

ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный  
технический университет»

Ю.Е. Калинин

ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ  
ИССЛЕДОВАНИЙ

Утверждено Редакционно-издательским советом  
университета в качестве учебного пособия

Воронеж 2015

УДК 539.67, 548:537.621

Калинин Ю.Е. Экспериментальные методы исследований: учеб. пособие [Электронный ресурс]. – Электрон. текстовые, граф. данные (15 Мб) / Ю.Е. Калинин. – Воронеж : ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный технический университет», 2015. – 1 электрон. опт. диск (CD-ROM). – Систем. требования: ПК 500 и выше; 256 Мб ОЗУ; Windows XP; Adobe Acrobat; 1024x768; CD-ROM ; мышь. – Загл. с экрана.

В учебном пособии рассмотрены сведения об экспериментальных методах исследований, применяемых при контроле качества материалов, изделий и их компонентов. В частности, рассмотрены методы исследования электрических, магнитных, оптических свойств материалов электронной техники, методы механических испытаний конструкционных материалов и др. Отдельная глава пособия посвящена сканирующей туннельной микроскопии и сканирующей микроскопии на атомных силах.

Издание соответствует требованиям Федерального государственного образовательного стандарта высшего образования по направлению 16.03.01 «Техническая физика» (профиль «Физическая электроника»), дисциплине «Экспериментальные методы исследований». Может быть использовано аспирантами специальности «Физика конденсированного состояния».

Табл. 13. Ил. 204. Библиогр.: 43 назв.

Научный редактор д-р физ.- мат. наук, проф. С.А. Гриднев

Рецензенты: кафедра физики полупроводников и микроэлектроники Воронежского государственного университета (зав. кафедрой д-р физ.-мат. наук, проф. Е.Н. Бормонтов); д-р физ.-мат. наук, проф. А.Т. Косилов

© Калинин Ю.Е., 2015

© Оформление. ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный технический университет», 2015

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Физика - экспериментальная наука, основанная на опыте, и не может обойтись без математики. Количественные измерения позволяют формулировать математические зависимости между физическими величинами. Еще шумеры умели измерять три фундаментальные физические величины: длину, время, массу, однако значение экспериментальных данных и точных измерений стало понятным лишь начиная со времен Галилея (17 век). Именно тогда были заложены основы современного естествознания. Экспериментальные методы и измерительная техника в физике в настоящее время весьма многообразны. Специальные методы эксперимента развиваются не только в физике, но и в других разделах естественных и технических наук, для которых физика служит основой.

Дисциплина «Экспериментальные методы исследований», читаемая на факультете радиотехники и электроники ВГТУ, включает широкий круг методик для измерений различных физических свойств, по которым отсутствуют учебные пособия и монографии. Предлагаемое учебное пособие направлено на восполнение данного пробела.

Учебное пособие предназначено для студентов старших курсов, обучающихся по направлению "Техническая физика" и по специальностям «Микроэлектроника и твердотельная электроника», «Физика металлов», «Материаловедение и технология новых материалов», а также будет полезно аспирантам, научным работникам и инженерам, специализирующимся в области физики конденсированного состояния.

## ВВЕДЕНИЕ

Общей чертой, объединяющей инженеров, физиков и социологов, является то, что все они проводят эксперименты. И хотя проводимые ими экспериментальные методы различны, они имеют много общего. Исследователи стараются контролировать свой эксперимент или исключить влияние внешних переменных, поскольку это ускоряет его работу и делает ее более экономичной. Многие экспериментальные переменные исследователь не может контролировать, и поэтому он должен определенным образом планировать эксперимент, чтобы свести к минимуму или вообще исключить эти внешние воздействия. Кроме того биолог вынужден многократно повторять эксперимент, тогда как физик-экспериментатор может удовлетвориться несколькими отчетами. Однако это не означает, что планирование эксперимента и статистический вывод не интересуют инженера: эти методы находят применение в различных областях техники.

С другой стороны, более вероятно, что инженер-экспериментатор, имея сравнительно точные данные, будет использовать графики и формулы для представления полученных им результатов, тогда как биолог часто может ограничиться составлением простой таблицы статистических данных. В промышленных и производственных экспериментах, где имеет место взаимодействие человека и экспериментального оборудования, различие между этими двумя подходами к проведению эксперимента исчезает, и нередко инженеру приходится обращаться к методам, которые были разработаны специалистами весьма отдаленных областей исследования.

Целью эксперимента является поиск таких параметров физических явлений, которые можно измерить, получив численные значения. Между этими измеренными значениями уже можно установить определенную функциональную зависимость. Свойства физических объектов и процессов, которые можно прямо или косвенно измерить, называют физическими

величинами. Физические законы, связывающие между собой эти величины, имеют вид математических уравнений. Физические величины можно разделить на классы, каждый из которых описывает определенный круг явлений.

При измерении физической величины ее значение  $G$  сравнивают с единицей измерения  $[G]$ . Число, которое получается при измерениях, называют численным значением  $\{G\}$  физической величины:

$$G = \{G\}[G].$$

Таким образом, любая физическая величина равна произведению численного значения и единицы измерения [1].

Физические величины связаны математическими уравнениями. Можно выделить несколько независимых величин, которые не сводятся одна к другой. Их называют основными физическими величинами. Эти величины, вообще говоря, можно выбрать произвольно. Поэтому существует международное соглашение, которое определяет основные физические величины. Все остальные величины называют производными. Они определяются уравнениями, в которые входят основные физические величины или их комбинации.

В 1960 г. было заключено международное соглашение о выборе основных физических величин. Эти величины, а также производные физические величины составляют основу Международной системы Единиц СИ (Systeme International d'Unites). Во многих странах эта система единиц имеет силу закона. Международную систему единиц очень удобно использовать как в теории, так и на практике. Производные единицы в СИ получаются из основных. Наиболее важные из них имеют собственные имена и краткие обозначения.

В таблице приведены основные физические величины и их единицы измерения. Существуют точные определения этих величин.

## Основные величины и единицы измерения

Физическая величина	Обозначение	Единица измерения	Обозначение единицы изм.
Длина	$l$	Метр	м
Масса	$m$	Килограмм	кг
Время	$t$	Секунда	с
Сила электр. тока	$I$	Ампер	А
Температура	$T$	Кельвин	К
Количество вещества	$n$	Моль	моль
Сила света	$I$	Кандела	кд

Отметим, что на практике эти определения реализуются с конечной точностью. Для этого используют разнообразные методы измерений, которые постоянно совершенствуются. Если обратиться к истории, то мы увидим, как, с одной стороны, возросли требования к точности определения единиц физических величин, а с другой стороны, возникали принципиально новые способы их измерения. Исследователи стремились и стремятся связать основные физические величины с фундаментальными постоянными, которые можно в любое время измерить с хорошей воспроизводимостью.

Определим теперь понятие размерности физической величины. Размерность показывает, как связана данная величина с основными физическими величинами. Поэтому нет нужды отдельно определять единицу измерения для каждой физической величины: они выражаются через произведение основных физических единиц с целыми показателями степени и численными множителями, равными 1. В Международной системе единиц СИ основным физическим величинам соответствуют основные единицы измерения: длина, масса, время, сила тока, температура, количество вещества и сила света. Их обычно обозначают прописными буквами  $L$ ,  $M$ ,  $T$ ,  $I$ ,  $\Theta$ ,  $N$  и  $J$ .

Физическая величина и ее размерность - это не одно и то же. Одинаковую размерность могут иметь совершенно разные по своей природе физические величины, например работа и вращающий момент или сила электрического тока и напряженность магнитного поля. Размерность не содержит информации о том, является ли данная физическая величина скаляром, вектором или тензором. Однако величина размерности важна для проверки правильности соотношений между физическими величинами.

Возможное рабочее описание термина «измерение», согласующееся с нашей интуицией, звучит так: «измерение - это получение информации». Одним из наиболее существенных аспектов измерения является сбор информации; измерения производятся для того, чтобы что-то узнать об объекте измерения, то есть об измеряемой величине. Это означает, что результат измерения должен описывать то состояние или то явление в окружающем нас мире, которое мы измеряем. Между этим состоянием или явлением и результатом измерения должно существовать то или иное соотношение. Хотя получение информации очевидно, оно является лишь необходимым, но не достаточным для определения измерения: когда кто-то читает учебник, он накапливает информацию, но не выполняет измерения.

Второй аспект измерения состоит в том, что оно должно быть избирательным. Оно может снабдить нас сведениями только о том, что мы хотим измерить (об измеряемой величине), но ничего не говорит ни об одном из многих других состояний или явлений вокруг нас. Это обстоятельство тоже необходимо, но не достаточно для определения измерения. Любуясь картиной в пустой комнате, где нет ничего другого, вы получите информацию только об этой картине, но это не будет измерением.

Третьей, и также необходимой стороной дела, является тот факт, что измерение должно быть объективным. Исход измерения не должен зависеть от наблюдателя. Любой наблюдатель

должен извлекать из измерения одну и ту же информацию и приходиться к одним и тем же выводам. Но это почти невозможно, если наблюдатель будет пользоваться только своими собственными органами чувств. Наблюдения, выполненные с помощью наших органов чувств, в очень большой степени субъективны. Например, наше восприятие температуры сильно зависит от ощущения тепла или холода, предшествующего измерению. В этом легко убедиться, пытаясь определить рукой температуру кувшина с водой. Если сначала окунуть руку в холодную воду, то вода в кувшине покажется сравнительно теплой, а если вначале опустить руку в теплую воду, то вода в кувшине покажется относительно холодной. Помимо субъективности восприятия человек-наблюдатель испытывает также затруднение оттого, что существует много состояний и явлений в окружающем нас реальном мире, которые мы либо вовсе не ощущаем (например магнитные поля), либо воспринимаем лишь качественно (например очень низкие температуры или движение с большой скоростью). Таким образом, чтобы гарантировать объективность измерения, мы должны воспользоваться теми или иными приспособлениями (средствами, приборами). Назначение этих приборов состоит в том, чтобы преобразовать наблюдаемое состояние или явление в другое состояние или явление, которое наблюдатель уже не может истолковать неверно. Другими словами, прибор преобразует исходное наблюдение к такому виду, в котором оно доступно любому наблюдателю и относительно которого между наблюдателями не может быть разногласия. Поэтому желательно, чтобы результат измерения на выходе прибора можно было воспринимать объективно, например как число на алфавитно-цифровом дисплее, а не в виде субъективной оценки таких характеристик, как цвет и т.п. Измерительная техника как раз и занимается созданием таких приборов, называемых измерительными системами.

С помощью качественного измерения устанавливают природу того, что должно быть измерено; качественное измерение

обеспечивает нас информацией, необходимой для того, чтобы выбрать приборы для проведения количественного измерения. Однако почти во всех случаях у нас уже имеется эта структурная информация и нам нужно выполнить только количественные измерения.

При измерении физических величин конкретных материалов в материаловедении или технике измеряемые характеристики часто называют параметрами. Вся совокупность измеряемых параметров можно разделить на три большие группы.

1. Фундаментальные параметры, т.е. такие, величина которых слабо зависит от наличия примесей. Примерами таких параметров могут служить: упругие модули, ширина запрещенной зоны, концентрация основных носителей, магнитная индукция насыщения ферромагнитных материалов и др.

2. Характеристические параметры, т.е. такие, величина которых существенно зависит от наличия примесей. Примерами таких параметров могут служить плотность дислокаций в кристалле, удельное электрическое сопротивление полупроводников, магнитная проницаемость ферромагнетиков и т.д. Величина характеристических параметров может изменяться в миллионы раз, и поэтому, они могут быть и технологическими параметрами, т.е. характеристиками, определяющими качество аттестуемого материала или прибора. Допустимые пределы изменения величин этих параметров оговорены техническими условиями.

3. Физико-химические параметры, включающие в себя характеристики или величины, знание которых необходимо для технологии получения аттестуемых материалов и приборов на их основе. Сюда относятся температуры фазовых превращений (кристаллизации, испарения, переходов из одной кристаллической модификации в другую, температура Кюри и др.), пределы растворимости примесей и т.д.

Проблема качества аттестуемого материала, определяемого характеристическими параметрами, оказывает существенное влияние на эффективность производства из него готовых твер-

дотельных приборов. Для успешного решения вопроса повышения эффективности производства необходимо иметь надежную систему контроля качества таких материалов. При создании этой надежной системы выделяют три самостоятельных направления:

- разработка методики измерения;
- разработка аппаратуры, позволяющей реализовать выбранную методику и организация ее производства;
- метрологическое обеспечение измерений, включающее установление реальной точности методик и измерительной аппаратуры, поддержание ее в процессе эксплуатации, а также разработка системы поверок и аттестаций. Сюда же относится организация производства стандартизации образцов.

Указанные три направления развиваются неодинаково. Как правило, разработка методик опережает разработку аппаратуры и метрологию. В предлагаемом учебном пособии рассматриваются физические основы наиболее часто используемых в производственных и лабораторных условиях методов испытания, исследования и измерения основных параметров функциональных и конструкционных материалов.

# ЧАСТЬ 1. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И КОМПОНЕНТОВ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ

## 1. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ

### 1.1. Основные понятия и единицы измерения

Электропроводность  $\sigma$  и обратная ей величина - удельное электрическое сопротивление  $\rho=1/\sigma$  являются важными расчетными характеристиками применяемых в электронной технике материалов и служат объектом многочисленных исследований. Однако наибольшее количество работ, связанных с определением электропроводности, посвящено решению проблем физики твердого тела и задач металловедения.

Высокая чувствительность электрических методов измерения широко используется при исследовании фазовых превращений, дефектов тонкой структуры, концентрационных зависимостей и многих других явлений в металлах и сплавах, иногда недоступных изучению другими методами исследования.

Примеси и дефекты структуры повышают электрическое сопротивление металлов. При этом точечные дефекты играют значительно большую роль, чем протяженные несовершенства решетки. Согласно правилу Маттисена, увеличение электрического сопротивления, вызываемое примесями, при малых концентрациях последних не зависит от температуры и общее электрическое сопротивление может быть получено в результате аддитивного сложения составляющих электрического сопротивления, вызываемых фононами  $\rho_i$  и примесями  $\rho_r$ ,

$$\rho = \rho_i + \rho_r. \quad (1.1)$$

Не зависящую от температуры часть электрического сопротивления  $\rho_r$  можно определить, построив температурную

зависимость  $\rho$  от  $T$  и экстраполируя ее в области низких температур к абсолютному нулю.

Под электрическим сопротивлением проводника  $R$  понимают величину, характеризующую противодействие электрическому току. Электросопротивление  $R$  проводника, при условии отсутствия в нем внутренних источников тока, находится из уравнения закона Ома:

$$R = \frac{U}{I}, \quad (1.2)$$

где  $U$  - напряжение на концах рабочего участка проводника;  $I$  - сила тока, протекающего через проводник.

В качестве характеристики материала принимают удельное электрическое сопротивление  $\rho = R \frac{S}{l}$ .

В системе СИ  $\rho$  выражается в Ом $\cdot$ м, что соответствует сопротивлению проводника длиной в 1 м при поперечном сечении, равном 1 м<sup>2</sup>. В технической литературе обычно пользуются единицей, выражаемой в Ом $\cdot$ см и мкОм $\cdot$ см. В технике также принята размерность для  $\rho$  в Ом $\cdot$ мм<sup>2</sup>/м.

Очень важной физической характеристикой является температурная зависимость электрического сопротивления металлов, которая может быть выражена термическим коэффициентом электрического сопротивления

$$\alpha = \frac{R_T - R_{T_0}}{R_{T_0}} \cdot \frac{1}{T - T_0}, \quad (1.3)$$

где  $\alpha$  – термический коэффициент электрического сопротивления в интервале температур  $T - T_0$ ;  $R_T$  – электрическое сопротивление при температуре  $T$ ;  $R_{T_0}$  - электрическое сопротивление при температуре  $T_0$ .

В небольших интервалах температур температурная зависимость удельного электрического сопротивления металлов (при отсутствии фазовых превращений) близка к линейной

$$\rho_T = \rho_{T_0} [1 + \alpha(T - T_0)], \quad (1.4)$$

где  $\rho_0$  и  $T_0$  - начальные значения электрического сопротивления и температуры.

При прецизионных исследованиях температурной зависимости электрического сопротивления необходимо учитывать изменение размеров образца вследствие теплового расширения, которое может вносить ошибку, достигающую до 2 %. При исследовании фазовых превращений и структуры металлов с помощью измерения электрического сопротивления обычно пользуются его относительными значениями.

## **1.2. Измерение электрического сопротивления металлов и резисторов**

### **1.2.1. Метод вольтметра-амперметра**

Измерение методом вольтметра-амперметра сводится к измерению тока и напряжения в цепи с измеряемым двухполюсником и последующему расчету его параметров по закону Ома. Метод может быть использован для измерения активного и полного сопротивления, а также других параметров электрической цепи: индуктивности и емкости.

Измерение активных сопротивлений производится на постоянном токе, при этом включение резистора  $R_x$  в измерительную цепь возможно по схемам, представленным на рис. 1.1, а и 1.1, б. Обе схемы включения приводят к методическим погрешностям  $\Delta R$ , зависящим от величины электрического сопротивления приборов. При этом в схеме, представленной на рис. 1.1, а, методическая погрешность тем меньше, чем меньше электрическое сопротивление амперметра (при  $R_y \rightarrow 0 \Delta R \rightarrow$

0), а в схеме, представленной на рис. 1.1, б, эта погрешность тем меньше, чем больше электрическое сопротивление вольтметра (при  $R_v \rightarrow \infty \Delta R \rightarrow 0$ ). Таким образом, схемой, приведенной на рис. 1.1, а, следует пользоваться для измерения больших сопротивлений, а схемой, приведенной на рис. 1.1, б, - для измерения малых электрических сопротивлений.

Измерение полного сопротивления  $Z_x$  выполняется на переменном токе частотой  $f$ , рис. 1.2. По показаниям вольтметра и амперметра определяют модуль полного сопротивления

$$|Z_x| = U_V / I_A, \quad (1.5)$$

где  $U_V$ ,  $I_A$  - показания вольтметра и амперметра соответственно.

Схему, представленную на рис. 1.2, а, целесообразно применять при  $Z_x \ll Z_v$ , а на рис. 1.2, б - при  $Z_x \gg Z_v$ .

Измерение емкости методом вольтметра-амперметра может быть выполнено по схемам, представленным на рис. 1.3.

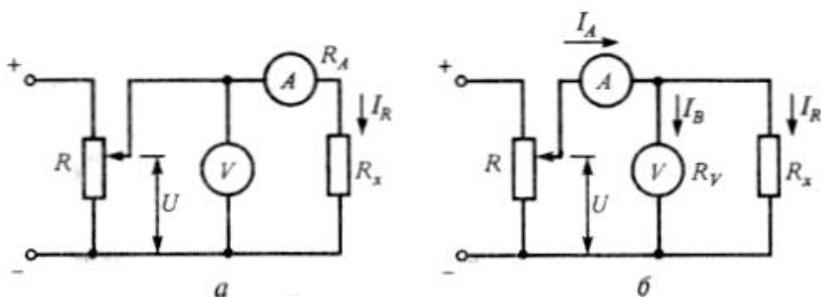


Рис. 1.1. Измерение активных сопротивлений методом амперметра-вольтметра

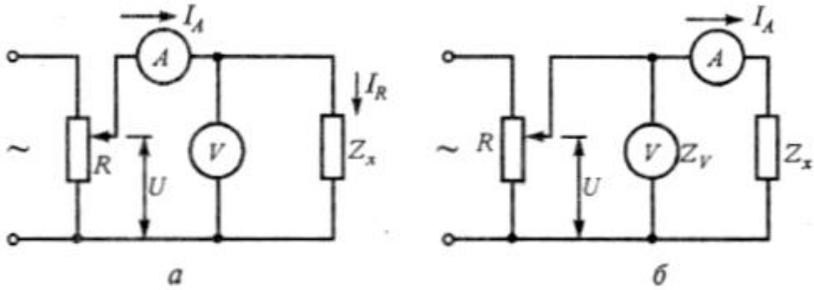


Рис. 1.2. Измерение полного сопротивления двухполюсника

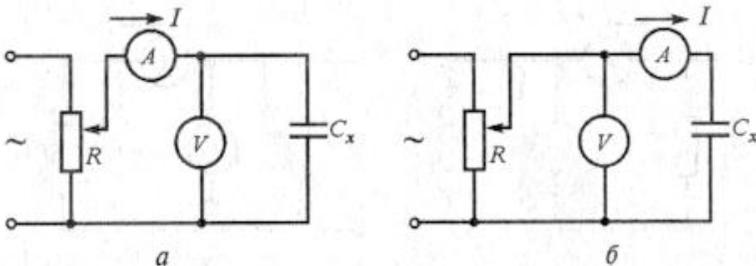


Рис. 1.3. Измерение емкости методом амперметра-вольтметра

Емкостное сопротивление конденсатора

$$X_C = I / \omega C_X = U_C / I, \quad (1.6)$$

откуда

$$C_X = I / \omega U_C. \quad (1.7)$$

Следовательно, при измерении емкости этим методом необходимо знать частоту источника питания. Для измерения больших емкостей рекомендуется схема, приведенная на рис. 1.3, а; а малых емкостей - на рис. 1.3, б.

Для измерения очень малых емкостей применяют вариант метода вольтметра-амперметра (метод двух вольтметров), схема которого приведена на рис. 1.4. Питающее напряжение  $U_1$ , измеряется вольтметром  $V_1$ . Вольтметр  $V_2$  измеряет напряжение на конденсаторе  $C_0$ , емкость которого известна  $U_2 = I / \omega C_0$ .

Ток  $I$  определяется выражением

$$I = U_1 / (1 / \omega C_x + 1 / \omega C_0),$$

откуда

$$C_x = C_0 U_2 / (U_1 - U_2). \quad (1.8)$$

Для уменьшения погрешности измерения необходимо выполнить условие  $C_0 \gg C_x$ , тогда можно упростить выражение (1.8)

$$C_x = C_0 U_2 / U_1. \quad (1.9)$$

Метод двух вольтметров позволяет измерять малые емкости от долей пикофарад.

