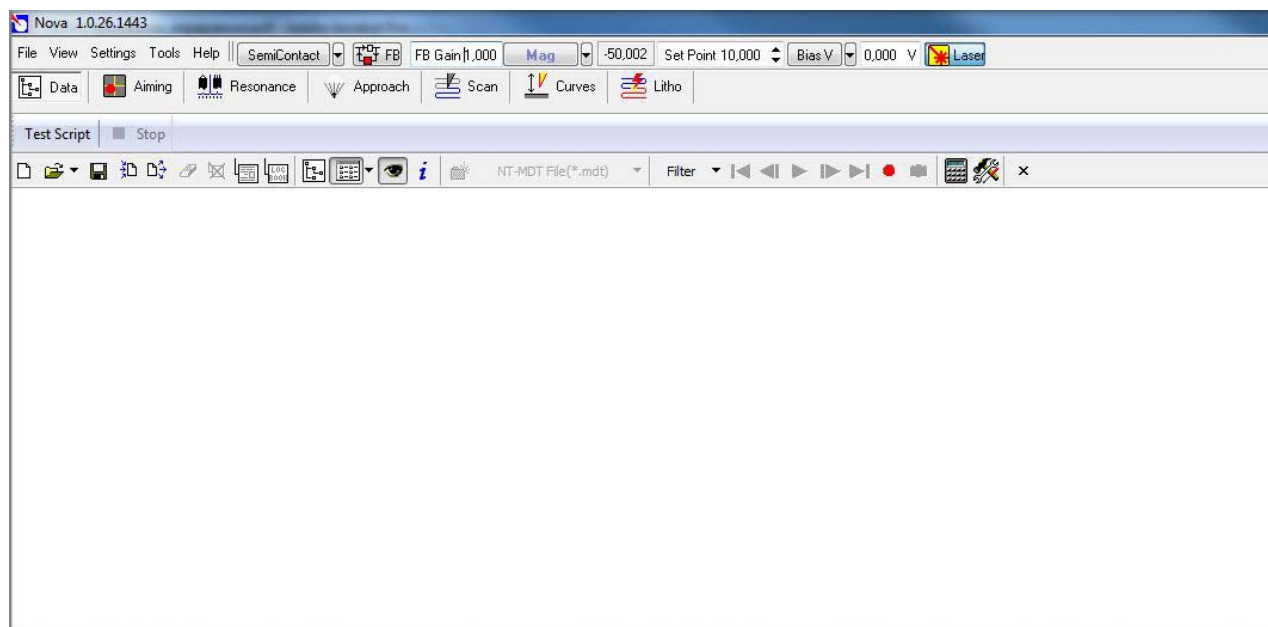


Рис. 2. Діалогове вікно програми Nova

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

1. Запустити програму Nova.
2. Відкрити зображення морфології поверхні плівкового зразка, отримане методом скануючої зондової мікроскопії.
3. Застосовуючи можливості програми Nova визначити арифметичну R_a та середню квадратичну R_q шорсткості поверхні, ентропію зображення, максимальну та мінімальну висота піків у декількох точках зображення.
4. Зробити висновки по роботі.

ЛІТЕРАТУРА

1. Проценко І.Ю., Чорноус А.М., Проценко С.І. Прилади і методи дослідження плівкових матеріалів – Суми: СумДУ, 2020. – 270 с.
2. В.В. Загородній. Локальні методи досліджень: підручник. - Київ: КП, 2019. - 323 с.
3. Шпетний І.О. Вплив структурно-фазового стану на магнітні, магніторезистивні, магнітооптичні та електрофізичні властивості гетерогенних наноструктурованих плівкових систем / Автореферат дисертації на здобуття наукового ступеня доктора фізико-математичних наук 01.04.11 – Магнетизм. – Київ: ІМ, 2021. – 42с.

Практична робота № 5

Визначення елементного складу тонких плівок методом мас-спектрометричного аналізу

Мета роботи – провести розшифровку мас-спектрів, отриманих методом вторинної іонної мас-спектрометрії, виконати якісний та кількісний аналіз складу матеріалів.

Загальна інформація. Для дослідження якісного та кількісного складу матеріалів застосовують метод вторинно-іонної мас-спектрометрії.

Вторинно-іонний мас-спектрометр МС-7201 М (рис.1) застосовується для:

- контролю хімічного та ізотопного складу поверхні металів, напівпровідників, тонких плівок, композиційних матеріалів;
- проведення досліджень в області фізики поверхні;
- пошарового аналізу зразків;
- вивчення процесів корозії, окислювання, об'ємної і поверхневої дифузії.

Галузі застосування приладу: виробничі процеси виготовлення напівпровідникових приладів та інтегральних мікросхем, металургія, геологія та ін. Основні технічні характеристики приладу наведені в таблиці 1.

