

«Современные методы исследования материалов»

4 курс

- **Оджаев Владимир Борисович**

По вторникам **15.45** и **17.20**, 2019 год

*На проведение лекционных занятий отводится 28 часов,
управляемую самостоятельную работу-2 часа, на
лабораторные занятия — 16 часов.*

Для организации самостоятельной работы по учебной дисциплине будет использоваться информационный ресурс

vk.com/kafedrafizikipp

для размещения учебно-методических материалов.

Общие проблемы процесса измерения.

Основные понятия физического эксперимента. Основной набор физических методов как единая система, позволяющая измерить или вычислить большинство из известных свойств, характеристик и параметров твердых тел. Методы получения вакуума. Измерение давления в вакуумных системах. Механические и пьезоэлектрические датчики давления. Контактные и бесконтактные методы измерения температуры. Термоэлектрические преобразователи.

Методы изучения электрических характеристик.

Измерение удельного сопротивления. Измерения э.д.с. Холла и магнитосопротивления. Определение концентрации и подвижности носителей заряда. Вольт-амперная характеристика. Определение времени жизни неосновных носителей заряда. Вольт-фарадные методы измерения. Переходные процессы в барьерных структурах.

Оптические методы измерения параметров.

Оптические константы: коэффициенты отражения, пропускания, поглощения. Спектральные приборы и устройства для исследования оптических свойств: спектрографы, спектрометры, спектрофотометры, приемники излучения. Стационарная фотопроводимость и методика ее измерения. Метод СВЧ-фотопроводимости. Люминесцентные методы исследования: катодолюминесценция, фотолюминесценция, электролюминесценция. Методы голографической интерферометрии.

Магнитная спектроскопия.

Ядерный магнитный резонанс. Электронный парамагнитный резонанс. Циклотронный резонанс. Мессбауэровская спектроскопия.

Электронно-зондовые методы исследования.

Растровая электронная микроскопия. Сканирующая туннельная микроскопия. Атомно-силовая микроскопия. Сканирующая оптическая микроскопия ближней зоны. Оже-спектроскопия. Рентгеноспектральный микроанализ. Спектроскопия дальней тонкой структуры рентгеновского поглощения (EXAFS-спектроскопия). Метод рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС).

Ионно-зондовые методы исследования.

Метод резерфордовского обратного рассеяния. Каналирование и местоположение атомов в кристаллической решетке. Метод ядерных реакций. Нейтронное глубинное профилирование. Метод PIXE (Particle Induced X-ray Emission). Активационный анализ. Метод масс-спектрометрии вторичных ионов (ВИМС).

Методы исследования поверхности.

Диагностика поверхности методом дифракции электронов. Комбинационное рассеяние света. Террагерцовая спектроскопия.

Современный физический эксперимент.

Сравнительный анализ методов. Организация современного физического эксперимента. Система сбора и обработки информации при автоматизации научного эксперимента.

• **Перечень основной литературы**

- Современные методы исследования конденсированных материалов /В.Б. Оджаев, Д.В. Свиридов, И.А. Карпович, В.В. Понарядов – Мн.: БГУ, 2003. – 82 с.
- Суворов, Э. В. Материаловедение: методы исследования структуры и состава материалов : учеб. пособие / Э. В. Суворов. — 2-е изд., перераб. и доп. — М. : Издательство Юрайт, 2018. — 180 с.
- Методы и средства исследования структуры и свойств наноматериалов и покрытий с наноструктурой: учебно-методическое / Н.А. Мясникова, А.В. Сидашов; ФГБОУ ВО РГУПС. – Ростов н/Д, 2017. – 157 с.
- Методы и средства научных исследований: учеб. пособие / Ю. Н. Колмогоров [и др.]. — Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2017.— 152 с.

Перечень дополнительной литературы

Мошников В. А., Спивак Ю. М. Атомно-силовая микроскопия для нанотехнологии и диагностики: Учеб. пособие. СПб.: Изд-во СПбГЭТУ «ЛЭТИ», -2009. 80 с.