Измерение индуктивности катушки методом вольтметра-амперметра возможно, если ее сопротивление  $R_L$  значительно меньше реактивного сопротивления  $X_L$ , (рис. 1.5, а, б). При этом

$$I = U_L / \omega L, \quad (1.10)$$

откуда

$$L = U_L / \omega I. \quad (1.11)$$

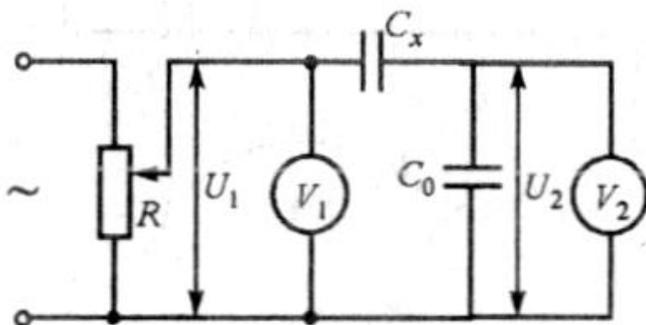


Рис. 1.4. Измерение емкости методом двух вольтметров

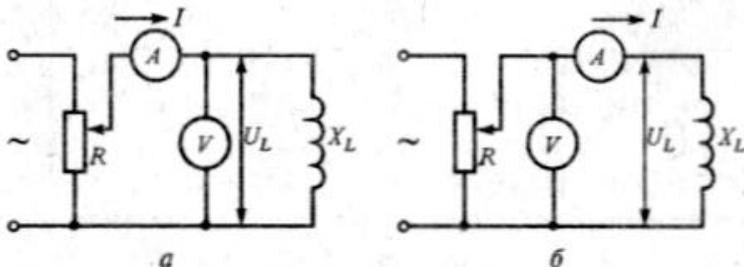


Рис. 1.5. Измерение индуктивности катушки

Если требуется получить более точный результат, то необходимо учесть сопротивление катушки. Так как

$$Z = U_L / I = \sqrt{R_L^2 + \omega^2 L^2}, \quad (1.12)$$

то

$$L = \frac{1}{\omega} \sqrt{\left(\frac{U_L}{I}\right)^2 - R_L^2}. \quad (1.13)$$

Погрешности измерения параметров элементов цепей методом вольтметра-амперметра на низких частотах состав-

ляют 0,5 - 10 % и определяются погрешностью используемых приборов, а также наличием паразитных параметров. Погрешности измерения возрастают с увеличением частоты.

### 1.2.2. Метод непосредственной оценки

Метод непосредственной оценки реализуется в приборах для измерения сопротивления постоянному току - электромеханических и электронных омметрах. Электромеханические омметры строятся на основе приборов магнитоэлектрической системы и в зависимости от величины измеряемого сопротивления могут быть выполнены по схеме с последовательным (рис. 1.6, а), либо параллельным (рис. 1.6, б) включением измеряемого сопротивления. Источником питания омметра обычно служит гальванический элемент. Ток, протекающий через магнитоэлектрический прибор, в омметре с последовательным включением при разомкнутом ключе определяется по формуле:

$$I = \frac{U}{R_x + R_A + R_p}, \quad (1.14)$$

где  $R_A$  - сопротивление прибора;  $R_p$  — сопротивление регулируемого резистора.

При постоянных значениях  $R_A$ ,  $R_p$  и  $U$  отклонение стрелки прибора  $\alpha$  определяется измеряемым сопротивлением  $R_x$ , т.е. шкала прибора может быть проградуирована в единицах сопротивления. Как следует из (1.14), шкала омметра неравномерна (см. рис. 1.6, а).

Перед проведением измерения сопротивления необходимо установить «размах» шкалы, т.е. отрегулировать омметр так, чтобы при  $R_x = \infty$  и  $R_x = 0$  стрелка прибора устанавливалась бы на начальную и конечную отметки шкалы. При незамкнутых входных зажимах омметра и разомкнутом ключе Кл (что соот-

ветствует  $R_x = \infty$ ) стрелка прибора находится в крайнем левом положении на отметке 0 мА, следовательно, эта отметка шкалы будет соответствовать  $R_x = \infty$ . Далее, замкнув ключ Кл, т.е. моделируя  $R_x = 0$ , наблюдают отклонение стрелки прибора, и в том случае, если стрелка не доходит до конечной отметки шкалы или переходит за нее, регулируют резистором  $R_p$  ток через прибор до достижения стрелкой конечной отметки. После этого, разомкнув ключ, можно выполнить измерение сопротивления  $R_x$ . Характер шкалы подсказывает, что омметр такого типа предпочтительно использовать для измерения сравнительно больших сопротивлений (до нескольких килоОм), так как при малых значениях  $R_x$  этот омметр имеет малую чувствительность.

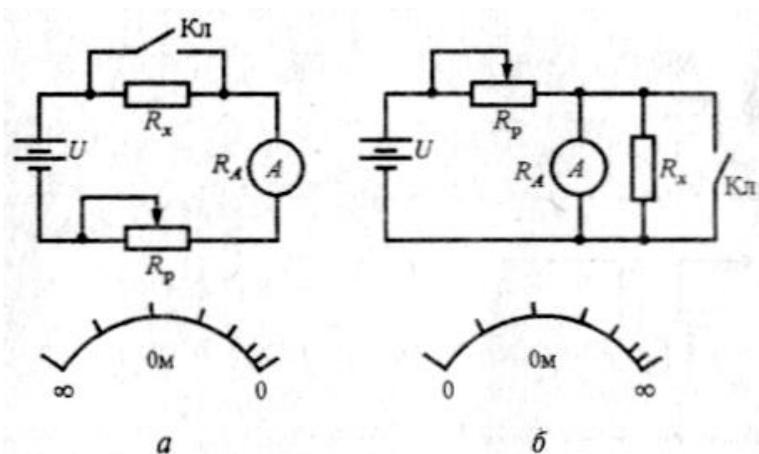


Рис. 1.6. Схема электромеханического омметра

Для измерения небольших сопротивлений применяются омметры, выполненные по схеме с параллельным включением измеряемого сопротивления, уравнение шкалы для которых имеет вид

$$I = U / [R_p + R_A R_x / (R_A + R_x)]. \quad (1.15)$$

Как и в схеме с последовательным включением, здесь отклонение стрелки прибора зависит только от  $R_x$  при условии, что остальные члены уравнения (1.15) постоянны. Перед проведением измерения также необходимо установить размах шкалы, моделируя ситуацию  $R_x = 0$  и  $R_x = \infty$  и регулируя ток  $I$  сопротивлением резистора  $R_p$ . Для омметра с параллельным включением нулевое положение указателя совпадает с нулевым значением измеряемого сопротивления, а крайнее правое положение стрелки соответствует  $R_x = \infty$ . Шкала такого омметра изображена на рис. 1.6, б. Омметры, выполненные по схемам рис. 1.6, а, б, выпускаются как отдельные приборы, а также входят в состав комбинированных приборов (тестеров, авометров). Класс точности омметров не ниже 2,5.

### 1.2.3. Электронные омметры

При использовании электронных омметров применяются два метода измерения: метод стабилизированного тока в цепи делителя и метод преобразования измеряемого сопротивления в пропорциональное ему напряжение.

Схема измерения сопротивления по методу стабилизированного тока приведена на рис. 1.7, а. Делитель напряжения, составленный из известного образцового  $R_{обр}$  и измеряемого  $R_x$  сопротивлений, питается от источника опорного напряжения  $U_{оп}$ . Падение напряжения на образцовом резисторе усиливается усилителем  $U$  с большим входным сопротивлением. Выходное напряжение усилителя  $U_{вых}$  зависит от значения сопротивления  $R_x$ . В качестве индикатора обычно применяется микроамперметр магнитоэлектрической системы, шкала которого градуируется в единицах сопротивления. Если усилитель имеет коэффициент усиления  $K$  и входное сопротивление  $R_{вх} > R_{обр}$ , то измеряемое сопротивление определяется выражением

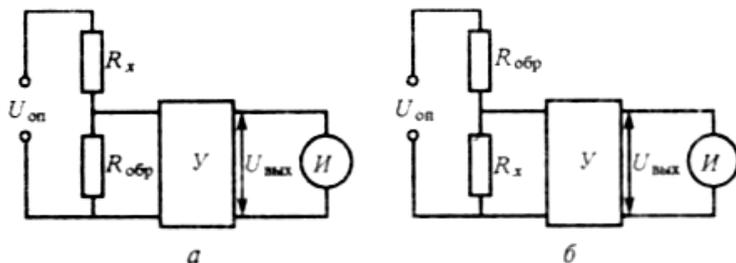


Рис. 1.7. Измерение сопротивления по методу стабилизированного тока

$$R_x = [(KU_{оп} / U_{вых}) - 1]R_{обр}. \quad (1.16)$$

Этот вариант схемы омметра применяется для измерения достаточно больших сопротивлений, когда  $R_x > R_{обр}$ .

Для измерения малых сопротивлений ( $R_x < R_{обр}$ ) используется схема, представленная на рис. 1.7, б. Измеряемое сопротивление здесь определяется выражением

$$R_x = R_{обр} / (KU_{оп} / U_{вых} - 1). \quad (1.17)$$

Эта схема реализована в ряде выпускаемых промышленностью миллиомметров, обеспечивающих измерение активных сопротивлений в диапазоне  $10^{-4} - 10^2$  Ом с погрешностью 1,5 - 2,0 %.

Измерение средних и больших (до  $10^8$  Ом) сопротивлений осуществляется с использованием преобразования измеряемого сопротивления в пропорциональное ему напряжение. В основу метода положен принцип работы операционного усилителя ОУ постоянного тока с отрицательной обратной связью (рис. 1.8).

Для схемы, представленной на рис. 1.8, а, измеряемое сопротивление  $R_x$  определяется выражением

$$R_x = U_{он} R_{обр} / U_{вых}, \quad (1.18)$$

где  $U_{вых}$  - выходное напряжение усилителя;  $R_{обр}$  - сопротивление образцового резистора.

При постоянных значениях  $U_{он}$  и  $R_{обр}$  напряжение  $U_{вых}$  будет зависеть только от  $R_x$  и, следовательно, шкала микроамперметра может быть отградуирована в единицах сопротивления. Указанная схема применяется в основном для измерения больших сопротивлений в приборах, называемых тераомметрами.

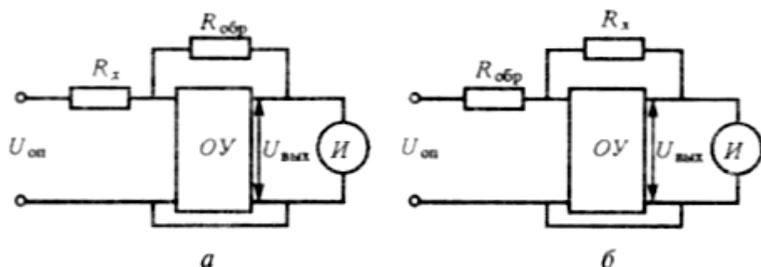


Рис. 1.8. Схемы омметров на основе операционных усилителей

Поменяв местами  $R_x$  и  $R_{обр}$ , получим схему (рис. 1.8, б), пригодную для измерения малых сопротивлений (от единиц Ом). Измеряемое сопротивление в такой схеме определяется выражением

$$R_x = U_{вых} R_{обр} / U_{он}. \quad (1.19)$$

Применение в одном приборе обеих вариантов схем позволяет создать измерители сопротивления с диапазоном измерения от единиц Ом до нескольких десятков мегаОм с погрешностью не более 10 %.

### 1.2.4. Измерительные мосты постоянного тока

Важным классом средств измерения, предназначенных для измерения электрического сопротивления методом сравнения, являются мосты. Сравнение измеряемой величины с образцовой мерой при помощи моста в процессе измерения может осуществляться вручную или автоматически, на постоянном или на переменном токе. Мостовые схемы обладают большой точностью, высокой чувствительностью, широким диапазоном измеряемых значений параметров. На основе мостовых методов измерения строятся средства измерения, предназначенные как для измерения какой-либо одной величины, так и универсальные аналоговые и цифровые приборы.

Одинарный мост постоянного тока. Для относительно больших сопротивлений ( $R > 5 \text{ Ом}$ ) применяют схемы одинарного моста. Такой мост (рис. 1.9) содержит три известных резистора  $R_2$ ,  $R_3$ ,  $R_4$  и измеряемого  $R_X$ , соединенных в кольцевой замкнутый контур. Резисторы этого контура называются плечами моста, а точки соединения соседних плеч - вершинами моста. Цепи, соединяющие противоположные вершины, называют диагоналями. Диагональ  $ab$  содержит источник питания и называется диагональю питания. Диагональ  $cd$ , в которую включен чувствительный нуль-прибор (гальванометр)  $G$ , называется измерительной диагональю. Мосты постоянного тока предназначены для измерения активного сопротивления. Измерение сопротивления  $R_X$  осуществляется путем уравнивания моста за счет изменения одного из сопротивлений нижней ветви ( $R_2$ ) или за счет изменения соотношения сопротивлений  $R_2$  и  $R_4$  при помощи подвижного контакта.

Когда мост уравновешен и отклонение гальванометра равно нулю, разность потенциалов между точками  $c$  и  $d$  отсутствует и падение напряжения между точками  $a - c$  и  $a - d$  одинаково. В этом случае

$$I_a R_x = I_d R_2. \quad (1.20)$$

Аналогично

$$I_c R_3 = I_d R_4. \quad R_x = \frac{R_3}{R_4} \cdot R_2. \quad (1.21)$$

Обычно в мостах выбирают  $R_3 = R_4$ , а  $R_2$  градуируют в Омах.

Основная погрешность уравновешенного моста определяется чувствительностью гальванометра, чувствительностью схемы, погрешностью сопротивлений плеч, а также сопротивлениями монтажных проводов и контактов. При измерении малых сопротивлений существенным источником погрешности может явиться сопротивление контактов и проводов, с помощью которых измеряемый резистор подключается к входным зажимам моста, так как оно полностью входит в результат измерения.

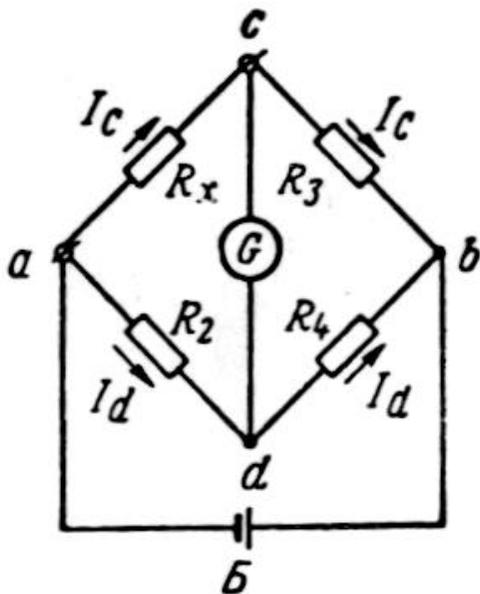


Рис. 1.9. Схема одинарного моста постоянного тока

Чтобы уменьшить погрешность, иногда при измерении малых сопротивлений включают во вторую ветвь моста дубликаты потенциальных выводов в качестве дополнительного сопротивления. Возможно также применение схем, в которых при помощи попеременного включения исследуемого сопротивления в различные ветви моста исключаются указанные погрешности (рис. 1.10). Представленные на рис. 1.10  $c_1$  и  $c_2$  – токоподводы измеряемого сопротивления,  $p_1$  и  $p_2$  – потенциальные выводы, включающие сопротивления контактов с исследуемым образцом. Сопротивления  $R_1$  и  $R_2$  могут быть выбраны равными.

Мост уравнивается дважды с подключением исследуемого сопротивления в разные ветви. Регулируемое сопротивление в первом случае (рис. 1.10, а) имеет значение  $R_a$ , а во втором (рис. 1.10, б) –  $R_b$ . В этом случае

$$R_a + c_1 = X + c_2 + R_3,$$

$$R_b + c_1 + X = c_2 + R_3.$$

Решая совместно систему уравнений, получим

$$X = \frac{R_a - R_b}{2}. \quad (1.22)$$

Сопротивления токоподводов  $c_1$  и  $c_2$  при этом необходимо выбирать малыми по сравнению с исследуемым и оставлять неизменными в процессе всего эксперимента, так же как и условие  $R_1 = R_2$ . Описанная схема удобна для тех случаев, когда по тем или иным причинам выгодно пользоваться схемой одинарного моста.

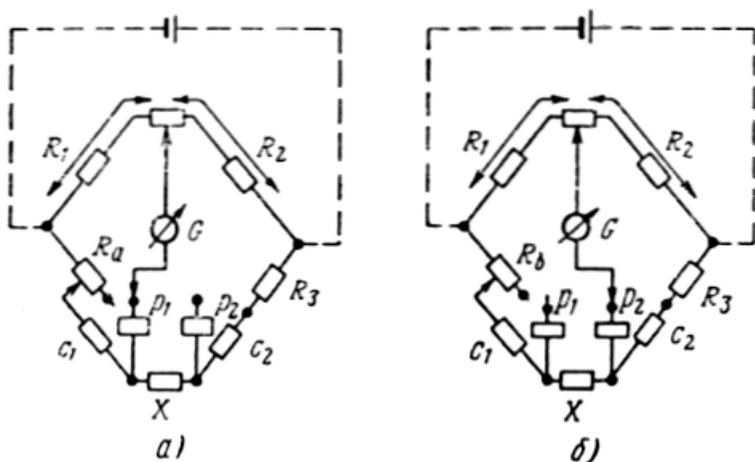


Рис. 1.10. Схема моста для измерений малых сопротивлений:  
 а) первое положение равновесия моста;  
 б) второе положение равновесия моста

Двойной мост постоянного тока. Для измерения малых сопротивлений (от 1 до  $10^{-8}$  Ом) применяют двойные мосты. Схема двойного моста представлена на рис. 1.11. Для исключения влияния сопротивлений соединительных проводов и переходных сопротивлений контактов измеряемое сопротивление  $R_x$  присоединяется по четырехзажимной схеме включения: двумя токовыми зажимами в цепь источника питания моста, а двумя потенциальными — в измерительную цепь. Аналогичные зажимы имеет образцовое сопротивление  $R_0$ . В цепь источника питания моста входит регулировочное сопротивление  $R_p$ , измеряемое сопротивление  $R_x$ , образцовое сопротивление  $R_0$  (одного порядка по величине с  $R_x$ ) и сопротивление  $R_{III}$ .

Сопротивление плеч  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  и  $R_4$ , входящие в измерительную цепь, выбирают достаточно большими (сотни и тысячи Ом), поэтому влияние сопротивлений монтажных проводов и переходных сопротивлений в контактах пренебрежимо мало. При равновесии моста формула для определения сопротивления имеет вид

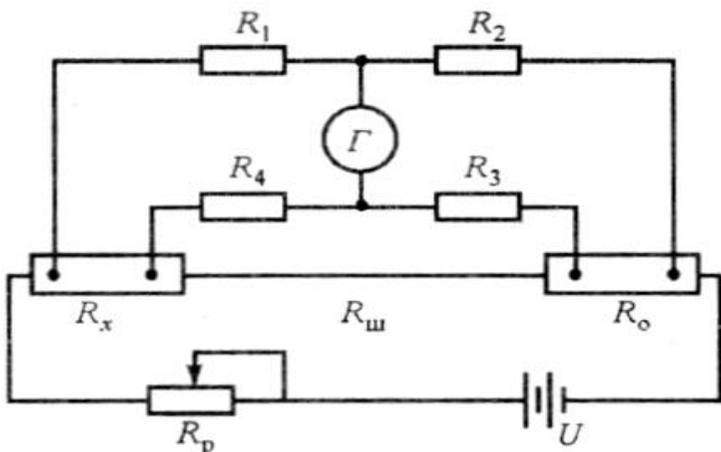


Рис. 1.11. Схема двойного моста постоянного тока

$$R_x = \frac{R_1}{R_2} R_0 + \frac{R_3 R_{III}}{R_3 + R_4 + R_{III}} \left( \frac{R_1}{R_2} - \frac{R_4}{R_3} \right). \quad (1.23)$$

При соблюдении равенства

$$R_1 / R_2 = R_4 / R_3 \quad (1.24)$$

и достаточно малом сопротивлении  $R_{III}$  вторым членом формулы (1.23) можно пренебречь. Тогда формула (1.24) упрощается

$$R_x = R_0 \frac{R_1}{R_2}. \quad (1.25)$$

При этом равенство (1.25) должно соблюдаться постоянно, поэтому сопротивления  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  и  $R_4$  регулируются при помощи спаренных органов управления. Резистор  $R_{III}$  представляет собой короткий отрезок медной шины большого сечения, сопротивление которого очень мало.

Ток в цепи образца выбирается возможно большим, но таким, чтобы образец не нагревался. Сопротивления  $R_0$  и  $R_3 = R_4$

определяются в зависимости от сопротивления исследуемого образца  $R_X$ . Обычно пользуются соотношениями, близкими к указанным в табл. 1.1. В мостах различных систем могут быть большие или меньшие возможности для выбора указанных сопротивлений. Приводимые в таблице значения являются характерными для наиболее распространенных мостов.

Таблица 1.1

Ориентировочные значения электрических сопротивлений  
двойного моста в Ом

$R_X$	100-10	10-1	1-0,1	0,1-0,01	0,01-0,001	0,001-0,0001
$R_3 = R_4$	10	100	100	100	100	1000
$R_0$	1	1	0,1	0,01	0,001	0,001

Промышленностью выпускаются одинарные и одинарно-двойные мосты постоянного тока классов от 0,005 до 5. Возможности одинарного и двойного моста иногда совмещаются в схемах одинарно-двойных мостов. Примером такого совмещения является мост постоянного тока Р-329.

### 1.2.5. Метод дискретного счета. Цифровые приборы

В основу работы цифровых средств измерения параметров двухполюсников, реализующих метод дискретного счета, положено преобразование измеряемого параметра в пропорциональный интервал времени и измерение этого интервала путем заполнения его счетными импульсами. Для этого используются закономерности аperiодического процесса, возникающего при подключении заряженного конденсатора или катушки с током (индуктивности) к образцовому резистору. При измерении активного сопротивления используется процесс разряда образцового конденсатора через измеряемый резистор. Наибольшее применение метод дискретного счета нашел при создании цифровых измерителей емкостей и сопротивлений.