Будова та принцип роботи мас-спектрометра. Принцип роботи приладу МС-7201М оснований на явищі вторинної іонної емісії (рис.2). Первинний пучок іонів утворюється в газорозрядному джерелі іонів (5), формується електростатичною лінзою (7) і направляється на поверхню досліджуваного зразка (9). З поверхні зразка вибиваються вторинні іони. Вони збираються імерсійним об'єктивом (8) і направляються в мас-аналізатор (4).

Розділені в аналізаторі за відношенням маси до заряду іони надходять в іонно-електронний перетворювач (ІЕП). В ІЕП іонний струм трансформується в електричний, який подається на перший діод вторинно-електронного підсилювача (ВЕП) (1). Підсилений струм подається у підсилювач постійного струму (ППС), в якому

перетворюється в напругу. Після цього сигнал подається на самозаписувач 5 (рис.1).

Вакуумна система призначена для створення вакууму в аналітичній частині приладу. Вона складається з таких елементів:

- форвакуумний насос НВР-5 та високовакуумний паромасляний насос НВДС-100 з високовакуумним уловлювачем на рідкому азоті;
- шлюз, за допомогою якого здійснюється зміна досліджуваних зразків без порушення робочого вакууму;
- високовакуумний вентиль з еластичним ущільнювачем, за допомогою якого аналітична система відокремлюється від високовакуумного насоса;
- системи подачі робочого газу в джерело іонів, що складається з балонів високого тиску з редукторами та манометрами і регулятора напуску газу.

Вакуумна система приладу забезпечує тиск порядку 10^{-4} Па, який вимірюється магнітно-іонізаційним датчиком. Управління вакуумною системою забезпечується блоком 3 (рис.1). Одночасно в камері-шлюзі 10 (рис.2) можна розмістити до шести різних зразків 9 (рис.2).

Джерело іонів (рис.3 а) використовується для отримання і первинного формування прискореного пучка іонів робочого газу. Основні технічні характеристики джерела іонів:

- іонний струм на зразку $(5...25) \cdot 10^{-6}$ А;
- струм розряду $(2...4) \cdot 10^{-6}$ А;
- напруга горіння розряду (3...5) кВ;
- робочий газ - водень, кисень, аргон.

У приладі застосовується іонне джерело з осциляцією електронів у магнітному полі (джерело Пеннінга). Воно складається з розрядної камери, системи електродів і магнітної системи. Магнітне поле примушує електрони рухатися по циклоїдальним або спіральним траєкторіям з одночасною осциляцією між катодами, що збільшує довжину пробігу електронів та ймовірність іонізації робочого газу.

Високовольтний розряд Пеннінга створюється у розрядній камері при тиску порядку 0,1 Па, що на один-два порядки нижче, ніж у джерелах інших типів.