Методы получения и исследования наноматериалов и наноструктур. Лабораторный практикум по нанотехнологиям: учебное пособие / Сигов А.С. - М. : БИНОМ. Лаборатория знаний., 2013, 184 с.

Машкович Е.А. Методы террагерцового эксперимента: Учебное пособие. - Нижний Новгород: Нижегородский госуниверситет, 2015. - 19 с.

ОБЩИЕ ПРОБЛЕМЫ ПРОЦЕССА ИЗМЕРЕНИЯ

Основные понятия физического эксперимента. Основной набор физических методов как единая система, позволяющая измерить или вычислить большинство из известных свойств, характеристик и параметров твердых тел: основные знания и навыки, приобретаемые студентами; физические явления, лежащие в основе методов; принципиальные и реальные возможности различных методов; особенности методик, требования к исследуемым образцам и используемой аппаратуре (приборам).

С течением мировой истории человеку приходилось измерять различные вещи, взвешивать продукты, отсчитывать время. Для этой цели понадобилось создать целую систему различных измерений, необходимую для вычисления объема, веса, длины, времени и т. п. Данные подобных измерений помогают освоить количественную характеристику окружающего мира.

Несмотря на многообразие природных явлений и продуктов материального мира, для их измерения существует такая же многообразная система измерений, основанных на очень существенном моменте – сравнении полученной величины с другой, ей подобной, которая однажды была принята за единицу.

Наука, систематизирующая и изучающая подобные единицы измерения, – метрология.

В метрологии используются следующие величины и их определения:

1) **физическая величина**, представляющая собой общее свойство в отношении качества большого количества физических объектов, но индивидуальное для каждого в смысле количественного выражения;

2) **единица физической величины**, что подразумевает под собой физическую величину, которой по условию присвоено числовое значение, равное единице;

3) **измерение физических величин**, под которым имеется в виду количественная и качественная оценка физического объекта с помощью средств измерения;

4) **средство измерения**, представляющее собой техническое средство, имеющее нормированные метрологические характеристики. К ним относятся измерительный прибор, мера, измерительная система, измерительный преобразователь, совокупность измерительных систем;

5) **измерительный прибор** представляет собой средство измерений, вырабатывающее информационный сигнал в такой форме, которая была бы понятна для непосредственного восприятия наблюдателем;

6) **мера** — также средство измерений, воспроизводящее физическую величину заданного размера. Например, если прибор аттестован как средство измерений, его шкала с оцифрованными отметками является мерой;

7) **измерительная система**, воспринимаемая как совокупность средств измерений, которые соединяются друг с другом посредством каналов передачи информации для выполнения одной или нескольких функций;

8) **измерительный преобразователь** — также средство измерений, которое производит информационный измерительный сигнал в форме, удобной для хранения, просмотра и трансляции по каналам связи, но не доступной для непосредственного восприятия;

9) **принцип измерений как совокупность физических явлений**, на которых базируются измерения;

10) **метод измерений как совокупность приемов и принципов использования технических средств измерений**;

11) **методика измерений как совокупность методов и правил**, разработанных метрологическими научно—исследовательскими организациями, утвержденных в законодательном порядке;

12) **погрешность измерений**, представляющую собой незначительное различие между истинными значениями физической величины и значениями, полученными в результате измерения;

13) **основная единица измерения, понимаемая как единица измерения**, имеющая эталон, который официально утвержден;

14) **производная единица как единица измерения**, связанная с основными единицами на основе математических моделей через энергетические соотношения, не имеющая эталона;

15) **эталон**, который имеет предназначение для хранения и воспроизведения единицы физической величины, для трансляции ее габаритных параметров нижестоящим по поверочной схеме средствам измерения. Существует понятие «первичный эталон», под которым понимается средство измерений, обладающее наивысшей в стране точностью. Есть понятие «эталон сравнений», трактуемое как средство для связи эталонов межгосударственных служб. И есть понятие «эталон—копия» как средство измерений для передачи размеров единиц образцовым средствам;

16) **образцовое средство**, под которым понимается средство измерений, предназначенное только для трансляции габаритов единиц рабочим средствам измерений;

17) **рабочее средство**, понимаемое как «средство измерений для оценки физического явления»;

18) **точность измерений**, трактуемая как числовое значение физической величины, обратное погрешности, определяет классификацию образцовых средств измерений. По показателю точности измерений средства измерения можно разделить на: наивысшие, высокие, средние, низкие.