Структурная схема цифрового измерителя емкости и сопротивления приведена на рис. 1.12. Прибор работает следующим образом.

Перед началом измерения ключ Кл находится в положении 1 и конденсатор  $C_x$  заряжается через ограничительный резистор  $R$  до напряжения источника  $U$ . В момент начала измерения  $t$ , (рис. 1.13, а) управляющее устройство УУ вырабатывает импульс, который сбрасывает предыдущее показание счетчика импульсов Сч, открывает электронный ключ ЭК и переводит ключ Кл в положение 2. Конденсатор  $C_x$  начинает разряжаться через образцовый резистор  $R_{обр}$  по экспоненциальному закону (рис. 1.13, б)

$$U_C = U \cdot e^{-(t-t_1)\tau}, \quad (1.26)$$

где  $\tau = R_{обр}C_0$  - постоянная времени цепи разряда.

В момент  $t_1$  импульсы генератора импульсов ГИ, следующие с частотой  $f_0$  начинают поступать на вход счетчика импульсов Сч. Через интервал времени  $t$  напряжение на конденсаторе принимает значение

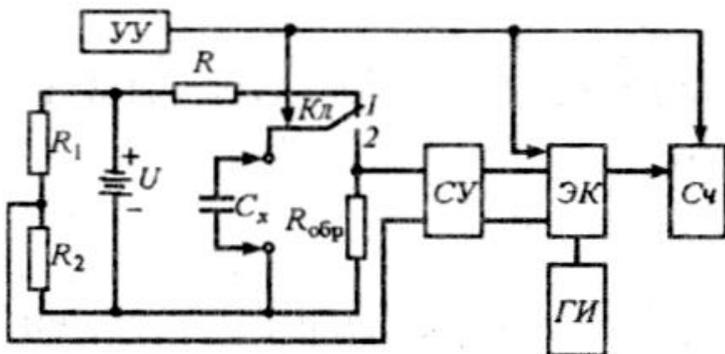


Рис. 1.12. Цифровой прибор для измерения электрического сопротивления и емкости

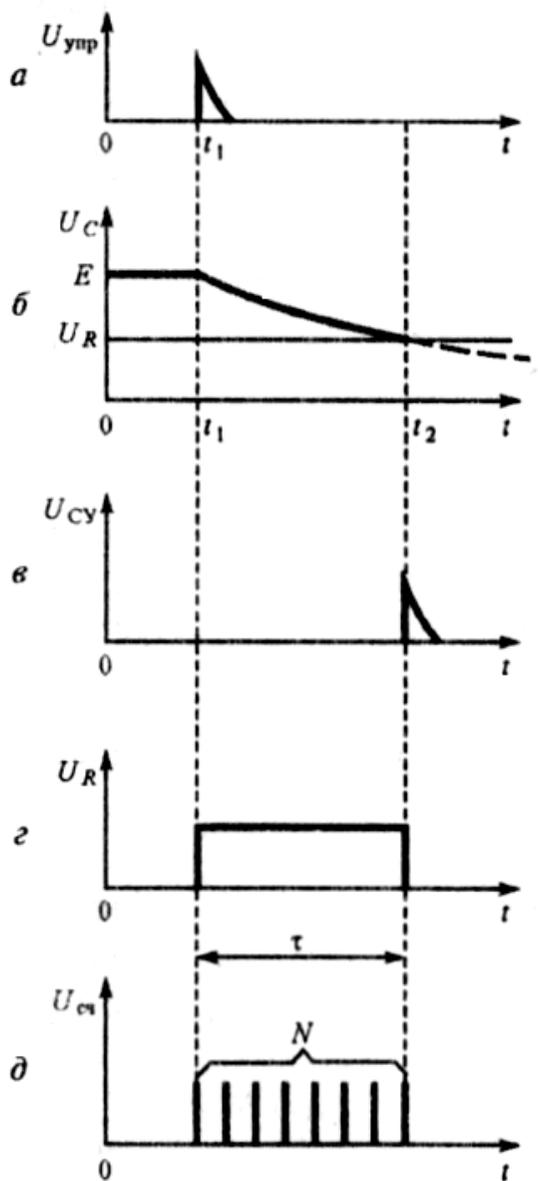


Рис. 1.13. Временные диаграммы для измерения емкости

$$U_C = U/e = 0,37 \cdot U. \quad (1.27)$$

Напряжение  $U_C$  подается на один из входов сравнивающего устройства СУ, а ко второму входу устройства подводится напряжение  $U_R$ , снимаемое с резистора  $R_2$  делителя, который состоит из резисторов  $R_1$  и  $R_2$ . Если подобрать резисторы  $R_1$  и  $R_2$  так, чтобы напряжение  $U_R$  было равно  $0,37 \cdot U$ , то в момент  $t_2$  равенства напряжений  $U_C$  и  $U_R$  на входе сравнивающего устройства возникает второй импульс, который закрывает электронный ключ и счетчик прекращает подсчет импульсов (рис. 1.13, в).

Если за время  $t_2 - t_1 = \tau$  на счетчик поступило  $N$  импульсов, то можно записать  $N = f_0 \tau$ . Так как  $\tau = R_{обр} C_X$ , то при фиксированных значениях  $f_0$  и  $R_{обр}$

$$C_X = N / R_{обр} f_0, \quad (1.28)$$

т.е. измеряемая емкость прямо пропорциональна показанию счетчика, и счетчик может быть отградуирован в единицах емкости.

При наличии образцового конденсатора  $C_{обр}$  можно аналогичным образом измерить сопротивление резистора

$$R_X = N / C_{обр} f_0 = KN. \quad (1.29)$$

Приборы для измерения параметров электрических цепей, использующие метод дискретного счета, обеспечивают сравнительно малую погрешность измерения (0,1 - 0,2 %). К недостаткам таких приборов можно отнести невозможность измерения параметров на рабочей частоте.

### **1.3. Измерение электрической проводимости в полупроводниках и диэлектриках**

#### **1.3.1. Подготовка образцов к измерениям**

Для того чтобы подготовить образец к измерениям, необходимо вырезать его из слитка, обработать поверхность и изготовить омические контакты. Так как полупроводниковые материалы обладают обычно высокой твердостью и хрупкостью, то для их обработки применяются специфические методы резки, шлифовки, полировки.

Резку производят несколькими способами. Наиболее проста и производительна резка алмазными дисками. Слиток наклеивают на слиткодержатель и режут на пластины вращающимся диском, армированным алмазным порошком. Получаемые образцы могут иметь линейные размеры от 1 до 60-100 мм при минимальной толщине пластины в несколько сотен микрометров. В последнее время широко применяется резка внутренней кромкой алмазных дисков.

В технике измерений для изготовления образцов сложной формы широко применяют резку ультразвуком. Шаблон специальной формы, изготовленный из стали или латуни, прикрепляют к магнитострикционному стержню, вибрирующему с частотой несколько десятков мегагерц. Пластины полупроводника покрывают суспензией шлифпорошка, который под действием ультразвука разрушает полупроводник в точке соприкосновения с шаблоном. Таким образом, в пластине прорезается необходимое отверстие по заданной форме.

Ультразвуковая резка в последнее время заменила пескоструйную, применявшуюся ранее для изготовления образцов сложного профиля. При пескоструйной обработке необходимую часть образца защищали шаблоном, а остальные части пластины удаляли абразивом, который подавался под давлением вместе со струей воздуха.

Для изготовления образцов специальной формы используют также электроэрозионную резку. При этом между полу-

проводником и металлическим шаблоном (диском, проволокой, стержнем) подают напряжение, причем всю систему помещают в жидкий диэлектрик (деионизованную воду, керасин). Резка полупроводника происходит под действием искрового пробоя. К достоинству метода можно отнести то, что при эрозионной резке не загрязняется поверхность полупроводника. Кроме того, метод позволяет изготавливать образцы микроскопических размеров, порядка десятков микрометров.

Для устранения нарушенного слоя, возникающего в процессе резки, а также для того, чтобы придать образцу необходимую форму и параллельность плоскостей, прибегают к шлифовке и полировке. Шлифовку производят на стеклянных дисках вручную или на специальных станках с применением шлифпорошков (M28, M14, M10, M5), размер зерен которых в микрометрах указан цифрой. При полировке применяют мелкие шлифпорошки и алмазную пудру АСМ-3, АСМ-1 (размер зерен которой около одного или нескольких микрон), окись хрома.

Обычно образцы приклеивают пицеином или воском на специальный держатель. После шлифовки или полировки одной стороны образец переворачивают и шлифуют другую сторону.

Для удаления слоя, нарушенного в результате резки и шлифовки, и для очистки поверхности служит травление. Образцы травят в смеси кислот (плавиковой и азотной), в 30 %-ном растворе  $H_2O_2$ , растворах щелочей. Перед травлением образец обезжиривают в ацетоне, четыреххлористом углероде, бензоле или спирте. Травление производят в специальной посуде из фторопласта, кварца или полиэтилена при различных температурах. Обычно с повышением температуры скорость травления увеличивается. Для замедления травления часто используют охлаждение травителя.

Существуют различные травители для гладкого или селективного травления. В первом случае поверхность приближается к оптической, и все дефекты сглаживаются. Во втором

случае дефекты поверхности, кристаллические блоки, следы определенных кристаллографических плоскостей выделяются.

### **1.3.2. Методы получения омических контактов**

Контакты металла с полупроводником можно было бы считать идеальными, если бы они не создавали никакого дополнительного сопротивления для тока, не реагировали химически с исследуемым веществом, не меняли своих свойств при изменении условий освещения, температуры или величины приложенного электрического поля и не создавали эффектов выпрямления. Такие контакты обычно называют омическими.

Основным источником ошибок при измерении электропроводности полупроводников служат переходные сопротивления на контактах. В образцах с малым удельным электрическим сопротивлением главную роль играют несовершенства механического контакта, в образцах большего удельного электрического сопротивления – запорные слои, возникающие на контактах благодаря разности контактных потенциалов. Необходимым условием большинства измерений считается устранение влияния переходных сопротивлений на контактах. В первую очередь это достигается изготовлением омических контактов или выбором существующего метода измерений (применением бесконтактных электромагнитных методов или зондовых компенсационных методов измерений). В последние годы, используя определенные материалы для электродов, удалось достичь того, что электрические контакты с некоторыми веществами оказались близкими по своим свойствам к идеальным. Тем не менее, выбор материала электродов, обеспечивающих с полупроводниковым веществом идеальный контакт, до настоящего времени остается неопределенным и требует большого искусства.

Реальные омические контакты представляют собой большее или меньшее приближение к идеальному омическому

контакту. Причина повышенного сопротивления в омическом контакте – существование потенциального барьера и запирающего слоя, связанного с ним. Один из наиболее эффективных и часто употребляемых методов уменьшения последовательного сопротивления контакта и инжекции – это создание непосредственно у контакта области полупроводника с удельным электрическим сопротивлением, во много раз меньшим удельного сопротивления основного объема полупроводника (так называемые  $n^+$  и  $p^+$  - области). Поскольку приконтактная область будет характеризоваться высокой концентрацией примесей, то инжекция неосновных носителей в неё будет ослаблена. Кроме того, увеличение концентрации примесей связано, как правило, со снижением времени жизни в приконтактной области. Если эти примеси будут иметь к тому же достаточно большое эффективное сечение захвата, то влияние инжекции неосновных носителей заряда из контакта будет в значительной степени ослаблено.

Таким образом, к омическим контактам предъявляются следующие требования:

- контакт не должен выпрямлять, т.е. его электрическое сопротивление не должно зависеть от направления протекающего тока;

- должны отсутствовать нелинейные эффекты, т.е. электрическое сопротивление контакта не должно зависеть от величины протекающего тока;

- электрическое сопротивление контакта должно быть малым по сравнению с сопротивлением измеряемого полупроводника;

- контакт должен быть механически прочным, надежным и стабильным во времени;

- шумы контакта даже при больших токах, протекающих через контакт, должны быть малыми.

При измерениях многих параметров полупроводников применяют следующие типы контактов: прижимные, припаянные, сплавные, электролитические, напыленные, сварные, тер-

мокомпрессионные, пастовые, полученные катодным распылением и полученные искровым методом.

Прижимные контакты, как правило, могут действовать лишь при комнатной и высокой температурах, но при понижении температуры их сопротивление обычно увеличивается. Часто используют точечные вольфрамовые контакты, контакты из карбида вольфрама (сплавы ВК6, ВК10, ВК15), нержавеющей стали, никеля и фосфористой бронзы. Для прижимных контактов большой площади при высоких температурах хорошо служит графит. Прижимные контакты чаще всего подвергают формовке для улучшения их свойств.

Припаянные контакты наносят на полупроводник в воздушной среде при относительно низкой температуре с помощью паяльника, обычных припоев и флюсов на основе хлористого цинка. Во многих случаях контакты оказываются вполне удовлетворительными, например контакты олова с германием n-типа. В большинстве работ применяют индий, олово и обычный промышленный припой. В некоторых работах применяют серебряный припой и бронзовые контакты.

Сплавные контакты изготавливают при высокой температуре (300-1000 °С) в специальной атмосфере, например в атмосфере аргона или водорода. Вплавление обычно проводят при температурах выше температуры пайки сплавляемых веществ. Для впавления требуются вакуумные печи или нагреваемые трубчатые печи с возможностью впуска в них соответствующего газа. Сплавные контакты можно получать (как омические, так и выпрямляющие), применяя разные металлы или сплавы для полупроводников n- и p-типа. Вплавление контактов к таким полупроводникам как германий, кремний и соединения  $A^{III}B^V$ , наиболее надежно и удовлетворяет всем требованиям к омическим контактам, перечисленным выше. Сплавные и припаянные контакты большей частью не годятся для таких полупроводников, как окислы и сульфиды металлов.

Электролитические контакты обычно хорошо работают при комнатных и высоких температурах, однако при низких температурах электрическое сопротивление их может быть большим. Металл наносится на полупроводник из раствора электролита. Полупроводник служит катодом, в качестве анода используют выбранный металл. Плотность тока обычно составляет несколько миллиампер на квадратный сантиметр. Время нанесения – несколько минут. Чаще всего наносят металлы: никель, медь, радий, палладий, цинк, индий, олово.

Достоинство метода в его быстроте и простоте. Однако метод имеет некоторые недостатки: контакты мало надежны, обладают большими шумами, плохо ведут себя при низких температурах, при которых электрическое сопротивление обычно повышается. Кроме того, при нанесении контактов поверхность загрязняется.

Напыленные контакты, полученные путем испарения напыляемого металла в вакууме, близки по своим свойствам к электролитическим контактам и применяются для материалов, на которых трудно получить контакты другого типа. Различные металлы напыляются в вакууме  $10^{-4}$ - $10^{-7}$  Торр. Обычно напыление производят на горячую подложку через маску или специальный шаблон. Если после напыления не проводят дополнительного сплавления, то для получения омического контакта необходимо выполнять дополнительные требования: для получения омических контактов к полупроводнику n-типа необходимо напылять металл, работа выхода которого меньше, чем у исследуемого полупроводника. Для полупроводника p-типа, наоборот, работа выхода должна быть больше. В первом случае напыляются металлы типа золота, платины, во втором случае – алюминия, магния. Этот метод имеет то преимущество, что можно получить контакты любой формы и весьма малой площади, в предельном случае порядка  $5 \times 10 \text{ мкм}^2$ .

Методом напыления получают контакты к селену, сульфидам кадмия и цинка, закиси меди, ферритам и другим полупроводникам.

Сварные контакты на полупроводнике получаются привариванием тонких проволочек и часто используются как выпрямляющие контакты. Для сварки применяется постоянный ток, переменный ток или разряд конденсатора. Точечная сварка приводит к вплавлению проволочки в полупроводник или диффузии примесей. Вследствие пробоя приконтактной области её электрическое сопротивление понижается. При формовке в металл проволоки добавляют примесь элементов, создающих тот же тип проводимости, который имеет полупроводник. Например, для полупроводника n-типа используют фосфористую бронзу, для полупроводника p-типа - алюминий.

При сварке пропускают более мощный импульс тока, который разогревает и сваривает полупроводник с металлом. Контакты, полученные формовкой и сваркой, в ряде случаев имеют неудовлетворительные механические свойства. Кроме того, портится область полупроводника, находящаяся вблизи контактов.

Пастовые контакты получают нанесением пасты с металлическим порошком, например золотым, серебряным или бронзовым. В некоторых случаях в пасте содержится связующее вещество, которое следует выжигать предпочтительно при 500 °С. В других случаях применяют более летучие связующие вещества, которые достаточно легко удаляются высушиванием на воздухе, при этом получают вполне удовлетворительные контакты. Иногда пасту используют для создания электрического или механического контакта с другим контактом, полученным припаиванием, вплавлением или даже электролитическим способом. В массовом производстве схем на керамике и подобных материалах контакты получают напылением из пульверизатора. При этом металл из специального

пульверизатора в виде мелких расплавленных капель распыляют по поверхности.

Термокомпрессионные контакты получаются в том случае, когда тонкую проволочку соответствующего металла, обычно алюминия или золота, прижимают под большим давлением к нагретой поверхности полупроводника. При этом происходит молекулярное сцепление поверхности металла и полупроводника. Поскольку при термокомпрессии получают контакты малой площади, необходимо в каждом конкретном случае оценивать величину пропускаемого через контакт тока, так как при большой плотности тока контакт перестает быть омическим.

Термокомпрессионный метод сочетает давление на присоединяемый к полупроводнику металл и нагревание всей системы металл - полупроводник. При этом связь может образовываться как за счет появления жидкой фазы, так и без неё. Контакты получаются механически прочными, и их можно применять до температур  $\sim 400$  °С. При этом хорошо сохраняется омичность контактов.

Контакты, приготовленные катодным распылением. Пластинку из распыляемого металла подвешивают к катоду, а образец полупроводника располагают на аноде. Процесс идет в атмосфере аргона при давлении 0,1-0,15 Торр. На электроды подается напряжение  $\sim 1500-2000$  В. При таких напряжениях между катодом и анодом возникает газовый разряд. Положительно заряженные ионы газа, бомбардируя поверхность распыляемого металла, отделяют от него атомы, которые, попадая на полупроводник, осаждаются в виде металлического слоя.

В процессе катодного распыления образец нагревается. Во избежание этого распыление ведут небольшими периодами продолжительностью в 10-12 секунд с последующими перерывами 3-5 минут или в процессе распыления образец охлаждают. Подаваемое на катод напряжение регулируют

таким образом, чтобы идущий ток не превышал  $1 \text{ mA/cm}^2$  поверхности катода.

Контакты, изготовленные искровым способом, чаще всего применяют, когда необходимо избежать нагрева всего образца, так как для улучшения контакта, полученного при простом нанесении металла, его необходимо нагревать. Электрод 1 (рис. 1.14) прижимают к поверхности полупроводника, а электрод 2 приближают к нему, ведя по поверхности образца, пока не проскочит искра. Различием в геометрии электродов довольно хорошо определяется место образования контакта, причем осаждаемый контактный материал переходит главным образом с треугольного электрода. Нанесенные искровым методом контакты весьма надежны. Изготовление их требует гораздо меньше времени и более простой аппаратуры, чем вакуумная металлизация или нанесение гальванического покрытия.

После изготовления контактов металл-полупроводник с помощью одного из указанных выше способов проверяют их омические свойства, измеряя их вольтамперные характеристики контактов при различных направлениях тока. Если эти характеристики имеют линейный характер, то контакты считаются омическими. Отступления от линейности свидетельствуют о неомичности контактов. Чаще всего при небольших напряжениях, приложенных к контакту, вольтамперные характеристики имеют линейный характер, а отступления от линейности наблюдаются при значительных напряжениях.

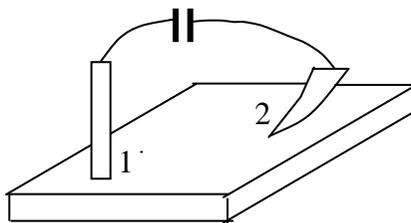


Рис. 1.14. Схема получения контактов искровым методом

В случае отсутствия линейности вольтамперной характеристики контактов следует определить эффективный коэффициент выпрямления переменного тока, который измеряют по схеме, представленной на рис. 1.15. При этом эффективный коэффициент выпрямления рассчитывают по формуле

$$K_{\text{эф}} = \frac{I(r_1 + r_2 + r_3)}{U}, \quad (1.30)$$

где  $I$  – постоянная составляющая электрического тока;  $U$  – падение напряжения на образце;  $r_1$  – омическое сопротивление генератора переменного тока (звукового генератора);  $r_2$  – сопротивление микроамперметра постоянного тока;  $r_3$  – сопротивление исследуемого образца.

В схеме рис. 1.15 постоянная составляющая тока, возникающая благодаря некоторому выпрямлению на контактах, измеряется микроамперметром 2, а переменная составляющая проходит через емкость  $C$ , которая должна быть достаточно большой. Указанный метод позволяет определять малые отклонения от линейности, которые невозможно обнаружить при измерении вольтамперных характеристик.

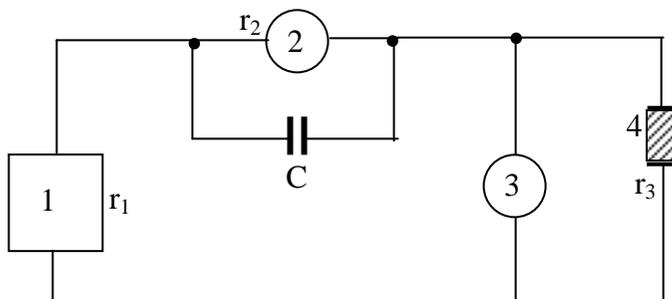


Рис. 1.15. Схема для определения эффективного коэффициента выпрямления на контактах металл-полупроводник:

- 1 – звуковой генератор; 2 – микроамперметр;  
3 – ламповый вольтметр; 4 – исследуемый образец

В заключение этого раздела приведем наиболее используемые контакты металлов для некоторых полупроводников (табл. 1.2).