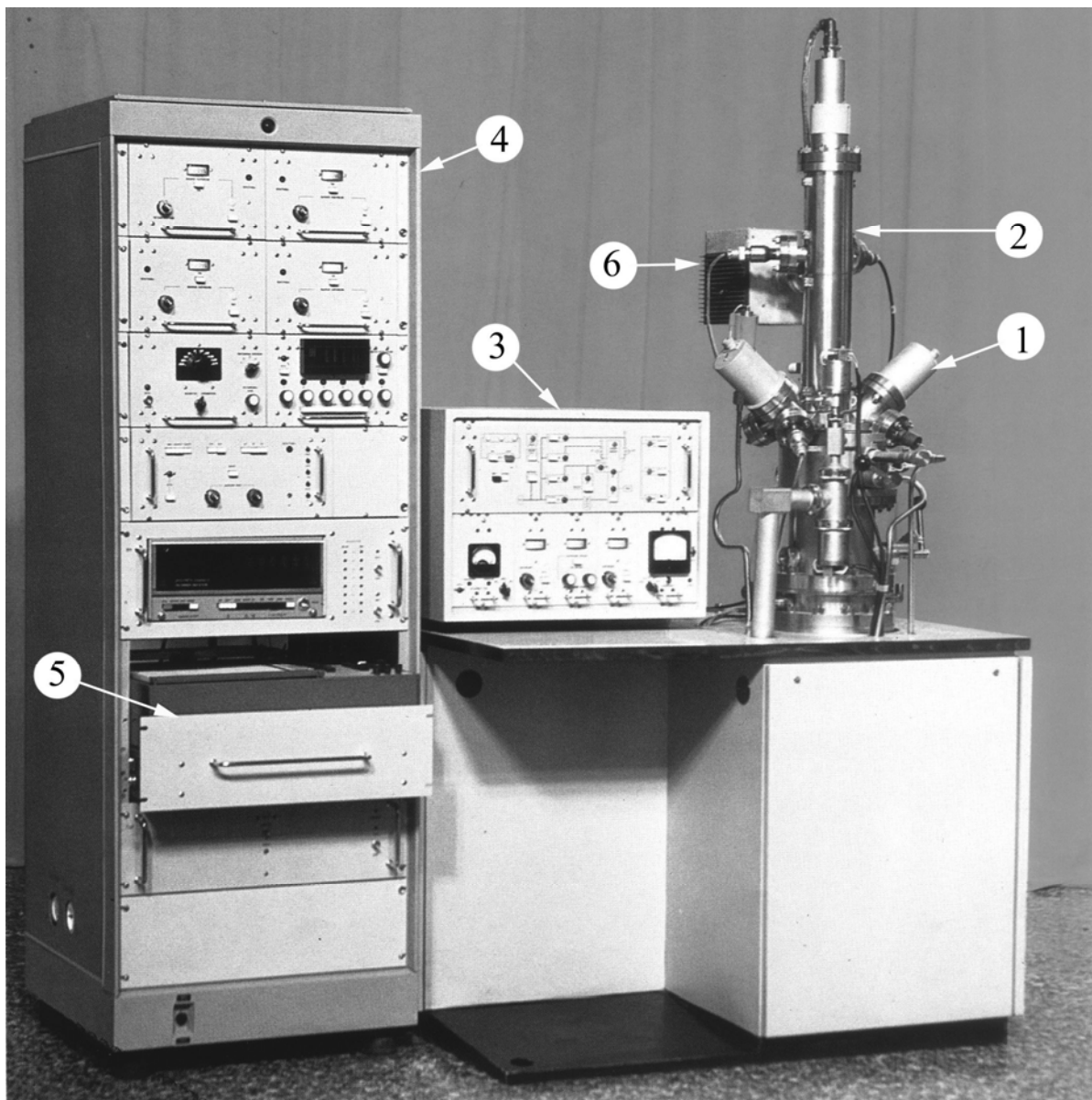


Рис. 1. Зовнішній вигляд мас-спектрометра МС-7201М:

1 – джерело іонів;

2 – колона мас-аналізатора;

3 – блок управління вакуумною системою;

4 – блок контролю та управління роботою мас-аналізатора;

5 – самозаписувач;

6 – генератор високої частоти

Таблиця 1 – Основні технічні характеристики приладу МС-7201М

Параметр	Величина
Роздільна здатність R на рівні 50 %, не менше:	3,0М
Діапазон масових чисел у робочому режимі, а.о.м., не менше:	1-250
Чутливість за величиною струму вторинних іонів з поверхні алюмінію, А, не менше :	$2 \cdot 10^{-12}$
Струм пучка первинних іонів на поверхні зразка, мкА, не менше:	15
Енергія первинних іонів, кеВ:	3...5
Живлення від мережі змінного струму, В:	220/380
Споживана потужність з урахуванням потужності нагрівачів, кВт, не менше:	3,5
Маса приладу, кг, не більше:	700

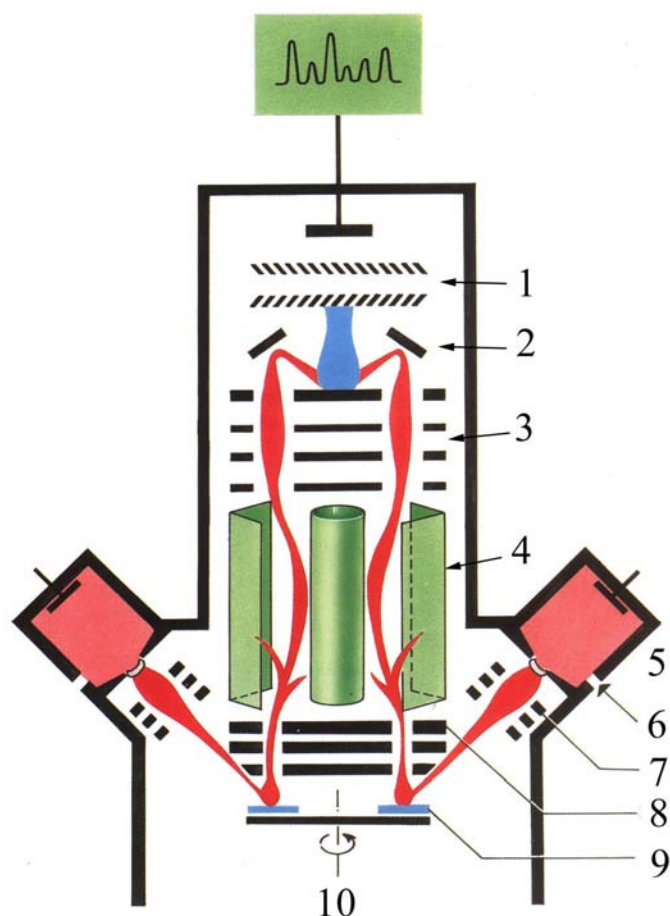


Рис. 2. Блок-схема мас-спектрометра МС-7201М:
 1 – вторинно-електронний підсилювач;
 2 – відбивач (зовнішній електрод);
 3 – іонно-електронний перетворювач;
 4 – аналізатор;
 5 – джерело іонів;
 6 – напуск газу;
 7 – електростатична лінза;
 8 – імерсійний об'єктив;
 9 – зразок;
 10 – камера-шлюз