Метод измерений — это способ или комплекс способов, посредством которых производится измерение данной величины, т. е. сравнение измеряемой величины с ее мерой согласно принятому принципу измерения.

Существует несколько критериев классификации методов измерений.

1. По способам получения искомого значения измеряемой величины выделяют:

- 1) прямой метод (осуществляется при помощи прямых, непосредственных измерений);
- 2) косвенный метод.

2. По приемам измерения выделяют:

- 1) контактный метод измерения;
- 2) бесконтактный метод измерения. **Контактный метод измерения** основан на непосредственном контакте какой—либо части измерительного прибора с измеряемым объектом.

При **бесконтактном методе измерения** измерительный прибор не контактирует непосредственно с измеряемым объектом.

Принцип измерений — это некое физическое явление или их комплекс, на которых базируется измерение. Например, измерение температуры основано на явлении расширения жидкости при ее нагревании (ртуть в термометре).

Выполнение многих работ связано с измерением различных физических величин и последующей обработкой полученных результатов. Поскольку не существует абсолютно точных приборов и других средств измерения, следовательно, не бывает и абсолютно точных результатов измерения. Погрешности возникают при любых измерениях, и только правильная оценка погрешностей проведенных измерений и расчетов позволяет выяснить степень достоверности полученных результатов.

Погрешность измерения – это разность между результатом измерения величины и настоящим (действительным) значением этой величины. Погрешность, как правило, возникает из—за недостаточной точности средств и методов измерения или из—за невозможности обеспечить идентичные условия при многократных наблюдениях.

Точность измерений – это характеристика, выражающая степень соответствия результатов измерения настоящему значению измеряемой величины.

Количественно точность измерений равна величине относительной погрешности в минус первой степени, взятой по модулю.

Процесс оценки погрешности измерений считается одним из важнейших мероприятий в вопросе обеспечения единства измерений. Естественно, что факторов, оказывающих влияние на точность измерения, существует огромное множество. Следовательно, любая классификация погрешностей измерения достаточно условна, поскольку нередко в зависимости от условий измерительного процесса погрешности могут проявляться в различных группах. При этом согласно принципу зависимости от формы данные выражения погрешности измерения могут быть: абсолютными, относительными и приведенными.

Главная цель измерения – это получение достоверных и точных сведений об объекте измерений.

Для того чтобы определить качество прибора, необходимо рассмотреть следующие его характеристики:

- 1) постоянную прибора;
- 2) чувствительность прибора;
- 3) порог чувствительности измерительного прибора;
- 4) точность измерительного прибора.

Измерение давления.

Методы получения вакуума. Измерение давления в вакуумных системах. Механические и пьезоэлектрические датчики давления.