Таблица 1.2  
Материалы для омических контактов

Полупроводник	Тип проводимости	Металл
Si	n,p	Al
	n,p	Au
	n	Ni, Sb, Te
	p	In, Ga
Ge	n,p	Au
	p	In
	n	Sn, AuSn
	p	InZn
InP	n	AuSn, Sn
	p	AuZn, InZn
CdS	n	In, Au, Ga
CdSe	n	In, Ga, Ag
CdTe	n	In, InZn
	p	Au, Pt, Ni, In

### 1.3.3. Четырехзондовый метод измерения

Четырехзондовый метод измерения удельного электрического сопротивления полупроводников является самым распространенным. Основное преимущество четырехзондового метода в том, что не требуется создания омических контактов к образцу и возможно измерение удельного электрического сопротивления образцов самой разнообразной формы и размеров. Условием для его применимости с точки зрения формы образца является наличие плоской поверхности, линейные размеры которой превосходят линейные размеры системы зондов. Многие особенности реальных образцов, связанные с их формой и характером условий на поверхности, можно легко

учесть, не создавая при этом трудностей для четырехзондового метода измерения.

Рассмотрим теоретические основы этого метода применительно к образцу, представляющему собой полубесконечный объем, ограниченный плоской поверхностью. На плоской поверхности образца помещают четыре металлических электрода в виде металлических иголок – зондов с малой площадью соприкосновения. Все четыре зонда расположены вдоль одной прямой линии (рис. 1.16). Через два внешних зонда (электрода) 1 и 4 пропускают электрический ток  $J$ , на двух внутренних зондах (электродах) 2 и 3 измеряют падение напряжения  $U_{23}$ . По измеренным значениям разности потенциалов между зондами 2 и 3 и тока, протекающего через зонды 1 и 4, можно определить величину удельного электрического сопротивления образца.

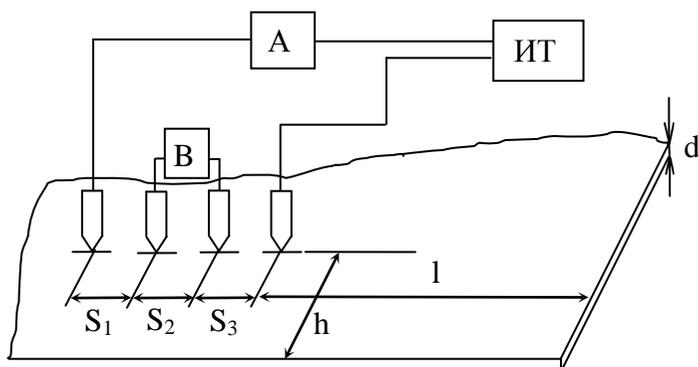


Рис. 1.16. Схема измерения удельного электрического сопротивления четырехзондовым методом  
ИТ – источник тока; А – амперметр; В - вольтметр

Чтобы найти аналитическую связь между удельным сопротивлением  $\rho$ , током  $J$  и напряжением  $U_{23}$ , необходимо решить более простую задачу, связанную с протеканием тока через отдельный точечный зонд, находящийся в контакте с плоской поверхностью полупроводникового образца

полубесконечного объема (рис. 1.17). Так как распределение потенциала в образце имеет сферическую симметрию, то для вычисления  $U(r)$  в объеме образца в зависимости от расстояния  $r$  до контакта достаточно решить уравнение Лапласа в сферической системе координат, в котором оставлен лишь член, зависящий от  $r$

$$\Delta U(r) = \frac{1}{r^2} \cdot \frac{d}{dr} \left( r^2 \frac{dU}{dr} \right) = 0, \quad (1.31)$$

при условии, что потенциал в точке  $r=0$  положителен и стремится к нулю при очень больших  $r$ . Интегрирование этого уравнения с учетом указанных граничных условий дает следующее решение  $U(r) = -c/r$ , где константу интегрирования можно определить из условий для напряженности электрического поля  $E$  при некотором значении  $r = r_0$ .

$$E(r_0) = - \left. \frac{dU(r)}{dr} \right|_{r=r_0} = j\rho = \frac{J\rho}{2\pi r_0^2}, \quad (1.32)$$

где  $j = \frac{J}{2\pi r_0^2}$  - плотность тока, протекающего через полусферу радиусом  $r_0$ . Окончательно получим

$$U(r) = \frac{J\rho}{2\pi r}. \quad (1.33)$$

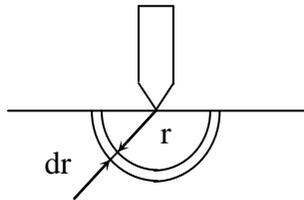


Рис. 1.17. Модель зонда

Очевидно, что распределение потенциала будет таким же, если зонд имеет с поверхностью образца контакт в виде полусферы конечного диаметра.

Пусть радиус контакта равен  $r_1$ , тогда падение напряжения на образце равно потенциалу зонда и составляет

$$U = \frac{J\rho}{2\pi} \cdot \frac{1}{r_1}. \quad (1.34)$$

Из сравнения падения напряжения на контактном кольце толщиной  $r_2 - r_1$

$$U(r_1) - U(r_2) = \frac{J\rho}{2\pi} \cdot \frac{r_2 - r_1}{r_1 r_2} \quad (1.35)$$

и полного падения напряжения на образце (1.34) ясно, что основное изменение потенциала происходит вблизи зонда. Например, при  $r = 10 \cdot r_1$  полное падение напряжения на образце превосходит падение напряжения в слое  $r_2 - r_1$  всего лишь на 10 %. Это означает, что величина протекающего через зонд тока определяется главным образом сопротивлением приконтактной области, протяженность которой тем меньше, чем меньше радиус контакта.

Сформулируем условия, необходимые для измерения сопротивления четырехзондовым методом:

1) измерения проводятся на плоской поверхности однородного изотропного образца;

2) инжекция неосновных носителей заряда в объем образца отсутствует из-за достаточно высокой скорости поверхностной рекомбинации, что достигается соответствующей обработкой поверхности образца;

3) поверхностная утечка тока отсутствует;

4) зонды имеют контакты с поверхностью образца в точках, которые расположены вдоль прямой линии;

5) граница между токонесущими электродами и образцом имеет форму полусферы малого диаметра;

6) диаметр контакта зонда мал по сравнению с расстоянием между зондами.

Потенциал в любой точке образца равен сумме потенциалов, созданных в этой точке током каждого электрода. При этом потенциал имеет положительный знак для тока, втекающего в образец (зонд 1), и отрицательный знак для тока, вытекающего из образца (зонд 4). Таким образом, потенциалы измерительных зондов 2 и 3 равны соответственно

$$U_2 = \frac{J\rho}{2\pi} \left( \frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} \right) \quad (1.36)$$

и

$$U_3 = \frac{J\rho}{2\pi} \left( \frac{1}{S_1 + S_2} - \frac{1}{S_3} \right),$$

а разность потенциалов

$$U_{23} = U_2 - U_3 = \frac{J\rho}{2\pi} \left( \frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} - \frac{1}{S_1 + S_2} + \frac{1}{S_3} \right). \quad (1.37)$$

Соотношение (1.37) позволяет определить удельное сопротивление образца:

$$\rho = \frac{U_{23}}{J} \cdot \frac{2\pi}{\frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3} - \frac{1}{S_1 + S_2} + \frac{1}{S_3}}. \quad (1.38)$$

Если расстояния между зондами одинаковы, т.е.  $S_1=S_2=S_3=S$ , то

$$\rho = \frac{U_{23}}{J} 2\pi S, \quad (1.39)$$

где  $U_{23}$  – в Вольтах,  $J$  – в Амперах,  $\rho$  - в Омах на метр.

Теория четырехзондового метода, как отмечалось выше, рассматривалась в предположении однородности свойств полупроводникового материала. На практике любой полупроводниковый образец обладает некоторой неоднородностью в распределении удельного сопротивления по объему образца, которая может быть обусловлена неравномерностью распределения примесей, существованием электропроводности в приповерхностном слое, анизотропией свойств кристалла и другими причинами. Для количественного анализа влияния неоднородности удельного сопротивления на результаты измерений четырехзондовым методом необходим учет конкретной неоднородности.

Не рассматривая никаких конкретных моделей, можно, однако, сделать некоторые выводы качественного характера. Из анализа распределения потенциала (1.35), падения напряжения (1.37) и плотности тока в образце в зависимости от координаты следует, что:

1) для применения четырехзондового метода измерения достаточно, чтобы образец был однороден в некоторой области с линейными размерами порядка  $5S$  (если  $S \gg r_1$ );

2) измеренное значение удельного сопротивления соответствует значению удельного сопротивления приповерхностного слоя толщиной не более  $S$ .

Линейное расположение зондов на поверхности полупроводникового образца не является единственно возможным. Можно, например, использовать систему четырех зондов, расположенных по вершинам квадрата. Легко рассчитать, используя соотношение для распределения потенциала в образце (1.35), что при этой системе зондов удельное сопротивление

$$\rho = \frac{U_{23}}{J} \cdot \frac{2\pi S}{2\sqrt{2}}. \quad (1.40)$$

Однако такая конфигурация расположения зондов не нашла распространения в практических измерениях.

Чувствительность четырехзондового метода по напряжению, как видно из (1.37), прямо пропорциональна величине протекающего тока и обратно пропорциональна эквивалентному расстоянию между зондами

$$\frac{1}{S_3} = \frac{1}{S_1} + \frac{1}{S_3} - \frac{1}{S_2} - \frac{1}{S_1 + S_2}. \quad (1.41)$$

Поскольку увеличение протекающего через образец тока ограничено допустимым нагревом образца, повысить чувствительность можно, уменьшая эквивалентное расстояние между зондами за счет увеличения расстояния  $S_2$  между измерительными зондами. В случае  $S_1 = S_3 \ll S_2$  чувствительность измерительной головки увеличивается вдвое.

Таким образом, для измерения удельного электрического сопротивления четырехзондовым методом используют схему измерения, представленную на рис. 1.28. Ток от источника тока ИТ пропускается через зонды 1 и 4. Желательно, чтобы источник тока имел высокое выходное сопротивление, т.е. являлся генератором тока. Напряжение, возникающее при этом на зондах 2 и 3, измеряется вольтметром В.

Чтобы контактные сопротивления зондов 2 и 3 не оказывали влияния на результаты измерений, разность потенциалов  $U_{23}$  необходимо измерять в отсутствие тока через них. Поэтому измерения проводят компенсационным методом. В зависимости от величины электрического сопротивления образцов в качестве компенсаторов используют низкоомные или высокоомные потенциометры постоянного тока и в качестве нуль-

индикатора – высокочувствительные гальванометры. Исключить термо-ЭДС, возникшую вдоль образца, можно, проводя измерения при двух противоположных направлениях тока. При этом разность потенциалов вычисляют как среднее из результатов двух измерений. Возможно также применение электронных вольтметров с высоким входным сопротивлением. В таком случае ток через измерительные зонды пренебрежимо мал, что позволяет отказаться от использования компенсационных методов измерений.

Расстояние между зондами выбирают в пределах 0,1–1,3 мм. При этом зонды монтируют в специальной четырехзондовой головке со строго фиксированным расстоянием между ними. В качестве зондов используют проволоку из вольфрама, твердых сплавов ВК-10, ВК-15, ВК-20, а также из термоупругих сплавов Ni-Cu-Al. Концы зондов затачивают электролитически или путем электроэрозионной обработки и полировки с применением алмазных порошков так, чтобы диаметр контакта был значительно меньше расстояния между ними. Надежный контакт каждого зонда с поверхностью образца обеспечивается за счет пружин. Четырехзондовую головку крепят к манипулятору, с помощью которого головка устанавливается на поверхности образца.

Для определения удельного электрического сопротивления используется выражение (1.39), справедливое для полубесконечного образца, который имеет  $d \gg S$ ;  $l \gg S$ ;  $h \gg S$ .

Важнейшим недостатком методов измерения удельного электрического сопротивления на постоянном токе является влияние термо-э.д.с. и различных электрических наводок. Влияние наводок состоит в том, что за счет частичного выпрямления тока наводок зондом, находящимся под обратным смещением, могут возникать большие ложные сигналы. Проведение измерений при двух направлениях тока уменьшает ошибки, обусловленные наводками, но устранить их полностью можно только путем тщательного экранирования. Метод измерения при переменном токе с

использованием постоянного смещения не имеет отмеченных недостатков. Если все четыре зонда имеют прямое смещение, создаваемое протеканием небольшого прямого тока, то контактное сопротивление будет достаточно малым. Тогда удельное сопротивление можно измерять с помощью наложения сигнала переменного тока на постоянный. При этом прямое смещение должно быть достаточно малым, чтобы влиянием неравновесных инжектированных носителей зарядов можно было пренебречь. Это условие определяет верхний предел величин прямого тока и ограничивает минимальное расстояние между зондами. В то же время амплитуда переменного тока не должна превышать ток смещения, иначе в течение некоторой части периода будет происходить выпрямление и, следовательно, искажение формы сигнала. Для создания прямого смещения зондов необходим пятый контакт к образцу. Роль такого контакта выполняет пятый зонд, который находится под обратным смещением.

Схема устройства для измерения проводимости при переменном токе с использованием постоянного смещения показана на рис. 1.18. Характерной особенностью схемы является то, что все четыре зонда связаны с цепями переменного тока с помощью трансформаторов. Это позволяет подавать на них постоянное смещение. Схема работает следующим образом. От источника тока ИТ через выходной трансформатор  $Tr1$  переменный ток подается через зонды 1 и 4 на образец. Цепь переменного тока состоит из следующих элементов: обмотка 1 выходного трансформатора  $Tr1$  – конденсатор  $C$  – обмотка 2 выходного трансформатора  $Tr1$  – зонд 4 – образец – зонд 1. Постоянное смещение зондов создается источником смещения ИС. Постоянный ток зонда 1 протекает в цепи: источник смещения ИС – индуктивность  $L_1$  – обмотка 1 выходного трансформатора  $Tr1$  – зонд 1 – образец – контакт 5. Аналогичным образом подается постоянное смещение и на остальные зонды. Направление тока смещения выбирается в соответствии с типом электропроводности образца и определяется полярностью включе-

ния источника смещения. Рабочая частота источника переменного тока около 1000 Гц. Сигнал, возникающий на зондах 2 и 3, через трансформатор Тр2 подается на узкополосный вольтметр переменного тока V. Используемые сигналы имеют очень малый уровень, вследствие чего необходим стабильный усилитель с большим коэффициентом усиления. Для усовершенствования схемы применяют синхронный детектор. Схемы на переменном токе отличаются широким диапазоном измеряемых величин удельных электрических сопротивлений: от  $10^{-2}$  до  $10^3$  Ом·см.

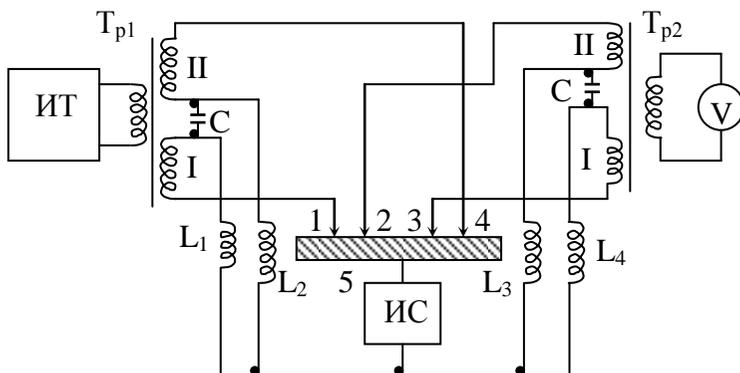


Рис. 1.18. Принципиальная схема измерения электрического сопротивления на переменном токе

Описанный выше подход пригоден для определения удельного электрического сопротивления образца полубесконечного объема, т.е. образца, линейные размеры которого много больше расстояния между зондами  $s$ . Для получения более строгих критериев применимости уравнения (1.39) рассмотрим частные случаи измерения удельной электрической проводимости образцов ограниченных размеров, которые имеют и самостоятельное значение, т.е. довольно часто встречаются на практике. Проанализируем

подробно следующий случай. Образец полубесконечного объема имеет плоскую проводящую границу, зонды расположены на линии, перпендикулярной к этой границе (рис. 1.19).

Наличие проводящей границы на одной из граней образца обуславливает шунтирование образца и, следовательно, увеличение тока  $I$ , что приводит к уменьшению измеренного в соответствии с (1.39) значения  $\rho$  по сравнению с истинным. Практическим примером такой модели может служить образец, на одной из плоских граней которого создан омический контакт. Ввиду того, что сопротивление омического контакта очень мало, можно пренебречь падением напряжения, возникающим при протекании тока через контакт по сравнению с падением напряжения на образце и считать потенциал контакта постоянной величиной.

Для анализа применимости формулы (1.39) используем метод зеркальных изображений, который широко распространен в электростатике. Для этого на продолжении линии расположения зондов симметрично относительно проводящей границы расположим два таких мнимых источника тока 5 и 6, чтобы удовлетворить условию на проводящей границе  $U = 0$ .

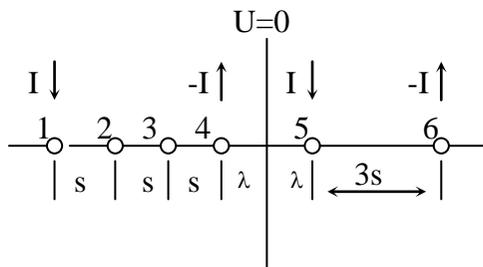


Рис. 1.19. Схема измерения электрической проводимости четырехзондовым методом в образцах ограниченных размеров с плоской проводящей границей

Условие на проводящей границе будет выполнено, если, считая образец бесконечным, в точку 5 поместить положительный источник тока  $I$ , а в точку 6 – отрицательный –  $I$ . В силу единственности решения задачи при данном граничном условии решение для системы источников тока 1, 4, 5 и 6 будет искомым. Вычисление потенциалов в точках 2 и 3 с учетом четырех источников тока позволяет определить удельное сопротивление образца

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} 2\pi s f_1\left(\frac{\lambda}{s}\right), \quad (1.42)$$

где

$$f_1\left(\frac{\lambda}{s}\right) = \left[1 + \frac{1}{2 + 2\lambda/s} - \frac{1}{5 + 2\lambda/s} - \frac{1}{1 + 2\lambda/s} + \frac{1}{4 + 2\lambda/s}\right]^{-1} \quad (1.43)$$

функция поправок, зависящая только от отношения  $\lambda/s$ . При  $\lambda = 0$ , т.е. когда зонд 4 установлен на проводящей границе образца,  $f(\lambda/s) \approx 2$ ; при  $\lambda \geq 3s$  практически  $f(\lambda/s)$  не отличается от 1 и поэтому может не учитываться. Таким образом, в рассмотренном случае можно использовать выражение (1.57), если выполняется соотношение  $\lambda \geq 3s$ .

Функцию поправок, подобную (1.61) можно вычислить и для случая, когда граница является непроводящей, а изолирующей. При этом, используя метод зеркальных изображений, необходимо учесть, что на изолирующей границе должно выполняться иное граничное условие, т.е. нормальная составляющая тока, а, следовательно, и электрического поля на границе равны нулю.

Вычисления дают

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} 2\pi s f_2\left(\frac{\lambda}{s}\right) = \frac{U_{23}}{I} 2\pi s \left(1 + \frac{1}{2 + 2\lambda/s} - \frac{1}{2 + 2\lambda/s} - \frac{1}{4 + 2\lambda/s} + \frac{1}{5 + 2\lambda/s}\right)^{-1}. \quad (1.44)$$

Аналогично для образца полубесконечного объема при параллельном расположении линии зондов относительно изолирующей границы

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} 2\pi s f_3\left(\frac{\lambda}{s}\right) = \frac{U_{23}}{I} 2\pi s \left\{ 1 + \frac{2}{[1+(2\lambda/s)^2]^{1/2}} - \frac{1}{[1+(\lambda/s)^2]^{1/2}} \right\}, \quad (1.45)$$

и относительно проводящей границы

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} 2\pi s f_4\left(\frac{\lambda}{s}\right) = \frac{U_{23}}{I} 2\pi s \left\{ 1 - \frac{2}{[1+(2\lambda/s)^2]^{1/2}} + \frac{1}{[1+(\lambda/s)^2]^{1/2}} \right\}. \quad (1.46)$$

Численные значения функций  $f_1\left(\frac{\lambda}{s}\right)$ ,  $f_2\left(\frac{\lambda}{s}\right)$ ,  $f_3\left(\frac{\lambda}{s}\right)$  и  $f_4\left(\frac{\lambda}{s}\right)$

приведены в табл. 1.3.

Таблица 1.3

Численные значения функций поправок

$\frac{\lambda}{s}$	$f_1\left(\frac{\lambda}{s}\right)$	$f_2\left(\frac{\lambda}{s}\right)$	$f_3\left(\frac{\lambda}{s}\right)$	$f_4\left(\frac{\lambda}{s}\right)$
0	1,82	0,69	0,5	$\infty$
0,2	1,365	0,79	0,533	8,07
0,5	1,182	0,882	0,658	2,08
1,0	1,060	0,947	0,842	1,232
2,0	1,010	0,992	0,965	1,038
5,0	1,004	0,996	0,997	1,003
10,0	1,0005	0,9995	0,9996	1,0004

Анализ функций поправок, полученных для образца полубесконечного объема с изолирующей или проводящей границей, при параллельном и перпендикулярном расположении линии зондов относительно границы показывает, что во всех случаях поправка пренебрежимо мала, если  $\lambda \geq 3s$ .

Определение удельной электрической проводимости тонкой пластины по результатам измерений четырехзондовым методом как и для образца полубесконечного объема с границей сводится к вычислению функций поправок. Однако нахождение функции поправок для тонкой пластины более сложно, так как тонкая пластина определенной геометрической формы может иметь большое число поверхностей и для каждой из них должно выполняться соответствующее граничное условие. Для пластин, толщина  $d$  которых, по крайней мере, в три раза меньше расстояния между зондами  $s$ , удельное сопротивление может быть рассчитано по формуле

$$\rho = \frac{U_{23}}{I} \frac{\pi}{\ln 2} d \approx 4,53 \frac{U_{23}}{I} d . \quad (1.47)$$

Это соотношение применяется также для расчета эффективного сопротивления диффузионных слоев.