Це приводить до менших витрат робочого газу. Конструкція іонного джерела допускає високотемпературне прогрівання корпусу для дегазації. Розрядна камера іонного джерела виготовлена з немагнітної нержавіючої сталі. Анодно-катодний вузол іонного джерела являє собою єдиний блок і допускає можливість швидкої зміни катодів та чистку електродів. Катоди виготовляються з матеріалу (Al-Mg-сплави) з великим коефіцієнтом іонно-електронної емісії. Магнітна система іонного джерела складається з плоских кільцевих магнітів (виконані з гексафериту барію) та котушки індуктивності.

Дана конструкція забезпечує високу стабільність та стійкість горіння розряду. Подача газу здійснюється через регульований п'єзонатікач оригінальної конструкції.

Двоканальний імерсійний об'єктив здійснює ефективний збір вторинних іонів з поверхні досліджуваного зразка та фокусування його на вхід мас-аналізатора.

Двоканальний мас-аналізатор – основний вузол мас-спектрометра, в якому відбувається розділення іонів за масовими числами. Дана конструкція (рис.3 б) забезпечує високу розділювальну здатність за масами. Два канали дозволяють швидко здійснювати зміну робочого газу, підвищують надійність приладу.

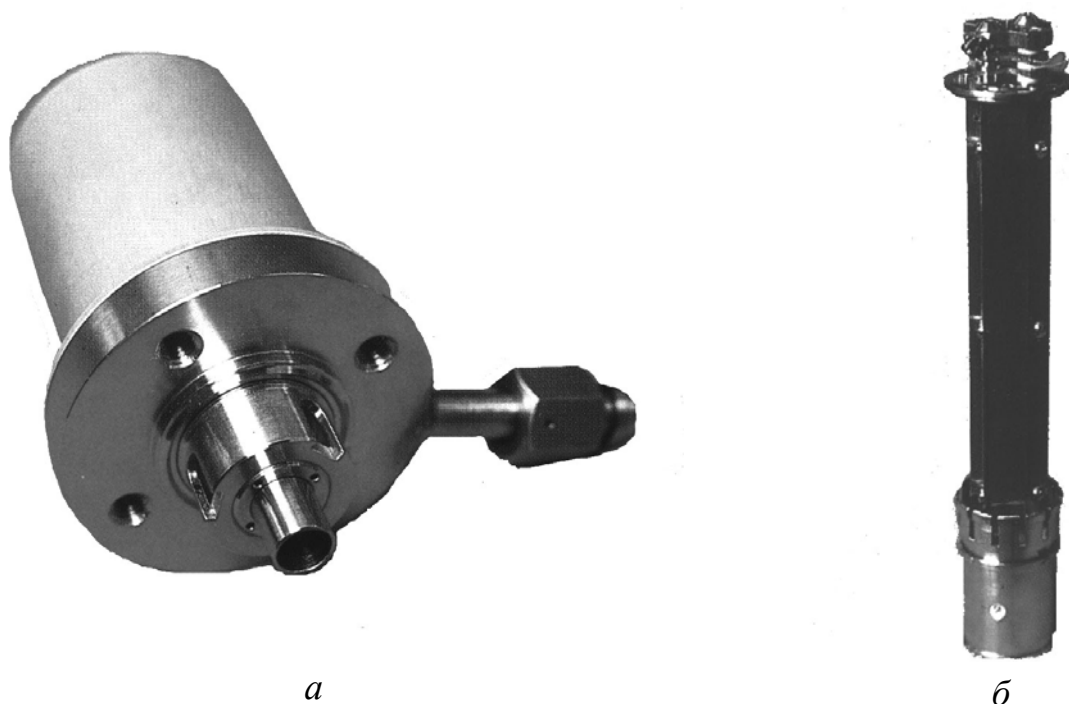


Рис. 3. Зовнішній вигляд джерела іонів (а) та мас-аналізатора (б)

Для виділення на виході з аналізатора іонів із заданим масовим числом M , на монополь аналізатора подається високочастотна напруга, амплітуда якої змінюється у відповідному діапазоні. Граничний вакуум, при якому мас-аналізатор зберігає роботоздатність – $6 \cdot 10^{-3}$ Па.

Система реєстрації складається з іонно-електронного перетворювача (ІЕП) з енергоаналізатором, вторинно-електронного підсилювача (ВЕП), підсилювача постійного струму (ППС) та самозаписувача.