Давление

Определение

$$P = \frac{E}{V} = \frac{F}{S} = \frac{mv}{St}$$

Единицы измерения

$$1 \text{ атм} = 760 \text{ Торр} \cong 10^5 \text{ Па}$$

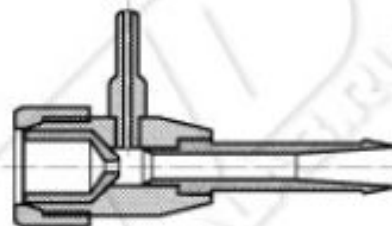
Диапазон

$$10^{-11} \text{ Торр} \div 10^5 \text{ атм}$$

Вакуум: получение

Форвакуум

1. Проточные насосы



Водоструйный насос Бунзена

1 атм – 10 Торр

$P_{H_2O} \sim 3 \text{ Торр}$

$$\frac{\rho v^2}{2} + P + \rho g H = const$$

$$\Delta P = \frac{\rho}{2} (v_2^2 - v_1^2)$$

Вакуум: получение

Форвакуум

2. Объемные насосы

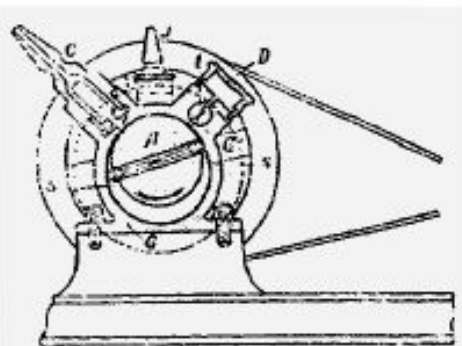
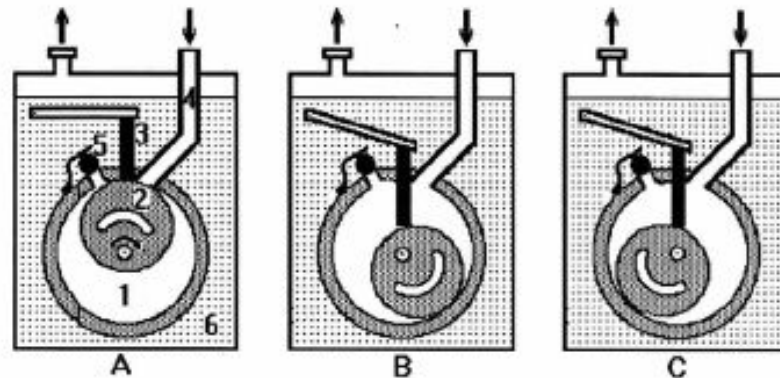


Рис. 27. Пластинчато-роторный насос Геде (1908 г.)



1 атм – 10^{-3} Торр

1 - 10 л/сек

1500 об/мин

Вакуум: получение

3. Диффузионные насосы

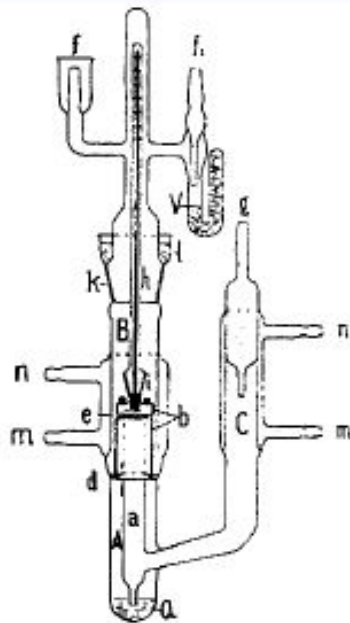


Рис. 39. Первый диффузионный насос Геде (1913 г.)

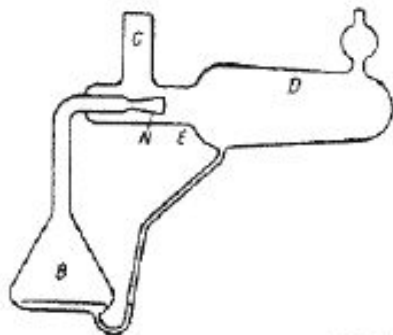
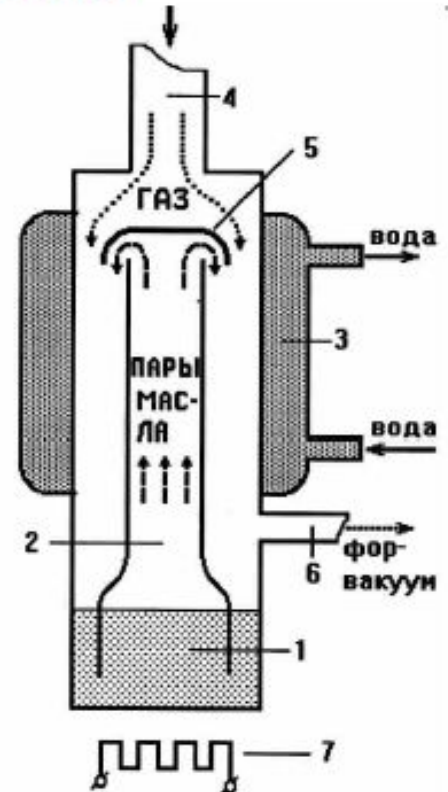


Рис. 45. Насос Крауфорда (1917 г.)