Игнорирование величины диаметра пластины может также вызвать серьезные ошибки в определении истинного удельного сопротивления пластин диаметром до 20 мм. Обычно расчет производят по формуле

$$\rho = K \frac{U_{23}}{I} d . \quad (1.48)$$

Значения  $K$  приведены в табл. 1.4 для образцов в виде диска, величина  $D$  обозначает диаметр пластины; для прямоугольных образцов  $b$  - ширина пластины,  $\ell$  - длина пластины.

В этом случае плоскость расположения зондов параллельна длине пластины.

Для пластин произвольной формы точное значение поправки привести невозможно, поэтому необходимо уменьшить расстояние между зондами, чтобы можно было пользоваться приближенными формулами.

### 1.3.4. Двухзондовый метод измерения

Двухзондовый метод измерения удельного сопротивления до разработки четырехзондового метода был наиболее распространенным методом измерения. Теперь же его применяют в основном для измерения удельного сопротивления вдоль слитков п/п материалов и образцов правильной геометрической формы. Схема измерения удельного сопротивления двухзондовым методом приведена на рис. 1.20. Для измерения удельного электрического сопротивления образца, например в виде прямоугольного бруска, на его торцах по всей площади делают омические контакты. Через эти контакты вдоль образца пропускают электрический ток, величину которого устанавливают по амперметру А. На одной из поверхностей образца вдоль линии тока устанавливают два зонда (1 и 2), с помощью которых измеряют падение напряжения. Если образец однороден, то его удельное сопротивление

$$\rho = \frac{US}{I_s}, \quad (1.49)$$

где  $I$  – постоянный ток, протекающий через образец;  $U$  – разность потенциалов между измерительными зондами;  $s$  – расстояние между зондами;  $S$  – площадь поперечного сечения образца.

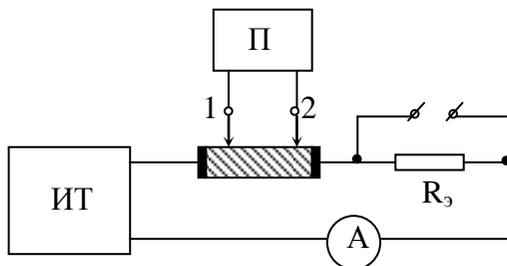


Рис. 1.20. Принципиальная схема измерения электрического сопротивления двухзондовым методом

Таблица 1.4

Значения  $K$  при  $d \ll s$

D/s, в/с	Диски	Прямоугольные пластины при $\ell/v$		
		1	2	3
1			-	100
1,5			1,48	1,49
2,0			1,95	1,95
2,5			2,35	2,35
3	2,27	2,46	2,70	2,70
4	2,93	3,11	3,22	3,22
5	3,36	3,51	3,57	3,57
10	4,17	4,22	4,24	4,24
20	4,44	4,45	4,45	4,45

Двухзондовый метод с точки зрения выполнения электрических измерений ничем не отличается от четырехзондового, но является значительно более трудоемким по приготовлению образца, так как требует создания

омических контактов большой площади и точных геометрических размеров.

Погрешность измерения двухзондового метода на образцах правильной геометрической формы составляет обычно 1-3 % и зависит главным образом от точности измерений геометрических размеров образца и расстояния между зондами.

### **1.3.5. Однозондовый метод измерения распределения удельного электрического сопротивления**

Однозондовый метод наиболее удобен при измерении удельного сопротивления слитков для выявления неоднородностей. Однозондовый метод измерения осуществляют следующим образом. Через образец, имеющий низкоомные невыпрямляющие токовые контакты, пропускают постоянный ток. На одну из поверхностей образца помещают металлический зонд и проводят измерения его потенциала по отношению к одному из токовых контактов. При последовательном перемещении зонда вдоль образца от одного контакта к другому измеряют распределение электрического потенциала вдоль образца. Если по образцу с поперечным сечением протекает ток  $I$  и величина удельного сопротивления  $\rho$  образца не зависит от координаты, то разность потенциалов между двумя точками образца, отстоящими на расстоянии  $\Delta X$

$$\Delta U = \frac{I}{S} \rho \Delta X . \quad (1.50)$$

Удельное сопротивление определяют по результатам двух измерений потенциала:

$$\rho = \frac{S \Delta U}{I \Delta X} . \quad (1.51)$$

Если же удельное сопротивление образца различно в зависимости от координаты  $X$ , то распределение потенциала вдоль него

$$U(x) = \frac{1}{S} \int_0^x I \cdot \rho(x) dx . \quad (1.52)$$

По зависимости  $U(x)$  величину удельного сопротивления в любой точке образца находят, как производную функции  $U(x)$  по  $x$

$$\rho(x) = \frac{S}{I} \cdot \frac{dU(x)}{dx} , \quad (1.53)$$

т.е. удельное электрическое сопротивление кристалла в данной точке образца пропорционально тангенсу угла наклона касательной графика  $U(x)$  в этой точке.

При использовании однозондового метода для контроля микронеоднородности монокристаллических слитков из полупроводникового материала металлический зонд перемещается по поверхности образца с постоянной скоростью  $v$ , а напряжение, возникающее между зондом и одним из токовых контактов образца, подается на дифференцирующую RC-цепочку (рис. 1.21). Так как ток через конденсатор пропорционален производной приложенного напряжения

$$i = c \cdot \frac{dU_c}{dt} , \quad (1.54)$$

то напряжение на сопротивлении  $R$  дифференцирующей цепи при достаточно малой постоянной времени  $\tau=RC$

$$U_R = iR = CR \frac{dU_c}{dt} = CRv \frac{I}{S} \rho(x) . \quad (1.55)$$

Регистрируемое самопишущим прибором напряжение  $U_R$  пропорционально удельному сопротивлению и характеризует его распределение вдоль образца. Разрешающая способность метода зависит от диаметра движущегося контакта, скорости его перемещения  $v$ , чувствительности и постоянной времени регистрирующего прибора, а также от параметров RC-цепочки.

Поскольку в однозондовом методе усредненное удельное сопротивление присуще площади касания зонда с образцом, то очевидно, что минимальная протяженность неоднородности, которую может зафиксировать метод, не превышает диаметр контакта. Инерционность измерительной схемы определяется наибольшей из двух постоянных времени: постоянной времени RC-цепочки  $\tau = RC$  или регистрирующего прибора  $\tau_{пр}$ . Эти величины ограничивают скорость перемещения измерительного зонда.

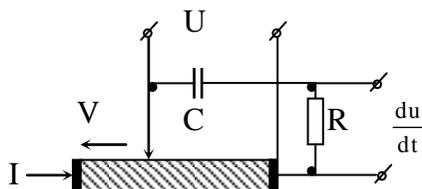


Рис. 1.21. Принципиальная схема измерения электрического сопротивления однозондовым методом

Ошибка измерений образцов с удельным электрическим сопротивлением до 250 Ом·см не превышает 5 %. При измерении образцов с более высоким удельным электрическим сопротивлением появляется ошибка, обусловленная переходным сопротивлением контакта. Нижний предел удельного электрического сопротивления составляет 0,005 Ом·см и ограничивается нагреванием образцов.

В качестве зондов используют твердые материалы (например карбид кремния), а также зондовые головки

специальной конструкции, где роль зонда выполняет стальной шарик малого диаметра (2 мм), катящийся по поверхности образца и имеющий с ней малую площадь соприкосновения.

### 1.3.6. Измерение электрической проводимости пластин произвольной геометрической формы

Удельную электрическую проводимость образцов правильной геометрической формы, как отмечалось, можно определить, лишь вводя функции поправок, учитывающие геометрические размеры образца. В общем случае для пластины произвольной геометрической формы определение удельной электрической проводимости также возможно, если использовать видоизмененный четырехзондовый метод измерения. В этом методе вдоль периметра плоской пластины размещают четыре контакта 1, 2, 3 и 4 (рис. 1.22). Сначала, пропуская ток через контакты 1 и 2 и измеряя разность потенциалов на зондах 3 и 4, определяют сопротивление  $R_{1,2} = U_{34}/I_{12}$ , затем при протекании тока между контактами 1 и 4 по падению напряжения на зондах 2 и 3 определяют сопротивление  $R_{1,4} = U_{23}/I_{14}$ . Эти два измерения позволяют найти удельное электрическое сопротивление пластины по формуле:

$$\rho = 4,53 \left( \frac{R_{1,2} + R_{1,4}}{2} \right) \cdot f(R_{1,2} / R_{1,4}) \cdot d, \quad (1.56)$$

где  $f(R_{1,2} / R_{1,4})$  - теоретически вычисленная корректирующая функция. Значение этой функции в зависимости от  $(R_{1,2} / R_{1,4})$  приведено на рис. 1.23. Видно, что  $f(R_{1,2} / R_{1,4}) \approx 1$  при  $0,7 < (R_{1,2} / R_{1,4}) < 1,5$ . Как видно из уравнения (1.56) в расчетную формулу не входят расстояния между зондами. В формулах фигурируют величины, которые можно измерить с большой точностью.

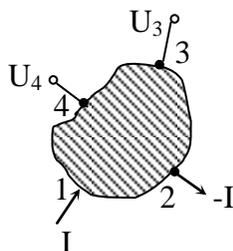


Рис. 1.22. Схема расположения контактов в методе Ван-дер-Пау

Изложенный модифицированный четырехзондовый метод измерения проводимости пластин произвольной формы можно применить и для определения  $\rho$  круглых, квадратных и прямоугольных пластин. При симметричном расположении измерительных контактов на периферии пластины в случае однородности пластины по электропроводности сопротивления  $R_1$  и  $R_2$  будут одинаковы:  $R_1 = R_2 = R$ , а функция  $f(R_1/R_2) = 1$ , тогда

$$\rho = 4,53dR = 4,53d \cdot \frac{U}{I} . \quad (1.57)$$

Модифицированный четырехзондовый метод позволяет измерять удельное электрическое сопротивление тонких пластин и слоев с точностью 1-2 %.

Погрешность измерений возрастает, если контакт занимает на боковой поверхности некоторую протяженную область или расположен не только на боковой поверхности, но и частично на поверхности пластины. Поэтому в качестве контактов обычно используют пластинчатые контактные ножи, которые прижимают к боковой поверхности пластины и создают с нею контакт в виде узкой линии.

На основе рассмотренного метода создают автоматические устройства для разбраковки пластин на группы по величине удельного электрического сопротивления.

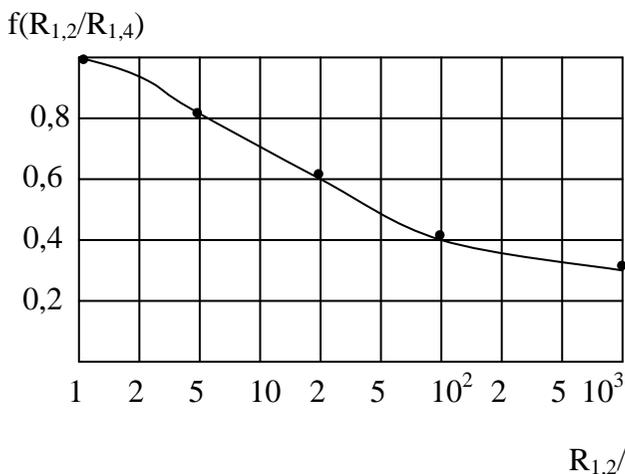


Рис. 1.23. График функции поправок при измерении образцов произвольной геометрической формы

### 1.3.7. Высокочастотные бесконтактные методы измерения удельного электрического сопротивления

Широко распространенные зондовые методы измерения электрических параметров, пригодные для монокристаллического материала, не подходят для поликристаллических образцов, жидких полупроводников и т.д. Кроме того, зондовым методам присущи недостатки, связанные с инжекцией носителей заряда и возникновением в зоне контактов больших потенциальных барьеров, которые создают побочные эффекты и искажают результаты измерений.

Важным направлением при разработке новых методов контроля является использование токов ВЧ и СВЧ. Особенности распространения электромагнитных волн ВЧ и СВЧ в проводящей среде легли в основу бесконтактных методов измере-

ния электрофизических параметров полупроводников и металлов. При этом возможны два пути.

В первом случае контролируемый образец полупроводника можно помещать в катушку индуктивности, внутри которой создается высокочастотное переменное поле, вызывающее возникновение в образце вихревых токов.

Во втором - образец полупроводника можно вводить в цепь колебательного контура, присоединенного к генератору токов ВЧ, применяя емкостную связь соответствующих элементов контура с образцом. Исследования показали, что для контроля свойств низкоомного материала целесообразно производить измерения с индуцированием токов ВЧ в образце, а для высокоомного материала особенно пригодны схемы с емкостной связью.

Кроме метода колебательного контура с последовательным или параллельным присоединением образца широко применяются мостовые схемы. При измерениях по методу моста цилиндрический образец полупроводника введен с помощью емкостной связи в одно из плеч моста, питаемого от генератора токов высокой частоты. Схема такого моста и эквивалентная ей электрическая схема приведены на рис. 1.24. Изменяя значения  $C$  и  $R$  в другом плече моста, добиваются компенсации, и в этих условиях величина сопротивления образца  $R_{п/п}$  будет равна сопротивлению  $R$ .

При измерениях удельного электрического сопротивления бесконтактным методом сильно легированных полупроводников используют специальный датчик (рис. 1.25), состоящий из ферритового тороида 1 с обмоткой 2. Тороид имеет зазор шириной  $L$ . В зазоре и в прилегающем пространстве происходит концентрация высокочастотного магнитного поля. Напряженность этого поля довольно быстро убывает по мере удаления от зазора. Сам зазор обычно рассматривают как магнитный диполь. Ширина зазора примерно соответствует межзондovому расстоянию.

В зазор помещают пластину 4 из меди, покрытой серебром. Она вытесняет высокочастотное поле из зазора, значительно повышая его концентрацию. Кроме того, присутствие пластинки приводит к ещё большему снижению напряженности поля с расстоянием, т.к. наведенные в ней токи эквивалентны другому магнитному диполю, ориентированному противоположно первоначальному, т.е. ширина суммарного диполя будет значительно меньше, чем в отсутствие пластинки, и в первом приближении её можно отождествить с величиной  $\ell = L - \delta$ , где  $\delta$  – толщина проводящей пластинки.

При замыкании зазора поверхностью образца изменяется добротность датчика. Величина изменения добротности  $\Delta Q$  зависит от удельного электрического сопротивления образца  $\rho$  и определяется экспериментальным путем. Для этого пользуются стандартным Q-метром. Образцы для градуировки датчиков представляют собой диски из монокристаллов кремния или германия. Точность описываемого метода в значительной степени зависит от точности градуировки и погрешность измерений составляет около 10 %.

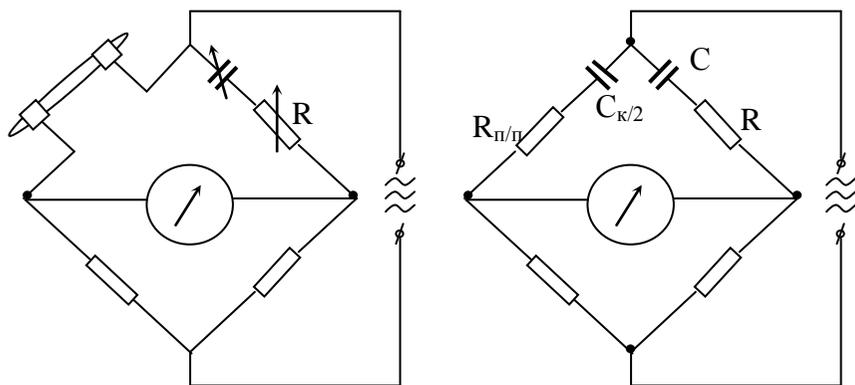


Рис. 1.24. Схема измерительного моста (а) и эквивалентная ей схема (б) для определения удельного электрического сопротивления

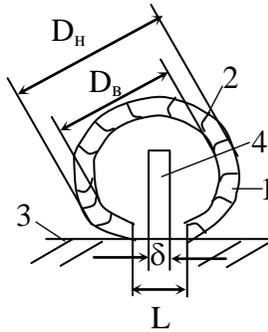


Рис. 1.25. Схема высокочастотного датчика для измерения удельного электрического сопротивления

#### 1.4. Определение ширины запрещенной зоны полупроводников по температурной зависимости проводимости

Удельная электрическая проводимость полупроводникового материала в области собственной электропроводности определяется соотношением

$$\sigma_i = en_i(\mu_n + \mu_p) = e(N_c N_v)^{1/2} \mu_p (v + 1) e^{-\frac{\Delta E}{2kT}}, \quad (1.58)$$

где  $n_i$  – концентрация носителей заряда в области собственной электропроводности:

$$n_i = (N_c N_v)^{1/2} e^{-\frac{\Delta E}{2kT}}, \quad (1.59)$$

$N_c$ ,  $N_v$  – эффективные плотности квантовых состояний в свободной и валентной зонах соответственно;  $\Delta E$  – ширина запрещенной зоны;  $k$  – постоянная Больцмана;  $T$  – абсолютная температура;  $\mu_n$ ,  $\mu_p$  – подвижность электронов и дырок.

Величина  $(N_e N_b)^{1/2}$ , как известно, пропорциональна  $T^{3/2}$ . Примем, что подвижности электронов и дырок одинаково зависят от температуры и что каждая из подвижностей в достаточно широком интервале температур может быть представлена степенной функцией температуры

$$\mu_{n,p} = A_{n,p} T^{-\alpha} . \quad (1.60)$$

В действительности температурные зависимости подвижности электронов и дырок отличаются друг от друга, т.е. характеризуются различными значениями  $\alpha$ . С учетом (1.60) отношение подвижностей  $\nu = \mu_n / \mu_p$  представляют собой константу, не зависящую от температуры. При сделанных допущениях  $\sigma_i$  может быть записано в виде произведения температурно-зависимых сомножителей на некоторую постоянную величину:

$$\sigma_i = c T^{3/2-\alpha} e^{-\frac{\Delta E}{2kT}} . \quad (1.61)$$

Логарифмируя выражение (1.79) и строя график зависимости

$$\ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}] = \left[ \ln C - \frac{\Delta E}{2kT} \right] \frac{1}{T} , \quad (1.62)$$

определяем ширину запрещенной зоны  $\Delta E$  из значения производной функции  $\ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}]$  по  $1/T$ , (рис.1.26)

$$\frac{d}{d\left(\frac{1}{T}\right)} \ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}] = -\frac{\Delta E}{2k} , \quad (1.63)$$

или

$$\Delta E = -2k \frac{\Delta[\ln(\sigma_i T^{\alpha-3/2})]}{\Delta\left(\frac{1}{T}\right)}. \quad (1.64)$$

Как следует из (1.64), для определения  $\Delta E$  необходимо знать значение  $\alpha$ . Однако практически в ряде случаев  $\alpha$  не сильно отличается от  $3/2$ , так что множителем  $T^{\alpha-3/2}$  можно пренебречь. При использовании графика зависимости  $\ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}]$  от  $1/T$  (рис. 1.26) необходимо учитывать, что как в области собственной проводимости при высоких температурах, так и в области смешанной электропроводности происходят отклонения функции от линейной зависимости.

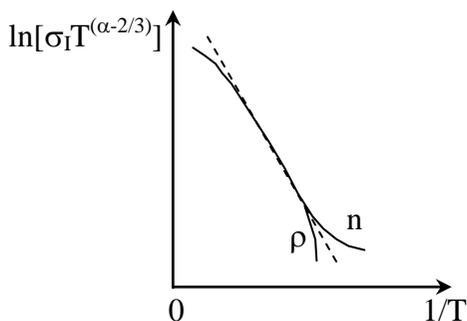


Рис. 1.26. Температурная зависимость электрической проводимости полупроводников

При высоких температурах эти отклонения могут возникнуть в результате влияния эффектов рассеяния более высокого порядка. При переходе от собственной электропроводности к примесной значительные отклонения от линейности наблюдаются в том случае, если примесная электропроводность создается носителями с меньшей подвижностью.

Величина  $\Delta E$ , вычисленная из (1.64), дает истинное значение ширины запрещенной зоны лишь при  $\Delta E = \text{const}$ . В действ-

вительности  $\Delta E$  сама зависит от температуры, и характер этой зависимости оказывает существенное влияние на результат измерений. Если, например, температурную зависимость можно представить в виде линейной функции  $\Delta E = \Delta E_0 - \beta T$ , то с помощью описанной методики можно определить величину  $\Delta E_0$ , которая характеризует ширину запрещенной зоны при  $T = 0$ . Для определения  $\Delta E$  при любой температуре необходимо знать значение коэффициента  $\beta$  по другим измерениям. При более сложной, нелинейной зависимости  $\Delta E$  от температуры график  $\ln[\sigma_i T^{\alpha-3/2}]$  от  $1/T$  будет значительно отличаться от прямой линии и вычисленное в соответствии с (1.64) значение  $\Delta E$  не будет представлять истинную ширину запрещенной зоны ни при какой температуре.

## 2. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭФФЕКТА ХОЛЛА

### 2.1. Эффект Холла и сопутствующие ему явления

Эффект Холла представляет собой один из гальваномагнитных эффектов, наблюдающихся в веществе при совместном действии электрического и магнитного полей. Простейшее описание эффекта Холла можно получить при рассмотрении движения заряженной частицы в магнитном поле под действием силы

$$F = e[\mathbf{v} \times \mathbf{B}]. \quad (2.1)$$

Пусть на полупроводник в виде тонкой пластины, по которой в направлении «х» протекает электрический ток плотностью  $j$ , вдоль оси  $z$  воздействует магнитное поле с индукцией  $B$ . Скорость дрейфа носителей заряда в электрическом поле равна  $v=j/ne$ . При этом поперечная сила, действующая на электрон в направлении «у», равна  $jB/n$  и в стационарных условиях, т.е. в отсутствие электрического тока по направлению «у»,

компенсирующее электрическое поле в этом направлении определяют из условия

$$-eEy = +jB/n. \quad (2.2)$$

Возникающее в направлении «у» э.д.с. электрического поля и представляет собой эффект Холла, который в общем случае определяется равенством

$$E_y = RjB, \quad (2.3)$$

где  $R$  – коэффициент Холла.