ІЕП з енергоаналізатором (рис. 4) розміщується за монополем і відсікає іони з енергією, що більша певного рівня та перетворює іонний струм в електричний для подальшого підсилення його за допомогою ВЕП. Перетворювач складається з електростатичної лінзи (1), зовнішній електрод (2) якої відбиває іони з енергією меншою певного значення, у той час, як інші іони нейтралізуються на його поверхні. Нейтралізовані іони, які попадають на металеву пластину (3), вибивають з неї електрони, які, в свою чергу, подаються на ВЕП, звідки підсилений сигнал направляється на вхідний підсилювач.

Методичні вказівки. Вивчивши будову та принцип роботи мас-спектрометра, можна скласти його блок-схему. На цій схемі необхідно вказати в умовній формі (у вигляді квадратів або прямокутників) основні вузли приладу, функціональні зв'язки між ними та основні параметри.

Друга частина роботи присвячена освоєнню методики розшифрування мас-спектра вторинних іонів. У тому випадку, коли мас-спектр одержано від металевого зразка (у вигляді плівки, фольги чи масивного зразка) необхідно дотримуватися такої схеми:

- спочатку необхідно визначити лінії, які відповідають однозарядним ізотопам (порівняти з табличними даними про природну розповсюдженість елементів (додаток А));
- вияснити, чи не спостерігаються лінії від двохранядних ізотопів;
- визначити лінії, які відповідають двохраномним комплексам типу $Me(O, N, C)^+$, де Me - метал;
- проаналізувати наявність ліній, які відповідають комплексу MeH^+ ;
- одержані дані занести до таблиці 2.

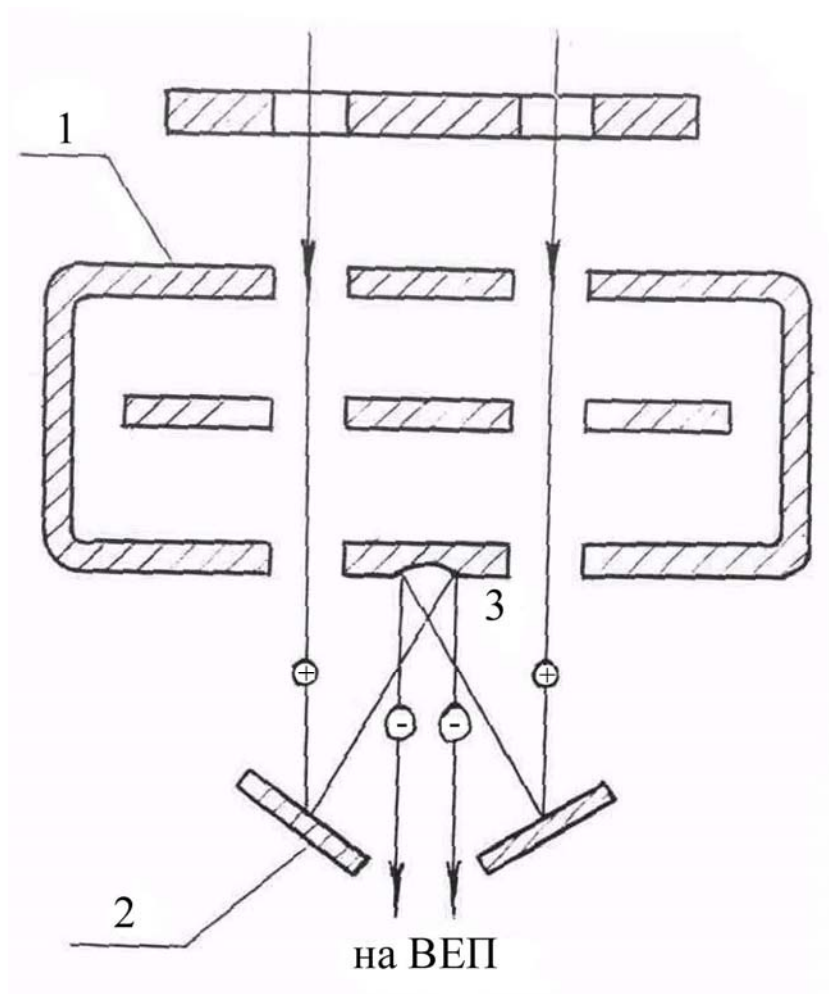


Рис. 4. Принцип роботи іонно-електронного перетворювача з енергоаналізатором:

- 1 – електростатична лінза;
 2 – зовнішній електрод;
 3 – металева пластина

Таблиця 2 – Результати розшифрування мас-спектра вторинних іонів

№ пор.	Масове число, М (а.о.м.)						Елементний склад зразка
	Me^{++}	Me^{+}	MeO^{+}	MeN^{+}	MeC^{+}	MeH^{+}	

Правила техніки безпеки. Під час роботи на приладі МС-7201М необхідно дотримуватися правил техніки електробезпеки, оскільки в даному приладі використовується змінна напруга 220 та 380В. До роботи на приладі допускаються лише студенти, що пройшли інструктаж з техніки безпеки та освоїли технічну документацію з експлуатації приладу. Перед початком роботи необхідно перевірити електричне заземлення приладу. Працювати на приладі можна лише в присутності викладача або інженера.