$10^{-2} - 10^{-8}$ Торр

10 – 60 000 л/сек

Вакуум: получение

4. Турбомолекулярные насосы

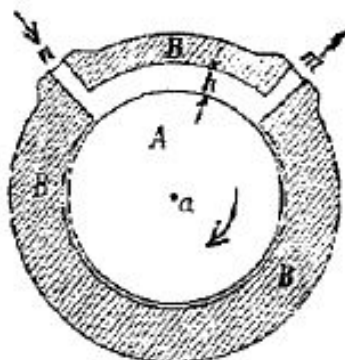
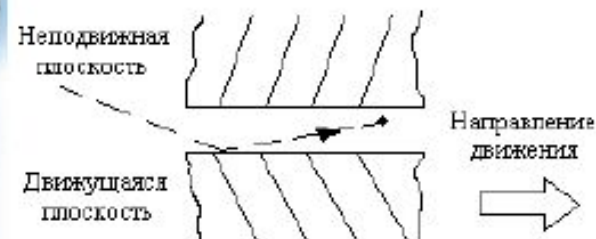


Рис. 28. Опыт Геде по исследованию возможности молекулярной откачки



75000 об/мин

$10^{-2} - 10^{-10}$ Торр

50 – 7 000 л/сек

Вакуум: получение

5. Ионно-сорбционные насосы

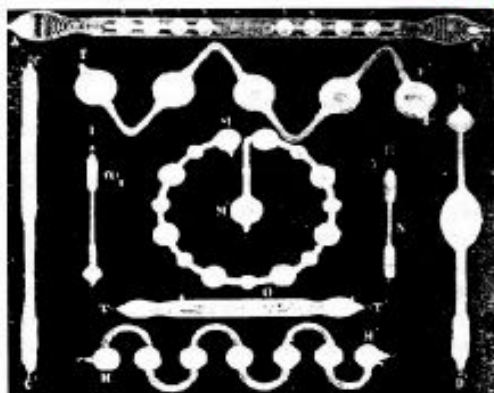
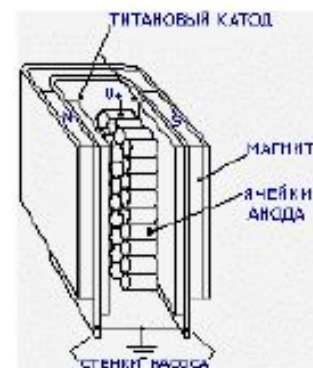
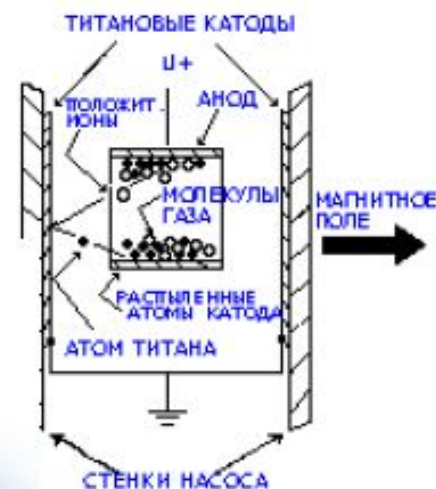


Рис. 24. Газоразрядные трубки Гейслера (1850-е гг.)