Из сравнения выражений (2.2) и (2.3) следует, что для полупроводника  $n$ -типа коэффициент Холла  $R$  определяется величиной концентрации носителей заряда  $n$  и имеет отрицательное значение

$$R = -\frac{1}{en}. \quad (2.4)$$

Для полупроводника  $p$ -типа  $R$  положительно

$$R = +\frac{1}{ep}. \quad (2.5)$$

Формулы (2.4) и (2.5), полученные на основе простейшей физической модели не вполне верны. При более строгом анализе эффекта Холла на основе кинетического уравнения Больцмана с учетом статистического распределения носителей заряда по энергиям и с учетом зависимости времени релаксации от энергии в выражение для коэффициента Холла вводят численный множитель  $\gamma$ , называемый холл-фактором.

Множитель  $r$  изменяется в пределах от 1 до 2 в зависимости от преобладающего механизма рассеяния, от степени вырождения носителей заряда, а также от величины магнитного поля. В слабых магнитных полях, если основным механизмом рассеяния носителей заряда являются тепловые колебания решетки,  $r = 3\pi/8$ ; при рассеянии на ионах примеси  $r = 315\pi/512 = 1,93$ ; в вырожденных полупроводниках и металлах  $r = 1$ . В сильных магнитных полях  $r = 1$  независимо от механизма рассеяния. Если полупроводник имеет смешанную электропроводность, то в слабом магнитном поле коэффициент Холла

$$R = \frac{r(p - ne^2)}{e(p + ne)^2} = \frac{r}{e} \cdot \frac{\mu_p^2 p - \mu_n^2 n}{(\mu_p p + \mu_n n)^2}. \quad (2.6)$$

В случае собственного полупроводника  $n = p = n_i$  и

$$R = \frac{r}{en_i} \frac{1 - \epsilon}{1 + \epsilon} = \frac{r}{en_i} \cdot \frac{\mu_p - \mu_n}{\mu_p + \mu_n}. \quad (2.7)$$

Так как обычно  $v > 0$ , в собственном полупроводнике  $R < 0$ . Полагая в (2.6)  $n \gg p$ , получим для полупроводника  $n$ -типа

$$R = -\frac{r}{en}, \quad (2.8)$$

что с точностью до холл-фактора  $r$  совпадает с (2.4). При условии в (2.6)  $p \gg n$  получим коэффициент Холла для полупроводника  $p$ -типа

$$R = \frac{r}{ep}. \quad (2.9)$$

В сильном магнитном поле для полупроводника при наличии электронов и дырок коэффициент Холла выражается соотношением:

$$R = \frac{1}{e} \cdot \frac{p - \epsilon^2 n + \epsilon^2 \mu_p^2 B^2 (p - n)}{(p + \epsilon n)^2 + \epsilon^2 \mu_p^2 B^2 (p - n)} . \quad (2.10)$$

При больших значениях В коэффициент Холла стремится к

$$R = \frac{1}{e(p - n)} . \quad (2.11)$$

Поскольку значение коэффициента Холла определяется такими параметрами полупроводникового материала, как концентрация и подвижность носителей заряда, эффект Холла является эффективным методом определения этих параметров.

Прежде чем описывать методы измерения эффекта Холла и способы параметров по этим измерениям, отметим ряд физических явлений, которые возникают совместно с эффектом Холла и вносят систематические ошибки при его измерении. К этим явлениям относятся: эффект Эттингсгаузена, поперечный эффект Нернста и эффект Риги-Ледука.

Эффект Эттингсгаузена возникает на помещенном в магнитном поле В образце, по которому в направлении, перпендикулярном В, протекает ток, и состоит в проявлении градиента температуры в направлении, перпендикулярном магнитному полю и току. Если, как и в случае эффекта Холла, вектор магнитной индукции направлен вдоль оси z, а электрический ток по оси x, то вдоль оси y возникает градиент температуры, пропорциональный магнитной индукции и электрическому току

$$\frac{\partial T}{\partial y} = -K_3 B j , \quad (2.12)$$

здесь  $K_3$  – коэффициент Эттингсгаузена.

Физический эффект Эттингсгаузена обусловлен тем, что магнитное поле действует на «горячие» носители заряда с большей силой, чем на «холодные». Поэтому происходит пространственное разделение носителей по скорости. В результате обмена энергией носителей заряда с кристаллической решеткой возникает градиент температуры. Знак эффекта Эттингсгаузена не зависит от типа носителей заряда. Возникающая вследствие эффекта Эттингсгаузена термо-э.д.с. суммируется с холловским напряжением и не может быть отделена от него при изменении направления тока или магнитного поля.

Эффект Нернста аналогичен тепловому эффекту Холла. Если образец, по которому в направлении  $x$  проходит тепловой поток, поместить в магнитное поле  $B$ , направленное по оси  $z$ , то в направлении оси  $y$  возникает э.д.с. Эффект состоит в том, что при наличии градиента температуры потоку тепла соответствует преимущественное движение быстрых носителей заряда от горячего конца к холодному. Отклонение носителей заряда магнитным полем пропорционально их скорости. Поэтому в направлении « $y$ » возникает поперечная э.д.с. и поперечный градиент температуры. Возникшая поперечная э.д.с. пропорциональна градиенту температуры и магнитной индукции

$$E_y = -K_H B \frac{\partial T}{\partial x} , \quad (2.13)$$

где  $K_H$  – коэффициент пропорциональности, называемый коэффициентом Нернста.

Поперечный градиент температуры  $\partial T / \partial y$ , так же как и поперечная э.д.с., пропорционален  $\partial T / \partial x$  и  $B$

$$\frac{\partial T}{\partial y} = K_p B \frac{\partial T}{\partial x}, \quad (2.14)$$

где  $K_p$  – коэффициент Риги-Ледука.

Таким образом, э.д.с. эффекта Нернста и термо-э.д.с. под влиянием эффекта Риги-Ледука возникают в том же направлении, что и эффект Холла, и складываются с ним. Градиент температуры  $\partial T / \partial x$ , обуславливающий возникновение этих эффектов, как правило, существует на образце при проведении холловских измерений в результате протекания тока через контакты к образцу и выделения на них некоторого количества тепла. Знак градиента температуры, обусловленный эффектом Пельтье или нелинейностью вольтамперных характеристик токовых контактов, зависит от направления тока через образец. Значит, знаки эффектов Нернста и Риги-Ледука зависят от направления протекающего через образец тока.

Другой причиной существования градиента температуры  $\partial T / \partial x$  может быть неравномерный нагрев образца при проведении температурных измерений или неоднородности образца. Относительная оценка величины этих эффектов показывает, что наиболее важным является эффект Эттингсгаузена, который для полупроводников может достигать 70 % от э.д.с. Холла. Другие эффекты менее существенны, и играют более важную роль в металлах.

## 2.2. Основные методы измерения эффекта Холла

Для измерения эффекта Холла применяются образцы самой различной формы (рис. 2.1). Для прямоугольного образца, который применяют чаще всего, с размерами  $a$ ,  $b$  и  $d$  (соответственно по направлениям  $x$ ,  $y$  и  $z$ ) соотношение (2.3), выраженное через холловскую разность потенциалов  $U_x = E_x b$  и ток  $I = jvd$  через образец, приобретает вид

$$U_x = R I b / d. \quad (2.15)$$

Если при измерении входящих в формулу (2.15) величин использовать единицы измерения СИ (вольт, ампер, метр и тесла), то коэффициент Холла будет иметь размерность  $\text{м}^3/\text{Кл}$ .

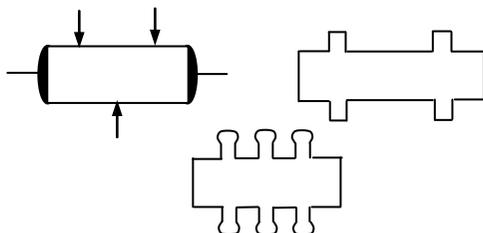


Рис. 2.1. Форма образцов, применяемых для измерения эффекта Холла

Таким образом, для определения коэффициента Холла  $R$  необходимо измерить четыре величины: холловскую разность потенциалов; ток, протекающий через образец; магнитную индукцию и геометрический размер образца  $d$  в направлении магнитного поля. Отношение длины образца « $a$ » к его ширине « $b$ » может оказывать существенное влияние на величину  $U_x$ . Но если образец достаточно длинный, т.е.  $a/b \gg 1$ , можно считать, что токовые контакты не влияют на результаты измерений.

Согласно выражению (2.15) холловскую разность потенциалов  $U_x$  можно измерить, по крайней мере, четырьмя различными способами, используя постоянный и переменный ток, а также постоянное и переменное магнитное поле.

### 2.2.1. Метод постоянного магнитного поля и постоянного тока

Этот метод измерения эффекта Холла является самым простым и наиболее распространенным. От источника тока ИТ

(рис. 2.2) через образец прямоугольной формы пропускают постоянный ток. Образец помещают между полюсами постоянного магнита или электромагнита, создающего в рабочем зазоре магнитную индукцию до 1 Тл. Изменение величины магнитной индукции в рабочем зазоре магнита осуществляют, изменяя величину тока электромагнита. Желательно, чтобы источник тока ИТ имел высокое выходное сопротивление и протекающий через образец ток не изменялся за счет эффекта магнитосопротивления при включении магнитного поля. Протекающий через образец ток измеряют по падению напряжения на эталонном сопротивлении, включенном последовательно с образцом.

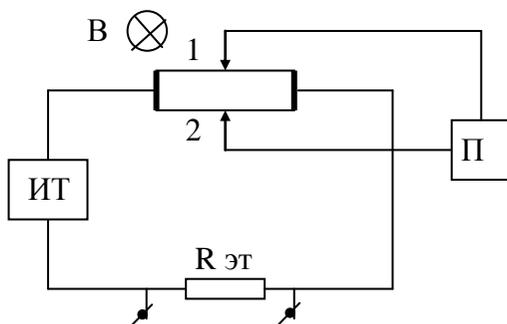


Рис. 2.2. Схема для измерения эффекта Холла на постоянном токе в постоянном магнитном поле

Измерение э.д.с. Холла производят на прижимных контактах или точечных зондах, установленных на соответствующих гранях образца. Для большей надежности используют паяные или сварные контакты. Однако в этом случае электроды, имея достаточно большую площадь, могут значительно исказить токораспределение в образце, что особенно существенно для образцов с высоким сопротивлением. Чтобы исключить влияние контактных сопротивлений на результаты измерений, необходимо использовать компенсационный метод измерения э.д.с. Холла.

При измерении эффекта Холла напряжение на холловских электродах состоит как минимум из четырех составляющих: э.д.с. Холла  $U_x$ , термо-э.д.с. эффекта Эттингсгаузена  $U_{\mathcal{E}}$ , э.д.с. поперечного эффекта Нернста  $U_n$  и термо-э.д.с. эффекта Риги-Ледука  $U_p$ . Существует ещё один «эффект», который также влияет на величину э.д.с. холловских электродов, - напряжение, возникающее за счет неточного расположения холловских электродов на одной эквипотенциали образца. Эта разность потенциалов холловских зондов  $U_0$  равна падению напряжения на образце между этими точками под влиянием тока, протекающего через образец. Следовательно, в общем случае напряжение на холловских электродах равно сумме пяти составляющих. Предполагая, что продольный градиент температуры  $\partial T/\partial x$  вызван неравномерным нагревом образца за счет внешнего нагревателя и, следовательно, не зависит от направления тока через образец, можно записать систему уравнений для напряжения на холловских электродах, которая соответствует всем возможным сочетаниям направлений тока и магнитного поля

$$\left. \begin{array}{l} \text{при } +J, +B \quad u_1 = u_x + u_{\mathcal{E}} + u_n + u_p + u_0 \\ \text{при } -J, +B \quad u_2 = -u_x - u_{\mathcal{E}} + u_n + u_p - u_0 \\ \text{при } -J, -B \quad u_3 = u_x + u_{\mathcal{E}} - u_n - u_p - u_0 \\ \text{при } +J, -B \quad u_4 = -u_x - u_{\mathcal{E}} - u_n - u_p + u_0 \end{array} \right\} \quad (2.16)$$

Проводя простые преобразования, получим

$$u_x + u_{\mathcal{E}} = \frac{u_1 - u_2 + u_3 - u_4}{4}, \quad (2.17)$$

т.е. выполняя четыре измерения при различных направлениях магнитного поля и электрического тока через образец, из результатов измерений можно исключить все эффекты, кроме эффекта Эттингсгаузена. Необходимость четырех измерений,

требующих большого времени, является существенным недостатком этой методики измерения эффекта Холла. Если же знак продольного градиента температуры  $\partial T/\partial x$  зависит от направления тока через образец, то проведение четырех измерений позволяет исключить только неэквипотенциальность холловских электродов. Однако теоретическую возможность избавиться от влияния неэквипотенциальности холловских электродов практически не всегда можно реализовать, особенно для высокоомных образцов. Чтобы пропустить через высокоомный образец достаточно большой ток, увеличивают приложенное к образцу напряжение, а это приводит к увеличению разности потенциалов на холловских электродах. Если же эта разность потенциалов значительно превосходит холловскую разность потенциалов, точность измерения  $u_x$  может снизиться настолько, что сделает невозможным холловские измерения. Поэтому стремятся не только уменьшить неэквипотенциальность холловских электродов за счет точной установки, но и используют другие способы, позволяющие избавиться от влияния  $u_0$  на результаты измерений.

Таким образом, напряжение на холловских зондах, определяемое (2.15), складывается из э.д.с. Холла и сопутствующих ему явлений. Поэтому для определения э.д.с. Холла при использовании постоянного тока необходимо проводить четыре измерения: для двух направлений тока и двух направлений магнитного поля.

### **2.2.2. Метод переменного тока или переменного магнитного поля**

Способ четырех отсчетов, устраняющий влияние побочных эффектов и помех, эффективен при измерении на постоянном токе в постоянном магнитном поле, но неприменим при измерениях переменной э.д.с. Холла. При измерении переменной э.д.с. Холла используют следующий способ. Для этого рассмотрим связь холловской э.д.с. с напряжением, возникающим на холловских зондах. Пусть

переменное напряжение на холловских зондах в отсутствие магнитного поля равно  $U_1$ . Оно складывается из напряжения неэквипотенциальности холловских электродов и некоторого напряжения помех, причем оба напряжения находятся в произвольном соотношении с э.д.с. Холла.

Переменное напряжение на холловских зондах  $U_1$  можно представить в виде двух составляющих, сдвинутых по фазе на  $90^\circ$ . Активная составляющая  $U_{1a}$  этого напряжения совпадает по фазе с э.д.с. Холла. Реактивная составляющая  $U_{1p}$  сдвинута на  $90^\circ$  (рис. 2.3). При включении постоянного магнитного поля активная составляющая увеличивается на э.д.с. Холла  $U_x$  и равна  $U_{2a} = U_{1a} + U_x$ ; реактивная составляющая не изменяется.

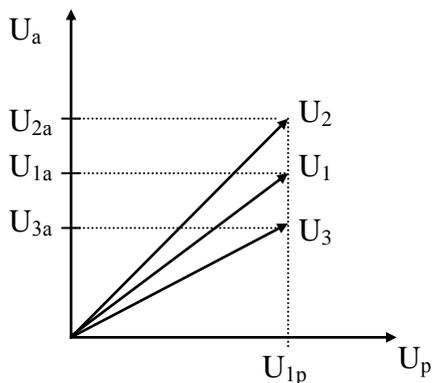


Рис. 2.3. Векторная диаграмма напряжений на холловских электродах

Измерительный прибор регистрирует напряжение  $U_2$ . Если изменить направление магнитного поля на обратное, то активная составляющая напряжения станет  $U_{3a} = U_{1a} - U_x$ . На основании рис. 2.3 составим систему уравнений

$$\left. \begin{aligned} U_{1a}^2 + U_{1a}^2 &= U_1^2 \\ \left( (U_{1a} + U_x)^2 + U_{1p}^2 \right) &= U_2^2 \\ \left( (U_{1a} - U_x)^2 + U_{1p}^2 \right) &= U_3^2 \end{aligned} \right\}, \quad (2.18)$$

откуда

$$U_x = \sqrt{\frac{1}{2}(U_2^2 + U_3^2 - 2U_1^2)}. \quad (2.19)$$

Таким образом, для определения холловской э.д.с. необходимо измерить три напряжения на холловских зондах, отличающихся значением магнитной индукции В:  $U_1$  - при  $B = 0$ ;  $U_2$  - при  $B = \text{const}$  и  $U_3$  - при  $B = -\text{const}$ .

Метод позволяет определить холловскую э.д.с. и в том случае, когда измеряемые напряжения значительно превосходят  $U_x$ , но при этом падает точность измерений. Используя этот метод, необходимо учитывать, что вследствие шунтирующего действия распределенных емкостей схемы возникают погрешности при измерении тока образца, которые возрастают с увеличением частоты и определяют предельную частоту тока.

Способ трех отсчетов, аналогичный описанному, применим и тогда, когда переменная э.д.с. Холла возникает при использовании переменного магнитного поля и постоянного тока. Формула (2.19) остается справедливой и в этом случае, только напряжения измеряются при иных условиях:  $U_1$  - при  $I = 0$ ;  $U_2$  - при  $I = \text{const}$ ;  $U_3$  - при  $I = -\text{const}$ .

Основную трудность при измерении эффекта Холла с использованием переменного тока в постоянном магнитном поле или постоянного тока в переменном магнитном поле создают электромагнитные наводки, которые обуславливают возникновение на холловских электродах некоторой э.д.с., имеющей произвольную фазу по отношению к э.д.с. Холла и

сравнимую с ней по величине. Для её устранения применяют специальную электрическую и магнитную экранировку элементов измерительной схемы, а при измерениях применяют амплитудно-фазовую компенсацию наводок. В результате такие схемы оказываются сложными и неудобными в работе.

Типичная схема измерения эффекта Холла на переменном электрическом токе показана на рис. 2.4. Напряжение низкой частоты от генератора переменного тока  $\Gamma$  через трансформатор  $\text{Tr}$  с заземленной средней точкой вторичной обмотки подается на образец. Э.д.с., возникающее на холловских зондах, с помощью кабеля с двойным экраном усиливается двумя идентичными усилителями  $У$  с высоким входным сопротивлением и малой емкостью. Затем оба сигнала поступают на вход дифференциального усилителя  $\text{ДУ}$  и далее на фазочувствительный резонансный усилитель  $\text{ФРУ}$ , с помощью которого производится сравнение амплитуд и фаз холловского сигнала и напряжения, поданного на токовые контакты образца. Фазовое соотношение между этими напряжениями характеризует знак основных носителей заряда в образце.

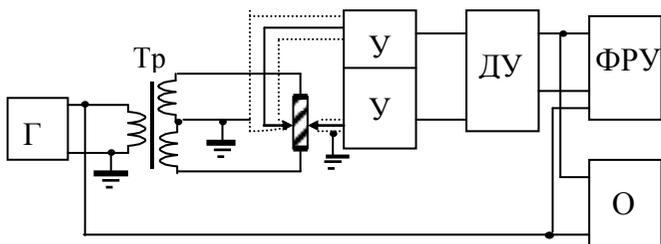


Рис. 2.4. Схема измерения эффекта Холла на переменном токе в постоянном магнитном поле

### 2.2.3. Метод переменного тока и переменного магнитного поля

Пусть магнитный поток и электрический ток в образце изменяются в соответствии с функциями:

$$B = B_0 \cos(\omega_1 t + \delta_1) \quad (2.20)$$

и

$$I = I_0 \cos(\omega_2 t + \delta_2) , \quad (2.21)$$

причем  $\omega_2 > \omega_1$ . В этом случае э.д.с. Холла

$$U_x = R \frac{IB}{d} = R \frac{I_0 B_0}{d} \cos(\omega_1 t + \delta_1) \cdot \cos(\omega_2 t + \delta_2) = \frac{I_0 B_0}{2d} \cdot \{\cos[(\omega_2 - \omega_1)t + (\delta_2 - \delta_1)] + \cos[(\omega_2 + \omega_1)t + (\delta_2 + \delta_1)]\}$$

и может быть измерена при суммарной или разностной частоте

$$U_x [(\omega_2 + \omega_1)t] = R \frac{I_0 B_0}{2d} \cos[(\omega_2 + \omega_1)t + (\delta_2 + \delta_1)] , \quad (2.22)$$

$$U_x [(\omega_2 - \omega_1)t] = R \frac{I_0 B_0}{2d} \cos[(\omega_2 - \omega_1)t + (\delta_2 - \delta_1)] . \quad (2.23)$$

При измерении среднеквадратичного значения э.д.с. Холла  $I_0$  – среднеквадратичное значение тока, а  $B_0$  – амплитудное значение магнитной индукции. В частном случае, когда  $\omega_1 = \omega_2 = \omega$ , э.д.с. Холла складывается из постоянной составляющей э.д.с. и переменной составляющей удвоенной частоты

$$U_x = \frac{RI_0 B_0}{2d} \cos(\delta_2 - \delta_1) + \frac{RI_0 B_0}{2d} \cos[2\omega t + (\delta_2 + \delta_1)] . \quad (2.24)$$

Если проводить измерения постоянной составляющей э.д.с. или переменной составляющей удвоенной частоты, то измеренная разность потенциалов будет суммой э.д.с. Холла и э.д.с., возникающей за счет эффекта Эттингсгаузена. Остальные эффекты не будут оказывать влияния, так как будут создавать э.д.с. на частоте  $\omega$ . Влияние эффекта Эттингсгаузена устраняется, если частота протекающего через образец тока велика.

Таким образом, для определения э.д.с. Холла этим методом достаточно одного измерения. Несмотря на существенные преимущества метод измерения эффекта Холла при  $\omega_1 = \omega_2$  по сравнению с методом измерения при постоянном токе в постоянном магнитном поле не нашел широкого распространения.

Схема одного из вариантов измерительной установки данного метода представлена на рис. 2.5. Схема имеет следующие основные элементы: источник тока ИТ – низкочастотный генератор переменного тока с частотой  $\omega_2$  и низкоомным симметричным выходом, измеритель тока образца А, включенный в середину выходной обмотки трансформатора источника тока; избирательный усилитель У с узкой полосой пропускания (0,1 Гц); вольтметр V для измерения э.д.с. Холла; смеситель СМ; осциллограф О.