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

- 1 Одержати допуск до виконання роботи.
- 2 Скласти блок-схему мас-спектрометра МС-7201М.
- 3 Провести розшифрування запропонованого мас-спектра.
- 4 Зробити висновок відносно елементного складу зразка.

ЗМІСТ ЗВІТУ

- 1 Конспект елементів теорії та методичних вказівок.
- 2 Блок-схема приладу МС-7201М.
- 3 Мас-спектр, таблиця з результатами розшифрування мас-спектра та висновком про елементний склад зразка.
- 4 Висновки по роботі.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

- 1 Назвати галузі та сфери застосування приладу МС-7201М.
- 2 Пояснити будову та принцип роботи мас-спектрометра МС-7201М.
- 3 Пояснити, з чого складається вакуумна система мас-спектрометра МС-7201М.
- 4 Пояснити будову та принцип роботи джерела первинних іонів.
- 5 Пояснити принцип роботи іонно-електронного перетворювача.
- 6 Пояснити суть методики розшифрування мас-спектрів.
- 7 Пояснити, які можуть спостерігатись особливості мас-спектра вторинних іонів у випадку утворення комплексів MeH.

ЛІТЕРАТУРА

1. Проценко І.Ю., Чорноус А.М., Проценко С.І. Прилади і методи дослідження плівкових матеріалів – Суми: СумДУ, 2020. – 270 с.
2. В.В. Загородній. Локальні методи досліджень: підручник. - Київ: КПІ, 2019. - 323 с.

Практична робота № 6

Розрахунок роздільної здатності мас-спектрометричного приладу

Мета роботи – освоїти методику визначення роздільної здатності мас-спектрометричного приладу.

Загальна інформація. До основних характеристик мас-спектрометричних приладів відносять:

- роздільна здатність;
- діапазон масових чисел;
- чутливість;
- поріг чутливості (абсолютний, відносний);
- похибки приладу;
- час реєстрації ліній мас-спектру;
- шум підсилювача;
- маса приладу;
- потужність;
- витрати води, азоту.

Роздільна здатність приладу (R_k) – це величина, що характеризує можливість роздільної реєстрації іонів близьких за масовими числами. R_k визначають за мас-спектром, що містить не менше двох піків висотою h_1 і h_2 , близьких за масовими числами M_1 і M_2 однозарядних іонів (рис. 1) при співвідношенні висот піків у межах:

$$0,4 < \frac{h_1}{h_2} < 2,5. \quad (1)$$

Речовини, за якими визначається R_k , повинні бути зазначені в технічних умовах, методичних вказівках по перевірці приладу. R_k повинна бути виміряна на рівні k %. За стандартне значення приймають $k=10\%$.

Допускається вибирати значення k в діапазоні 0,1%, 1%, 10%, 50%. Якщо R_k зазначена без згадування рівня висоти піків, то це означає стандартний рівень 10%.

Роздільна здатність визначається за співвідношенням:

$$R_k = \frac{(M_1 + M_2)}{(M_1 - M_2)} \cdot \frac{L}{(l_1 + l_2)}, \quad (2)$$

де L – відстань між осями піків мас-спектру з масовими числами M_1 і M_2 ; l_1 і l_2 – ширина піків мас-спектру з масовими числами M_1 і M_2 відповідно на висоті $kh_1/100$ та $kh_2/100$.

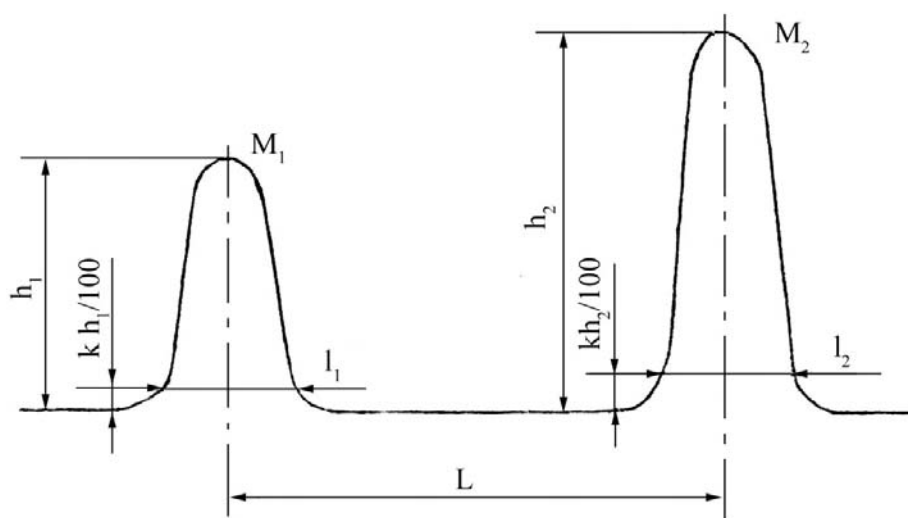


Рис. 1. Визначення роздільної здатності R_k за мас-спектром

Роздільна здатність залежить від ступеня фокусування іонних пучків та часу експлуатації приладу (зі збільшенням часу експлуатації приладу R_k зменшується, тому потрібно періодично чистити прилад).