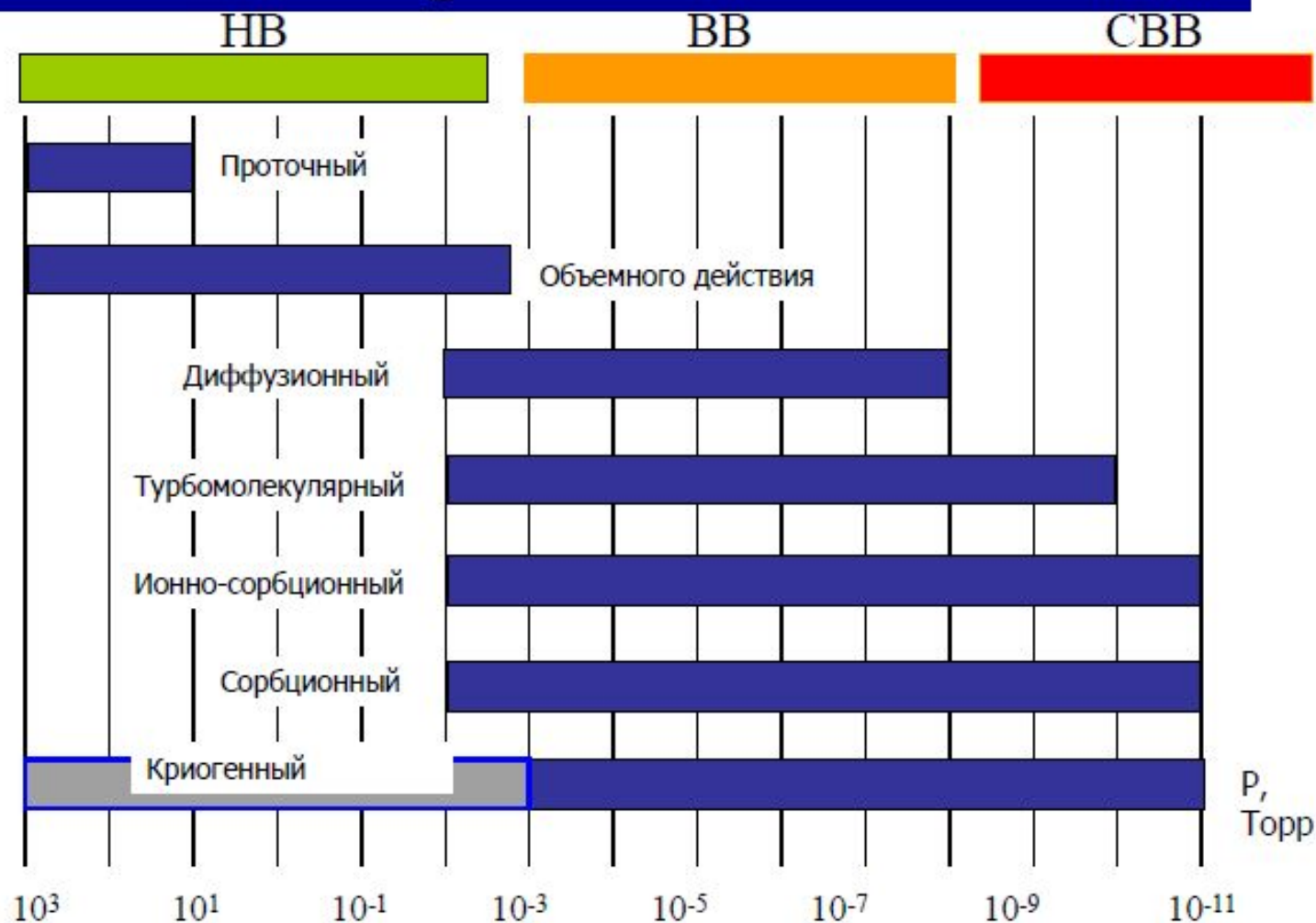


$10^{-2} - 10^{-11}$ Торр

1 – 1 000 л/сек



Области применения насосов



Методы измерения давления



Механические манометры

Деформационные

- мембрана
- сильфон

$$\delta = P \frac{r^4 K}{h^3 E}$$