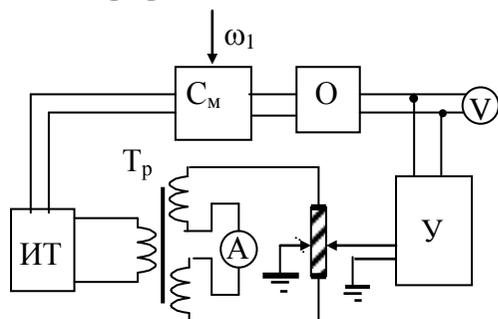


Рис. 2.5. Схема измерения эффекта Холла на переменном токе в переменном магнитном поле

Для создания магнитного поля, в которое помещают образец, обычно используют электромагнит, питаемый от промышленной сети переменного тока или соленоид с концентраторами. Источник магнитного поля на схеме не показан.

Измерительная схема работает следующим образом. Переменное напряжение частотой  $\omega_2$  от источника тока ИТ через трансформатор Тр подается на образец. Э.д.с., возникаю-

щая на холловских зондах образца, один из которых заземлен, усиливается усилителем У, настроенным на разностную частоту  $\omega_2 - \omega_1$ , равную разности частоты тока через образец и частоты изменения магнитного поля. Напряжение, возникающее на холловских электродах образца за счет протекания через образец тока и соответствующее неэквивалентности холловских электродов, имеет частоту тока  $\omega_2$  и потому не регистрируется усилителем. Высокое входное сопротивление усилителя ( $10^{10}$  Ом) достигается благодаря использованию электрометрического входного каскада усилителя и максимального уменьшения паразитных емкостей. Узкая полоса пропускания снижает, кроме того, уровень шумов усилителя. Величина э.д.с. Холла измеряется вольтметром V на выходе усилителя.

Одновременно напряжение частотой  $\omega_2$  от источника тока подается на смеситель  $C_m$ , который создает напряжение частотой  $(\omega_2 - \omega_1)$  со стандартной фазой. Это напряжение подается на вход осциллографа О; на другой вход осциллографа подается напряжение от усилителя У. Возникающая на экране осциллографа картина Лиссажу позволяет сравнивать фазы напряжений и, следовательно, определять знак э.д.с. Холла, а также тип электропроводности кристаллического образца.

По сравнению с другими методами измерения эффекта Холла данный метод имеет существенные преимущества. Благодаря тому, что э.д.с. Холла измеряют с помощью избирательного усилителя при разностной или суммарной частоте, исключаются все побочные э.д.с., вызываемые сопутствующими явлениями, несимметрией зондов, наводками от магнитного поля, и повышается чувствительность схемы. По сравнению с методом измерения при постоянном токе в постоянном магнитном поле рассмотренный метод при использовании даже слабых магнитных полей превосходит его по чувствительности во много раз.

### 2.3. Определение параметров по измерениям тока Холла

Одновременные измерения удельной электрической проводимости и коэффициента Холла широко применяют при изучении процессов рассеяния носителей заряда, а также при определении энергии ионизации и концентрации локальных энергетических уровней в полупроводниках.

Измерение тока Холла вместо общепринятого измерения э.д.с. Холла нередко более удобно и имеет определенные преимущества. Экспериментально полученные значения удельной проводимости и э.д.с. Холла в общем случае обусловлены движением носителей заряда как в объеме, так и в приповерхностных областях образца, где концентрация и подвижность носителей заряда отличаются от объемных. Поэтому возникает необходимость исключить одно из этих явлений или разделить их с целью изучения каждого в отдельности.

Обычно при измерении эффекта Холла и удельной проводимости используют толстые образцы, у которых влияние поверхностных явлений на результаты измерений оказывается пренебрежимо малым. Чем выше поверхностная проводимость и чем ниже объемная, тем толще должен быть образец. При недостаточной толщине образца необходимо учитывать неоднородность его свойств по толщине и проявлять значительную осторожность при использовании теоретических соотношений, пригодных лишь для образца с однородными свойствами. Особенность измерения эффекта Холла по току заключается в том, что поверхностная и объемная составляющие тока в суммарном токе Холла складываются аддитивно. Это позволяет исследовать их отдельно, используя эффект поля как средство управления поверхностной проводимостью образца. Разделить объемную и поверхностную составляющую тока Холла можно, если одновременно провести измерения тока Холла и поверхностной проводимости в зависимости от внешнего приложенного напряжения при эффекте поля.

Рассмотрим схему, представленную на рис. 2.6. Основная особенность образца для измерения тока Холла заключается в том, что один из токовых контактов выполняют в виде двух равных половинок 2 и 3, разделенных узким зазором. В отсутствие магнитного поля через образец протекает ток от источника питания ИТ. Если  $R_1 = R_2$ , контакты 2 и 3 эквипотенциальны и ток через гальванометр  $G$  отсутствует. При наличии тока через гальванометр переменные сопротивления  $R_1$  и  $R_2$  позволяют довести его до нулевого значения. Чтобы весь ток Холла протекал через гальванометр и измерялся им, электрическое сопротивление гальванометра должно быть много меньше, чем сопротивление  $R_1$  и  $R_2$ . При соблюдении этих требований, если включить магнитное поле, гальванометр покажет ток, равный  $0,5 \cdot I_y$ . Такой же по величине ток потечет вдоль контакта 1.

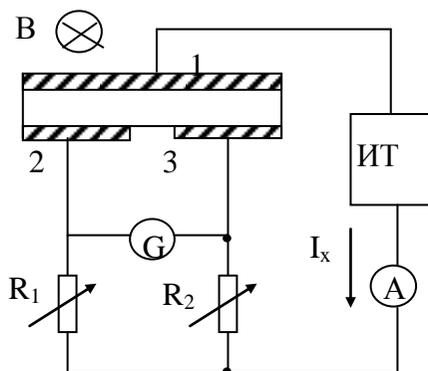


Рис. 2.6. Схема для измерения тока Холла

На образцах с низким удельным сопротивлением выполнить первое из указанных условий затруднительно, а иногда практически невозможно. Поэтому при измерениях на низкоомных образцах в измерительную схему дополнительно включают гальванометр с источником питания. При включенном магнитном поле ток гальванометра  $G$  доводится до нулевого значения за счет увеличения тока в цепи дополнительного гальванометра. При нулевом токе гальванометра  $G$  контакты 1

и 2 образца эквипотенциальны, а через дополнительный гальванометр протекает ток  $0,5I_y$ .

Используя специальную форму контакта – охранный кольцо (рис. 2.7), можно не измерять ток Холла, текущий в поверхностном слое, а производить измерение только объемной составляющей тока Холла. Условием точных измерений является эквипотенциальность контактов 2, 3 и охранного кольца. Выполнение этого требования обеспечивается, если сопротивление прибора  $A_2$  много меньше сопротивления между охранным кольцом и контактами 2 и 3. При этом расстояние между контактами и охранным кольцом, так же как расстояние между контактами 2 и 3 должно быть достаточно малым (много меньше размеров  $a$  и  $b$ ), чтобы электрическое поле в образце можно было считать однородным.

Измерение эффекта Холла (тока Холла) по сравнению с измерением э.д.с. Холла имеет преимущества при использовании высокоомных образцов, т.к. не требует высокоомной измерительной схемы. Основное ограничение метода связано с необходимостью использования омических контактов.

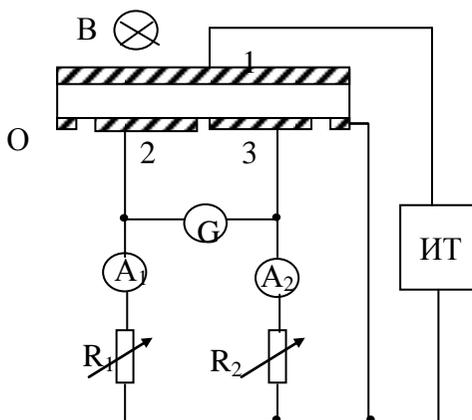


Рис. 2.7. Схема для измерения объемной составляющей тока Холла

## 2.4. Определение параметров полупроводников из измерений эффекта Холла

### 2.4.1. Определение концентрации донорных и акцепторных примесей по измерению эффекта Холла

На практике концентрацию доноров и акцепторов по измерениям эффекта Холла определяют следующим образом. В области комнатных температур все примеси в широкозонных полупроводниках, создающие мелкие уровни, полностью ионизированы. В примесном полупроводнике (возьмем для определенности полупроводник электронной проводимости) концентрация электронов определяется соотношением

$$n = N_d - N_a, \quad (2.25)$$

где  $N_d$  и  $N_a$  – концентрация донорных и акцепторных уровней.

Образец называется компенсированным, если концентрации доноров и акцепторов приблизительно равны. Фактор компенсации «К» определим из соотношения (в полупроводнике n-типа)

$$K = N_a / N_d. \quad (2.26)$$

Компенсация связана с недостаточной очисткой исходных материалов. Компенсированные полупроводники имеют худшие свойства при использовании их в полупроводниковых приборах. Поэтому раздельное определение доноров и акцепторов и нахождение фактора компенсации представляет важную задачу.

В области низких температур не все доноры в полупроводнике ионизированы. Пусть  $n_d$  – количество неионизированных доноров. Тогда  $N_d - n_d$  – количество ионизированных доноров. Предположим, что концентрация  $N_d > N_a$ . Тогда, очевидно, все акцепторы ионизированы, т.е. имеют отрицательный заряд.

Условия электронейтральности в этом случае

$$n + N_a = N_d - n_d, \quad (2.27)$$

где  $n$  – концентрация электронов. Отсюда концентрация электронов на донорах

$$n_d = N_d - N_a - n. \quad (2.28)$$

Кроме того, при термодинамическом равновесии количество переходов с донорных уровней в зону проводимости равняется количеству обратных переходов из зоны проводимости на донорные уровни. Если  $C_n$  – вероятность захвата электрона, а  $C_n n_1$  – вероятность теплового выброса, то величина  $u = C_n n (N_d - n_d)$  характеризует суммарную скорость захвата электронов на заряженные донорные уровни, а величина  $C_n n_d n_1$  – суммарную скорость тепловых переходов в зону проводимости. Величина  $n_1$  определяется соотношением

$$n_1 = N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right). \text{ Приравнивая скорость захвата и выброса}$$

$$C_n n (N_d - n_d) = C_n n_d n_1;$$

получим

$$n_d = \frac{n}{n + n_1} N_d n_d. \quad (2.29)$$

Подставляя  $n_d$  в (2.28), получим

$$\frac{n}{n + n_1} N_d = N_d - N_a - n;$$

или

$$\frac{n N_d}{N_d - N_a - n} = n + n_1;$$

$$\frac{nN_d}{N_d - N_a - n} - n = n_1;$$

$$\frac{nN_d - nN_d + N_a n + n^2}{N_d - N_a - n} = N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right);$$

$$\frac{n(N_a + n)}{N_d - N_a - n} = N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right). \quad (2.30)$$

При низких температурах концентрация электронов уменьшается, и мы можем в знаменателе выражения (2.30) пренебречь величиной «n» по сравнению с  $N_d$ , тогда

$$n = \frac{N_d - N_a}{N_a - n} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right). \quad (2.31)$$

Рассмотрим два случая:

1) полупроводник некомпенсированный  $N_a \ll n$

$$n = \frac{N_d}{n} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right), \quad (2.32)$$

т.е.

$$n^2 = N_d N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right),$$

откуда получаем

$$n = \sqrt{N_d N_c} \exp\left(-\frac{E_d}{2kT}\right). \quad (2.33)$$

2) Полупроводник компенсированный,  $N_a \gg n$

$$n = \frac{N_d - N_a}{N_a} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right). \quad (2.34)$$

При учете факторов вырождения примесных уровней  $\beta$  соотношения (2.33) и (2.34) принимают вид

$$\left. \begin{aligned} n &= \sqrt{\beta N_d N_c} \exp\left(-\frac{E_d}{2kT}\right) \\ n &= \beta \frac{N_d - N_a}{N_a} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right) \end{aligned} \right\}. \quad (2.35)$$

Таким образом, для некомпенсированного полупроводника наклон кривой  $\ln n = f(1/T)$  равен  $E_d/2k$ . Для компенсированного полупроводника в области низких температур наклон равен  $E_d/k$  (рис. 2.8).

Учитывая, что при высоких температурах  $T_1$  в области истощения примесей  $n(T_1) = N_d - N_a$ , концентрации акцепторов и доноров могут быть найдены по формулам

$$\left. \begin{aligned} N_a &= \frac{n(T_1)}{n(T)} N_c \exp\left(-\frac{E_d}{kT}\right) \\ \text{и } N_d &= n(T_1) + N_a \end{aligned} \right\}, \quad (2.36)$$

где  $n(T)$  – концентрация электронов, определяемая по измерению эффекта Холла в области низких температур, там, где она изменяется по закону (2.34) с наклоном  $\Delta E_d/k$ .

Данный метод широко применяется для определения концентрации доноров и акцепторов в германии и кремнии. Однако его следует применять с осторожностью, лишь убе-

дившись, что соответствующие условия эксперимента выполняются, а исследуемые образцы имели однородную изотропную кристаллическую структуру.

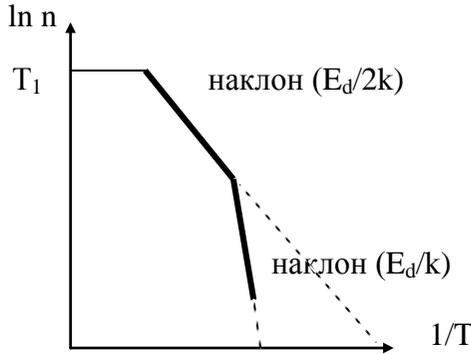


Рис. 2.8. Температурная зависимость концентрации носителей заряда в полупроводнике n – типа при низких температурах

### 2.4.2. Определение концентрации доноров и акцепторов по температурной зависимости подвижности

Известно, что температурная зависимость подвижности свободных носителей заряда в легированных полупроводниках имеет вид кривой с максимумом. Это объясняется тем, что подвижность носителей заряда обусловлена их рассеянием на акустических колебаниях кристаллической решетки и на ионах примеси, а влиянием других возможных механизмов рассеяния можно пренебречь. В диапазоне высоких температур, где преобладает рассеяние на колебаниях кристаллической решетки, подвижность носителей заряда уменьшается с увеличением температуры по степенному закону  $T^{-3/2}$ . В диапазоне более низких температур, где преобладает рассеяние на ионах примеси, подвижность растет с увеличением температуры. Максимальные значения подвижности достигаются в диапазоне температур, в котором происходит переход от одного преобладающего механизма рассеяния к другому. Относительное влияние рассеяния на ионах примеси тем сильнее, чем выше их

концентрация, и, следовательно, тем выше температура, при которой достигается максимальное значение подвижности. Иными словами, температура  $T_m$ , соответствующая максимуму подвижности, является функцией концентрации ионов примеси  $T_m = f(N_i)$  и может быть использована для её нахождения.

Если полупроводник содержит донорную и акцепторную примеси, то при условии полной ионизации примесей концентрация ионов

$$N_i = N_d + N_a \quad (2.37)$$

или

$$N_i = n + 2N_a, \quad (2.38)$$

где учтена компенсация акцепторов донорами.

Концентрация свободных носителей заряда известна из холловских измерений при температуре  $T_1$  (рис. 2.8)

$$n = N_d - N_a, \quad (2.39)$$

так что выражения (2.38) и (2.39) составляют систему уравнений относительно  $N_d$  и  $N_a$ , если  $N_i$  определена из условия максимума подвижности.

Таким образом, для отдельного определения концентрации доноров и акцепторов с помощью описанного метода необходимо выполнить измерения эффекта Холла и проводимости в диапазоне температур, в котором холловская подвижность достигает максимального значения ( $\mu_x = R_x \cdot \sigma$ ); затем по градуировочной кривой найти соответствующую концентрацию ионов  $N_i$ , а из уравнений

$$\begin{cases} N_i = n + 2N_a \\ n = N_d - N_a \end{cases} \quad (2.40)$$

определить  $N_d$  и  $N_a$ .

### 2.4.3. Ширина запрещенной зоны

Коэффициент Холла при концентрации носителей заряда в области собственной электропроводности

$$R = \frac{r}{e} \frac{\mu_p - \mu_n}{\mu_p + \mu_n} (N_c \cdot N_v)^{1/2} \exp \frac{\Delta E}{2kT} . \quad (2.41)$$

Предполагая частное  $\frac{\mu_p - \mu_n}{\mu_p + \mu_n}$  независимым от температуры, что практически выполняется в большинстве случаев, ширину запрещенной зоны можно определить по измерениям температурной зависимости постоянной Холла. Тангенс угла наклона функции  $\ln(RT^{3/2})$  в зависимости от обратной температуры, полученной (т.к.  $(N_c \cdot N_v)^{-1/2} \sim T^{-3/2}$ ) из (2.41), определяет величину  $\Delta E_0$

$$\frac{\Delta \ln |RT^{3/2}|}{\Delta(1/T)} = \frac{\Delta E_0}{2k} . \quad (2.42)$$

Как и при определении ширины запрещенной зоны по температурной зависимости электропроводности, в данном случае наклон кривой  $\ln |RT^{3/2}|$  от  $1/T$  характеризует величину  $\Delta E$  при  $T = 0$  (т.е.  $\Delta E_0$ ), а не ширину зоны, соответствующую температуре, при которой производились измерения. Если функция  $\ln |RT^{3/2}|$  от  $1/T$  значительно отличается от линейной, это может быть следствием очень сильной нелинейной зависимости ширины запрещенной зоны от температуры, процессов многофоновонного рассеяния при высоких температурах, а также от электронно-дырочного рассеяния при больших концентрациях свободных носителей заряда. Последние два процесса влияют на величину коэффициента  $r$ , зависящую от механизма рассея-

ния, изменяют характер зависимости подвижности от температуры.

В области примесной электропроводности в соответствии с формулами (2.33) и (2.34) энергия ионизации доноров и акцепторов определяется на основании графической зависимости для случая чисто примесной электропроводности

$$\ln|RT^{3/4}| = f\left(\frac{1000}{T}\right) \quad (2.43)$$

и для случая компенсированной примесной электропроводности

$$\ln|RT^{3/2}| = f\left(\frac{1000}{T}\right). \quad (2.44)$$

Таким образом, из температурной зависимости коэффициента Холла, как и из температурной зависимости электрической проводимости, можно определить ширину запрещенной зоны и энергию активации примесной проводимости.

### **3. ИЗМЕРЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ НЕРАВНОВЕСНЫХ НОСИТЕЛЕЙ ЗАРЯДА В ПОЛУПРОВОДНИКАХ**

#### **3.1. Основные параметры**

Параметры неравновесных носителей заряда характеризуют электрофизические свойства полупроводникового материала и во многом определяют его возможности при изготовлении полупроводниковых приборов. Кроме того, измерение этих параметров является важным средством исследования полупроводникового материала.

К параметрам неравновесных носителей заряда относятся дрейфовая подвижность, коэффициент диффузии,

диффузионная длина, скорость поверхностной рекомбинации и время жизни. Во многих случаях параметры неравновесных носителей заряда характеризуют неосновные носители заряда, т.е. электроны в полупроводниках р-типа и дырки в полупроводниках n-типа.

Распределение неравновесных носителей заряда в полупроводниковом образце, его изменение в пространстве и во времени описываются системой уравнений непрерывности с начальными и граничными условиями на поверхности, в которые входят все перечисленные параметры. Поэтому методы определения этих параметров основаны на решении соответствующих уравнений непрерывности с некоторыми упрощающими предположениями.

### **3.2. Методы измерения дрейфовой подвижности**

Прежде чем рассматривать методы измерения дрейфовой подвижности кратко рассмотрим различные типы подвижности:

1. *Микроскопическая подвижность* – подвижность, которую свободные носители имеют в действительности.

2. *Подвижность по электрической проводимости*, т.е. подвижность, вычисляемая из равенства  $\mu = \sigma/ne$ , практически идентична с микроскопической подвижностью.

3. *Дрейфовая подвижность* – скорость дрейфа носителя в электрическом поле, деленная на единицу напряженности поля. Дрейфовая подвижность совпадает с микроскопической подвижностью только тогда, когда отсутствует захват носителей. Если, например, носитель свободен в течение половины своего времени жизни, а в остальное время захвачен ловушкой, то дрейфовая подвижность равна по величине половине микроскопической подвижности.

4. *Холловская подвижность* - произведение коэффициента Холла на проводимость.

5. *Подвижность по фотопроводимости* – подвижность, вычисленная из скорости фотоотклика, обычно при условии, что электрическая проводимость образца обусловлена носителями одного типа. Если измерения проводятся при достаточно высоких интенсивностях света, когда ловушки не влияют на перенос носителей заряда, то подвижность по фотопроводимости совпадает с микроскопической подвижностью. При малых интенсивностях света, когда ловушки существенно влияют на скорость фотоотклика, измерения фотопроводимости дают величины дрейфовой подвижности.

Методы измерения дрейфовой подвижности неравновесных носителей заряда основаны на регистрации дрейфа избыточных носителей заряда в электрическом поле и различаются лишь способами его регистрации в некоторой точке образца.

Впервые измерения дрейфовой подвижности были выполнены Хайнсом, Пирсоном и Шокли в 1949 г. Схема измерительной установки их метода показана на рис. 3.1. Образец германия, предназначенный для измерения, представляет собой нитевидный прямоугольный образец. На поверхности образца на расстоянии  $\ell$  установлены два вольфрамовых зонда.