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

- 1 Розрахувати роздільну здатність приладу R_k для двох сусідніх піків запропонованого спектру. Вибирати значення $k = 10\%$ і 50% .
- 2 Зробити висновок відносно роздільної здатності приладу.

ЛІТЕРАТУРА

1. Проценко І.Ю., Чорноус А.М., Проценко С.І. Прилади і методи дослідження плівкових матеріалів – Суми: СумДУ, 2020. – 270 с.
2. В.В. Загородній. Локальні методи досліджень: підручник. - Київ: КПІ, 2019. - 323 с.

Практична робота № 7

Дослідження магніторезистивних властивостей плівкових матеріалів

Мета роботи – освоїти методики вимірювання магнітоопору плівкових матеріалів та розрахунку коефіцієнту гігантського магнітоопору.

Загальна інформація. Транспортні властивості провідних матеріалів визначаються середньою довжиною вільного пробігу електронів під дією електричного поля. При внесенні таких матеріалів у магнітне поле їх опір змінюється, оскільки під дією сили Лоренца електрони рухаються по гвинтових траєкторіях, що збільшує вірогідність зіткнень. Даний ефект визначає магнітоопір провідних матеріалів – т.з. магніторезистивний ефект.

Даний ефект має дуже малу величину у нормальних провідних матеріалах і значно зростає у феромагнетиках, внаслідок прояву спин-орбітального та спин-залежного розсіювання електронів на інтерфейсах та в об'ємі. Завдяки вдосконаленню технологій отримання плівкових наноструктур, наприкінці ХХ ст. дослідникам вдалося отримати магнітонеоднорідні матеріали з характеристичними розмірами порядку $1 \div 50$ нанометрів, у яких виявлено низку нових ефектів, пов'язаних не тільки з незвичним характером перенесення електрона, але і його спіна. До таких ефектів відносяться явища гігантського, колосального та тунельного магнітоопору.

Ефект ГМО знайшов широке прикладне застосування у спінтроніці при виготовленні сенсорів величини та напрямку магнітного поля, у автомобільній електроніці при виготовленні безконтактних сенсорів кута повороту, у біомедицині при виготовленні біосенсорів, при виготовленні магніторезистивної пам'яті. Історично першим ефект ГМО був відкритий у багатошарових плівкових системах. Такі багатошарові магнітні системи складаються із двох і більше шарів феромагнетика, що розділені шарами немагнітних матеріалів. У металевих багатошарових структурах ефект ГМО зумовлений спіновою залежністю розсіювання електронів провідності від типу магнітного впорядкування суміжних шарів у плівці. Опір структури залежить від кута між напрямками намагніченості в сусідніх шарах.

Найпростіше ефект ГМО описує резисторна модель. Відповідно до цієї моделі магнітний шар можна розглядати як резистор.

Відомо, що спін-залежне розсіювання спричиняє гігантський магнітоопір у магнітних гранульованих сплавах, як і в магнітних багатошарових шарах.

Ефект ГМО реалізується у магнітонеоднорідних гранульованих системах, коли відстань між гранулами співрозмірна або менша за середню довжину вільного пробігу електрона

Формуючи певний структурно-фазовий стан плівкових зразків вдається створити нові матеріали з унікальними властивостями. Змінюючи розмір та форму гранул, відстань між ними, підбираючи фазовий склад сплаву можна створювати системи з заданими фізичними властивостями. Регулювати відстань між гранулами та їх розмір можна змінюючи концентрацію магнітної компоненти у сплаві та здійснюючи відпалювання зразків.

Для дослідження магніторезистивних властивостей зразків плівкових сплавів та багатошарових плівок застосовують програмно-апаратний комплекс, представлений на рис.1 а.

Вимірювання здійснюються під впливом прикладеного магнітного поля з амплітудою в діапазоні $H_{\text{макс}} = \pm 4,5 \text{ кЕ}$ з використанням 4-точкової схеми вимірювання. Аналіз магніто-резистивних властивостей з використанням програмно-апаратного комплексу був описаний у роботі [1].

Струм у площині зразка становив 1 мА, а вимірювання опору проводили у двох різних геометріях (рис. 2). У першому випадку (рис. 2 а) прикладене поле H знаходилось у площині плівки та паралельно струму (поздовжня геометрія), а у другому – прикладене поле знаходилось у площині плівки, але перпендикулярно струму (поперечна геометрія) (рис.2 б).