Жидкостные

- U-образная трубка

--открытая

--закрытая

$$P = \rho gh$$

- компрессионный

Манометр Мак-Леода



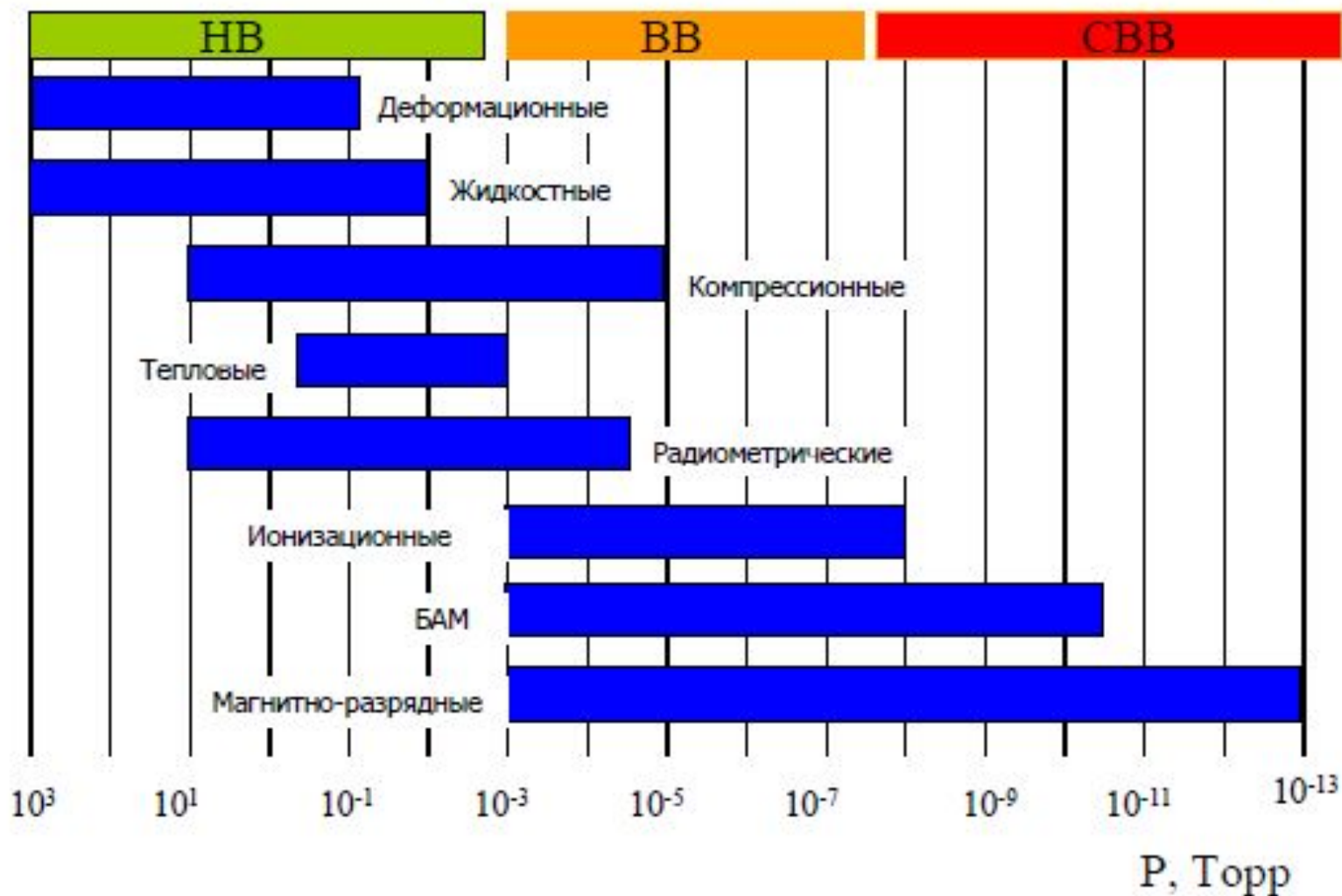
Рис. 5. Проведение опыта с торрелловыми трубками (1649-е гг.)