Завдяки можливості керування магнітними та магніторезистивними властивостями та створення структур із заданими характеристиками, гранульовані матеріали знайшли широке застосування в техніці як у масивному, так і в тонкоплівковому станах.

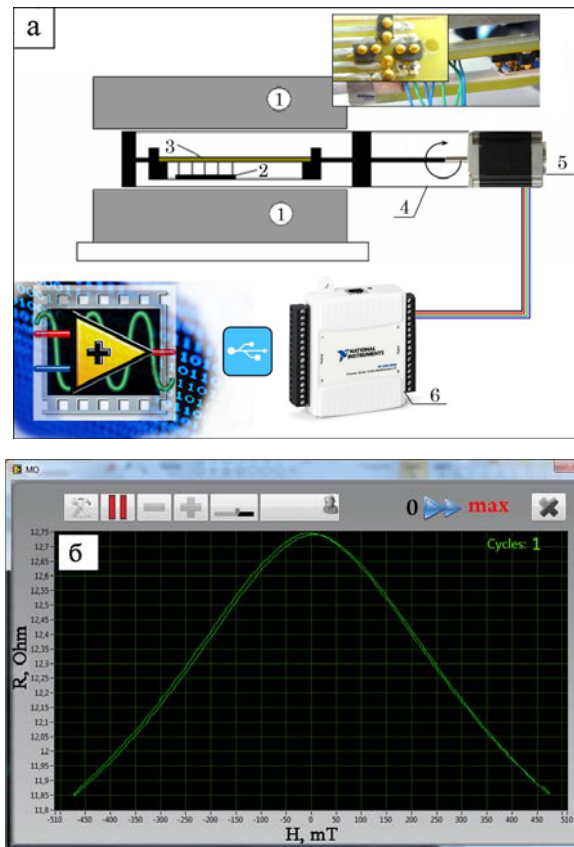


Рис. 1. Тримач зразка (а) приладу для вимірювання магнітоопору та діалогове вікно програми (б) для реєстрації результатів вимірювання магнітоопору [1]

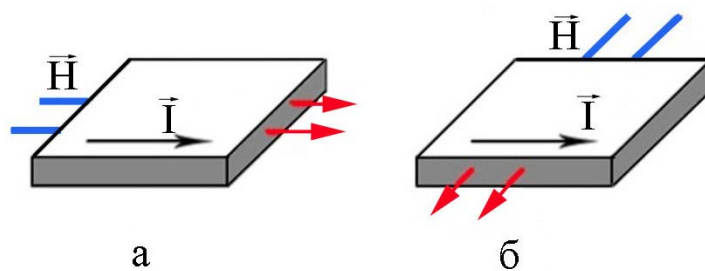


Рис. 2. Геометрії вимірювання магнітоопору: поздовжня (а) та поперечна (б) [1]

Коефіцієнт ГМО розраховують за співвідношенням [2]:

$$\text{ГМО (\%)} = \Delta R / R(0) \times 100 = (R(H) - R(0)) / R(0) \times 100, \quad (1)$$

де $R(0)$ і $R(H)$ - опір плівки без магнітного поля і за наявності поля H відповідно.

ПОРЯДОК ВИКОНАННЯ РОБОТИ

- 1 Побудувати графік залежності опору плівкового зразка від величини прикладеного зовнішнього магнітного поля, виміряного у поперечному та поздовжньому магнітному полях.
2. Розрахувати величину ГМО за співвідношенням (1).
- 3 Зробити висновок про поведінку магнітоопору.

ЛІТЕРАТУРА

1. Магніторезистивні властивості спін-вентильних структур на основі Co та Cu або Au / М.Г. Демиденко, С.І. Проценко, Д.М. Костюк [та ін.] // Ж. нано- та електрон. фіз. – 2011. – Т. 3, № 4. – С. 106 – 113.
2. Electron transport properties of magnetic granular films / D. Peng, J. Wang, L. Wang [et al.] // Sci. China-Phys. Mech. Astron. – 2013. – V. 56. – P. 15-28.
3. В.В. Загородній. Локальні методи досліджень: підручник. - Київ: КПІ, 2019. - 323 с.

Навчальне видання

Методичні вказівки

до виконання практичних робіт
з курсу «Сучасні експериментальні методи дослідження властивостей
матеріалів в прикладній фізиці та наноматеріалознавстві»
для студентів спеціальності
171 «Електроніка»
денної форми навчання

Відповідальний за випуск І. Ю. Проценко
Редактори: Н. З. Ключко, С. М. Симоненко
Комп'ютерне верстання І. О. Шпетного

Формат 60×84/16. Ум. друк. арк. 8,37. Обл.-вид. арк. 6,30.

Видавець і виготовлювач
Сумський державний університет,
вул. Римського-Корсакова, 2, м. Суми, 40007
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи ДК № 3062 від 17.12.2007.