Кинетические манометры

Ионизационный манометр

Изучить самостоятельно

Вакуум: измерение



Измерение температуры.

Контактные и бесконтактные методы измерения температуры. Измерение температуры контактными механическими и электрическими методами. Термoeлектрические преобразователи.

Температура

Определение

$$T = \left(\frac{\partial E}{\partial S} \right)_V$$

$$S = k \ln \Gamma$$

$$T = \frac{\Gamma}{k} \left(\frac{\partial E}{\partial \Gamma} \right)_V$$

$$n_i = n_0 \exp\left(-\frac{\Delta E_i}{kT}\right)$$

$$\frac{dN}{N} = f(v)$$

$$f(v) = \frac{4}{\sqrt{\pi}} \left(\frac{m}{2kT} \right)^{\frac{3}{2}} v^2 \exp\left(-\frac{mv^2}{2kT}\right)$$

$$\overline{v^2} = \int v^2 f(v) dv = \frac{3kT}{m}$$

$$\overline{E} = \frac{3}{2} kT$$

Диапазон

$$0.01 - 10^5 K$$

Температура: измерение

Термометрия

		Диапазон T	Погрешность ΔT
Первичные термометры:			
1) Газовый	$PV = RT$	2 -- 600 K	~ 0.002 K
2) Акустический (интерферометр)	$v_s = \sqrt{\frac{\gamma RT}{M}}$		$> \sim 0.01$ K
3) Шумовой	$u_N^2 = 4kTR\Delta f$		$\delta \sim 0.1\%$
4) Магнитный (парамагнетик)	$\chi = \frac{C}{T}$	10(-6) -- 10 K	

Контактные измерения

Практическое использование – вторичные термометры

1) Жидкостный



$$V_1 = V_0(1 + \beta \Delta T)$$
$$\beta = \frac{1}{V} \left(\frac{\partial V}{\partial T} \right)_P \sim 2 \cdot 10^{-4} \frac{1}{K}$$

диапазон

δ

70- 2300 K $\sim 0.001 K$

Контактные измерения- сопротивление

δ

2) Термометр сопротивления

Металл (Pt, Rh+Fe, Pt+Co.....)

0.01 - 0.001 K

$$R = R_0 (1 + \alpha \Delta T)$$
$$\alpha_T = \frac{1}{R} \left(\frac{\partial R}{\partial T} \right) \approx \frac{1}{273} = \frac{0.4\%}{K}$$

Полупроводник

$$\rho = \rho_0 \exp\left(\frac{\Delta E}{kT}\right)$$
$$\alpha_T = \frac{1}{\rho} \left(\frac{\partial \rho}{\partial T} \right) = - \frac{\Delta E}{RT^2} \sim \frac{10\%}{K}$$

Контактные измерения: ЭДС

Зеебек, 1821 (Cu/Bi)

3) Термопара

$$U = \alpha(T_1 - T_2)$$

$$\alpha = 5 - 86 \frac{\text{мкВ}}{\text{К}} (\text{Pd} / \text{Ag})$$

диапазон

1–2800 К

δ

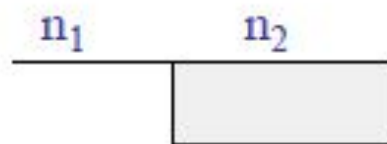
1–0.01 К

α

Контактная Разность Потенциалов

объемная составляющая термо-ЭДС

КРП



$$De \frac{dn}{dx} = \sigma E = e \mu n \frac{dV}{dx}$$

$$\frac{D}{\mu} \frac{1}{n} \frac{dn}{dx} = \frac{dV}{dx}$$

$$\frac{D}{\mu} = \frac{kT}{e}$$

$$\Delta V = \frac{kT}{e} \ln \frac{n_2}{n_1}$$



$$\Delta V = \frac{kT}{e} \ln \frac{n_2}{n_1} + \frac{A_2 - A_1}{e}$$

Бесконтактное измерение

Температура: пирометрия



Изучить самостоятельно