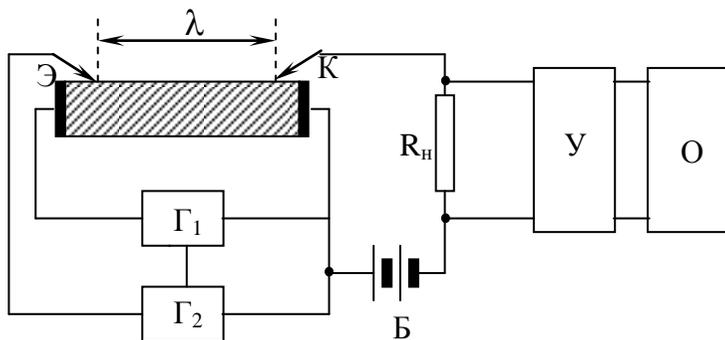


Рис. 3.1. Схема для измерения дрейфовой подвижности

Образец закрепляется на столике микроскопа. Установку вольфрамовых зондов производят с помощью винтовых устройств, расстояние между зондами измеряют по шкале микроскопа. Один из зондов служит эмиттером Э и предназначен для инжекции неосновных носителей заряда в образец, другой – коллектором К и необходим для регистрации дрейфа избыточных носителей заряда. Оба контакта должны обладать выпрямляющими вольтамперными характеристиками. При протекании тока через выпрямляющий контакт, включенный в прямом направлении, осуществляется инжекция неосновных носителей заряда. Одновременно с возрастанием концентрации неосновных носителей заряда появляются основные носители, обеспечивающие электронейтральность.

К коллекторному зонду приложено напряжение от батареи Б в запирающем направлении. Ток коллектора пропорционален концентрации неосновных носителей заряда. Если в результате дрейфа импульс избыточных носителей заряда дойдет до коллектора, то ток коллектора возрастает, и это увеличение тока будет пропорционально концентрации неосновных избыточных носителей заряда.

Схема работает следующим образом. В цепь коллектора включено последовательно сопротивление нагрузки  $R_n$ , падение напряжения на котором пропорционально току коллектора. Напряжение с сопротивления нагрузки подается на схему регистрации, состоящую из дифференциального усилителя У и импульсного осциллографа О. На экране осциллографа можно наблюдать осциллограмму коллекторного тока и по меткам времени определять время дрейфа неосновных носителей от эмиттера к коллектору « $t$ », которое связано с подвижностью  $\mu$  соотношением

$$\mu = \lambda^2 / Ut, \quad (3.1)$$

где  $U$  – приложенное к образцу напряжение.

В некоторый момент времени  $t = 0$  от генератора  $\Gamma_1$  через торцевые омические контакты подается импульс напряжения прямоугольной формы, который создает в образце электрическое поле  $E$  (рис. 3.2). Через некоторый интервал времени  $\Delta t$ , соответствующий времени задержки, от генератора  $\Gamma_2$  на эмиттерный контакт подается импульс тока прямоугольной формы, который инжектирует неосновные носители заряда в объеме исследуемого образца. Избыточные носители заряда начинают дрейфовать в электрическом поле, созданном в образце импульсом напряжения генератора  $\Gamma_1$ . К моменту времени  $t_{пр}$ , передний фронт импульса носителей пройдет расстояние  $l$ , достигнет коллектора и будет зафиксирован на осциллограмме.

В момент времени  $t_2$  импульс генератора  $\Gamma_2$  окончится и дальнейшая инжекция носителей заряда прекратится. Однако неосновные носители, введенные в образец задним фронтом этого импульса, будут продолжать движение в сторону коллектора и достигнут его в момент  $t_y$ . В течение времени, равного длительности  $(t_y - t_{пр})$  эмиттерного импульса, ток коллектора остается неизменным. В момент времени  $t_y$  задний фронт импульса избыточных носителей уйдет за коллектор.

Подъем на осциллограмме в момент  $t = 0$ ,  $t = t_1$  и спад при  $t = t_2$  и  $t = t_0$  соответствуют импульсам от генераторов  $\Gamma_1$  и  $\Gamma_2$ . Они фиксируются осциллографом потому, что вызывают падение напряжения на участке образца между коллектором и контактом, который включен последовательно в коллекторную цепь. Время дрейфа переднего фронта импульса инжектированных носителей до коллектора определяется из осциллограммы как время  $t_{пр} - t_1$ , а дрейфа заднего фронта, - как время  $t_y - t_2$ . Времена дрейфа носителей заряда, определенные таким образом, не равны друг другу. Это объясняется тем, что передний фронт импульса инжектированных носителей заряда дрейфует в электрическом поле, образованном совместно генераторами  $\Gamma_1$  и  $\Gamma_2$ , а задний фронт импульса перемещается в поле, созданном генератором

$\Gamma_1$ . Это электрическое поле можно измерить импульсным вольтметром в отсутствие инжекции, и потому вычисление подвижности производят по времени ухода носителей за коллектор.

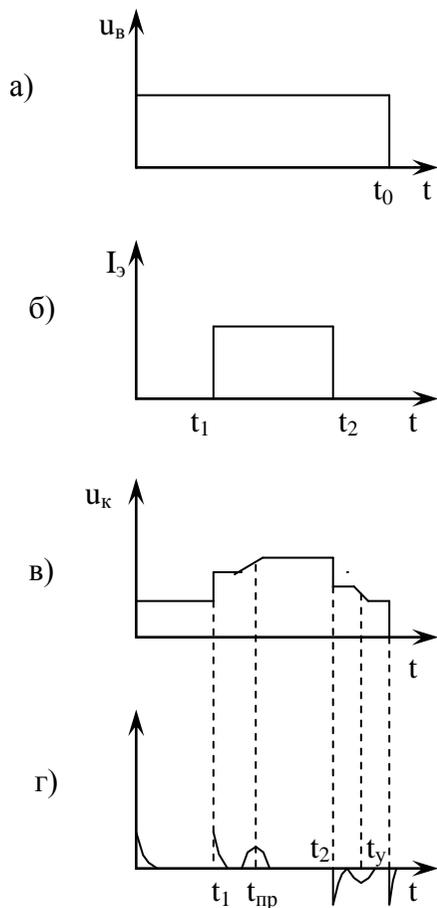


Рис. 3.2. Осциллограммы:

а) импульса напряжения на образце

б) импульса тока эмиттера

в) напряжение на коллекторе

г) продифференцированного напряжения на коллекторе

Процессы диффузии вызывают размытие фронтов импульса инжектированных носителей заряда, что приводит к размытию фронтов импульса коллекторного тока и делает неопределенным момент прихода и ухода импульса носителей. Поэтому время дрейфа определяют по точке перегиба осциллограммы коллекторного тока. Для удобства отсчета времени дрейфа коллекторный сигнал дифференцируют, тогда точкам перегиба  $t_{np}$  и  $t_y$  осциллограммы соответствуют экстремумы осциллограммы  $dU_k/dt$ .

Вычисленные таким образом значения дрейфовой подвижности тем ближе к истинным значениям, чем ниже уровень инжекции. Это связано с нарушением однородности электрического поля, возникающим в результате модуляции проводимости образца инжектированными носителями заряда.

Снижение уровня инжекции приводит не только к уменьшению модуляции проводимости образца, но и к уменьшению размытия фронтов импульса коллекторного тока. Чем больше уровень инжекции, тем больше градиент концентрации носителей заряда и тем больше протяженность области диффузионного размытия. Поэтому для точного определения дрейфовой подвижности производят ряд измерений времени дрейфа при постепенно уменьшающемся уровне инжекции. Из этого графика находят точное значение дрейфовой подвижности носителей заряда.

Существующие модификации метода измерения дрейфовой подвижности отличаются от изложенного способами создания и регистрации неравновесных носителей заряда.

Рассмотрим некоторые из них. В одной из модификаций метода измерения дрейфовой подвижности используют короткий (длительностью 1-2 мс) импульс эмиттерного тока. При этом измерительная схема и последовательность её работы остаются прежними. Осциллограмма коллекторного тока для этого случая приведена на рис. 3.3. Время дрейфа импульса от эмиттера до коллектора равно  $t_n - t_1$ .

Несколько больше отличается от схемы Хейнса-Шокли мостовой метод измерения дрейфовой подвижности. В этом случае измерительная схема представляет собой мост, два плеча которого составляют части образца по одну и другую стороны от коллекторного контакта, а два других плеча – переменные сопротивления. В измерительную диагональ моста включают батарею смещения коллектора и сопротивления нагрузки. Напряжение с сопротивления нагрузки, пропорциональное коллекторному току, подается на осциллограф. Во вторую диагональ моста включен генератор прямоугольных импульсов напряжения для создания электрического поля в образце. Изменяя соотношение между сопротивлениями плеч моста, можно добиться баланса моста при наличии импульса напряжения генератора  $\Gamma_1$ . Тогда на осциллограф будет подаваться только сигнал, возникающий на коллекторе в результате дрейфа неравновесных носителей заряда, отпадает необходимость дифференцирования коллекторного сигнала и увеличится чувствительность схемы измерения.

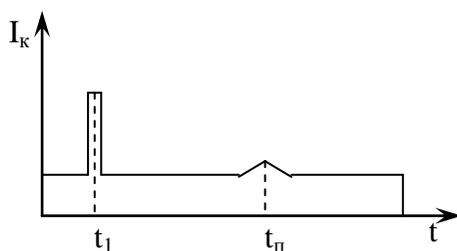


Рис. 3.3. Осциллограмма коллекторного тока при коротком импульсе

Схема работает так. Сначала подается импульс эмиттерного тока небольшой длительности от генератора  $\Gamma_2$ . Затем, через некоторое время задержки, следует импульс напряжения генератора  $\Gamma_1$ . Осциллограмма коллекторного тока показана на рис. 3.4.

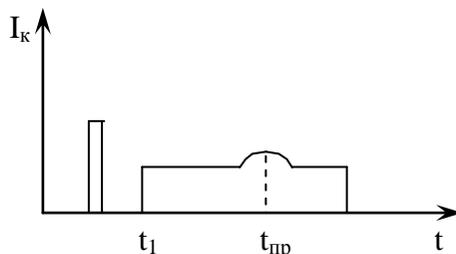


Рис. 3.4. Осциллограмма коллекторного тока при мостовой схеме измерения

Схема регистрации с коллекторным контактом работает хорошо, если действие коллектора эффективно. Однако практически для некоторых полупроводниковых материалов действие коллектора неэффективно. В этом случае коллекторный сигнал, обусловленный избыточными носителями заряда, очень мал по сравнению с сигналом от импульсов напряжения генератора  $\Gamma_1$  и его не удастся обнаружить. Тогда необходимо подавать на осциллограф компенсирующий импульс. В мостовой схеме это условие реализуется при установке баланса моста в отсутствие эмиттерного сигнала.

### 3.3. Определение коэффициента диффузии

Во многих способах дрейфовую подвижность носителей заряда находят путем измерений времени дрейфа избыточных носителей в электрическом поле между двумя точками образца. Однако имеется ещё одна возможность измерения подвижности. Эта возможность связана с определением коэффициента диффузии по диффузионному размытию импульса носителей заряда и последующим вычислением подвижности по соотношению Эйнштейна

$$\mu = D \cdot e / kT. \quad (3.2)$$

Метод предполагает изучение распределения носителей заряда, возникшего в отсутствие электрического поля в результате процесса диффузии через некоторое время после окончания процесса генерации. Сравнение экспериментально полученного распределения носителей заряда с вычисленным по уравнению диффузии дает возможность найти коэффициент диффузии.

Схема измерительной установки изображена на рис. 3.5. Световой поток от импульсной лампы с помощью оптической системы ОС и щелевой диафрагмы Д фокусируется на поверхности образца в виде узкой полоски (100-500 мкм). Световые импульсы следуют с частотой 50 Гц. Генерированные светом избыточные носители заряда диффундируют в объеме образца и фиксируются зондом-коллектором, смещенным в запирающем направлении. Напряжение с сопротивления нагрузки  $R_H$  подается на импульсный усилитель У и осциллограф О или вольтметр. Развертка осциллографа запускается импульсом синхронизации от блока питания импульсной лампы одновременно со световым импульсом.

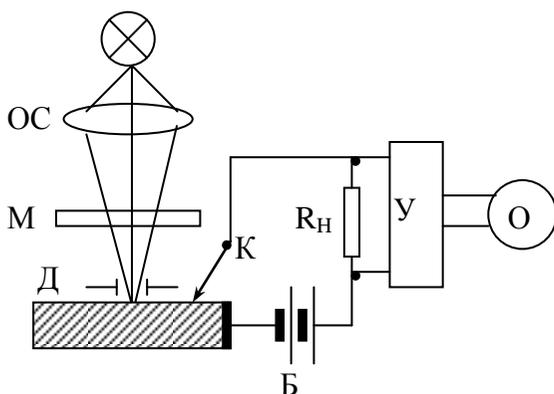


Рис. 3.5. Схема установки для измерения коэффициента диффузии

Измерения проводят следующим образом. Снимают серию осциллограмм тока коллектора при различных расстояниях до световой полосы (рис. 3.6). Затем на осциллограммах замеряют координаты, соответствующие фиксированному  $t = t_0$ , и наносят на график в логарифмическом масштабе в зависимости от  $x^2$ .

Из тангенса угла наклона прямой по формуле

$$D = 4t_0 \left| \frac{d}{d(x^2)} [\ln U(x, y_0, t_0)]^{-1} \right| \quad (3.3)$$

определяют коэффициент диффузии. Момент  $t_0$  нужно выбирать на осциллограмме с учетом того, что расчетные формулы получены в предположении мгновенного источника, а это выполняется в том случае, если длительность светового импульса значительно меньше  $t_0$ . Вместе с тем, чтобы выполнялся теоретический критерий между шириной полосы  $\omega$  и  $t_0$

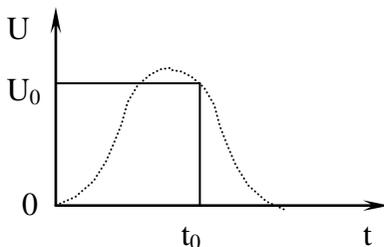


Рис. 3.6. Определение напряжения  $U_0$  при фиксированном  $t_0$  из осциллограммы напряжения

$$\frac{\omega^2}{Dt_0} \ll 7 . \quad (3.4)$$

Но максимальное значение  $t_0$  ограничивается тем минимальным сигналом, который может быть надежно измерен. Максимальное значение  $t_0$  возрастает при увеличении чувствительности схемы и уровня инжекции, а также за счет увеличения сигнала при использовании источника генерации в виде полуплоскости. Минимальное значение эффективного времени жизни, при котором метод применим, ограничивается длительностью светового импульса и при полуширине светового импульса, равного 3 мкс, составляет около 10 мкс.

В отличие от дрейфовой подвижности носителей заряда, которая определяется путем измерения времени дрейфа импульса носителей заряда в электрическом поле, в данном случае значение подвижности носителей заряда, вычисляемое из соотношения Эйнштейна, представляет собой биполярную диффузионную подвижность

$$\mu_d = \frac{n + p}{\frac{n}{\mu_p} + \frac{p}{\mu_n}} . \quad (3.5)$$

По сравнению с методом определения дрейфовой подвижности этот метод обладает преимуществами:

1. Не требуется образцов правильной геометрической формы.
2. Измерения можно проводить на образцах с собственной проводимостью и очень низкоомных.
3. Метод не требует создания электрического поля, что значительно упрощает схему.
4. Схема менее чувствительна к уровню инжекции, метод не нуждается в экстраполяции результатов к нулевому уровню и требует измерения лишь на одном уровне инжекции. Это связано с тем, что биполярная диффузионная подвижность

зависит от суммы концентраций носителей заряда и в противоположность биполярной дрейфовой подвижности не изменяет знака при изменении типа электропроводности полупроводника, т.е. слабо зависит от уровня инжекции.

### **3.4. Измерение диффузионной длины методом подвижного светового зонда**

Практически для измерения диффузионной длины неосновных носителей заряда широко распространен метод подвижного светового зонда с точечным детектирующим контактом. Основа этого метода состоит в следующем. Плоская поверхность полупроводникового образца освещается узкой длинной полоской света - световым зондом. Свет, поглощаясь в тонком приповерхностном слое, генерирует электронно-дырочные пары, которые диффундируют из освещенной области. На некотором расстоянии от светового зонда находится детектирующий точечный контакт, который дает возможность фиксировать диффундирующие носители в данной точке образца. На коллекторный контакт подано запирающее напряжение. Ток в цепи коллектора прямо пропорционален концентрации неосновных носителей заряда.

Если исследуется тонкий однородный образец, освещенный с торца, то задачу нахождения распределения неосновных носителей в первом приближении можно считать одномерной. При этом распределение избыточных носителей находится из решения уравнения

$$\frac{\partial^2 P}{\partial x^2} - \frac{P - P_0}{D\tau_p} = 0 \quad (3.6)$$

при граничных условиях

$$P_{x=0} = P(0) + P_0; P_{x=\infty} = P_0, \quad (3.7)$$

которое записывается в виде

$$P(x) - P_0 = P(0) \exp\left(-\frac{x}{L}\right), \quad (3.8)$$

где  $L = \sqrt{D\tau_p}$ .

В действительности, метод в таком варианте имеет целый ряд ограничений, которые почти полностью исключают возможность его практического применения. Освещение с торца неудобно, при освещении же узкой полоской света образца, толщина которого меньше длины, измеряемое значение диффузионной длины значительно занижено вследствие влияния скорости поверхностной рекомбинации. Поэтому шире распространен метод быстро движущегося светового зонда. Этот метод широко применяется в учебных институтах, в практике студенческих лабораторных работ, так как позволяет достаточно наглядно представить и измерить такие характеристики неосновных носителей, как время жизни  $\tau$ , коэффициент диффузии неосновных носителей  $D$  и скорость поверхностной рекомбинации  $S$ .

Сущность метода заключается в следующем. На исследуемый образец падает пучок света, движущийся с постоянной скоростью по светочувствительной поверхности кристалла, на которой установлен металлический зонд (коллектор). В освещенной области создаются избыточные носители тока, которые диффундируют в неосвещенную область со скоростью диффузии  $V = L/\tau$ , где  $L$  - средняя диффузионная длина,  $\tau$  - время жизни.

При движущемся световом пятне характер распределения избыточных носителей определяется постоянной  $L$  и скоростью перемещения светового пятна  $V$ . Величина эффективной диффузионной длины  $L$  с разных сторон от светового пятна должна иметь различные значения, и функции распределения избыточных носителей по объему

неосвещенного кристалла для областей  $x > 0$  и  $x < 0$  ( $x$  отсчитывается относительно подвижной системы координат, начало которой связывается с центром движущегося пятна) записываются в форме

$$\left. \begin{aligned} P(x) &= \text{const} \exp(-x / L_1) \\ P(x) &= \text{const} \exp(-x / L_2) \end{aligned} \right\}. \quad (3.9)$$

Функция  $P(x)$  определяется экспериментально – измерением фото-э.д.с., возникающей под действием света на коллекторе. По постоянным (для заданных условий опыта)  $L_1$  и  $L_2$ , которые находят по экспериментально полученной кривой, могут быть вычислены время жизни  $\tau$  и коэффициент диффузии  $D$

$$\tau = \frac{L_1 - L_2}{v}; \quad D = \frac{v}{1/L_1 - 1/L_2}. \quad (3.10)$$

Схема установки методом движущегося светового зонда показана на рис. 3.7. Свет от соответствующего источника света с помощью зеркал  $Z_1$ ,  $Z_2$  и щелевой диафрагмы  $D$  фокусируется на поверхности образца в виде длинной полосы шириной от  $10^{-2}$  до 1,0 мм. Движение световой полосы по поверхности образца создается за счет вращения зеркала, укрепленного на оси электромотора. Сигнал фото-э.д.с., пропорциональный концентрации неравновесных носителей заряда, снимается с образца благодаря зонду-коллектору и через усилитель  $У$  подается на осциллограф  $О$ . Качество коллекторного контакта определяется отношением сигнал-шум. Для уменьшения шумов контакт подвергают формовке.

Увеличенное изображение осциллограммы перестраивают в полулогарифмическом масштабе; при этом точки экспоненциальных спадающих участков осциллограммы укладываются на две прямые линии с различными наклонами: слева от светового луча

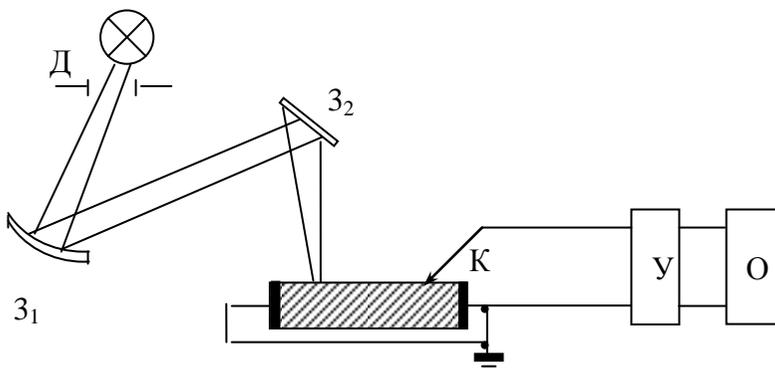


Рис. 3.7. Схема установки для измерения параметров неравновесных носителей методом движущегося светового зонда

$$\frac{d}{dt} \ln \Delta P(x, t) = \frac{c}{L_1} \quad (3.11)$$

и справа от светового луча

$$\frac{d}{dt} \ln \Delta P(x, t) = \frac{c}{L_2} . \quad (3.12)$$

Масштаб осциллограммы по горизонтальной оси определяется по меткам времени развертки осциллографа, масштаб по вертикальной оси произвольный. При этом соотношения (3.10) преобразуются следующим образом

$$\tau = \left( \frac{1}{\Delta \ln P_1} - \frac{1}{\Delta \ln P_2} \right) \Delta t , \quad (3.13)$$

$$D = \frac{v^2}{\Delta \ln P_2 - \Delta \ln P_1} \Delta t , \quad (3.14)$$

где  $\Delta \ln P_1$  и  $\Delta \ln P_2$  - разности ординат двух прямых, соответствующих равным отрезкам  $\Delta t$  по оси времени.

Как видно из выражения (3.13) в формулу для вычисления  $\tau$  не входит скорость  $v$ . Таким образом, при замене координаты  $x$  координатой времени устраняется одна из возможных ошибок измерений  $\tau$ , и если определяются только времена жизни, исключается необходимость измерения скорости движения светового зонда. Для определения коэффициента диффузии необходимо измерение скорости перемещения светового луча. Для этого на поверхности кристалла на некотором расстоянии от первого зонда-коллектора устанавливают второй. Время прохождения светового луча между зондами находят из осциллограммы по меткам времени между максимумами двух импульсов.

Кроме  $\tau$  и  $D$ , из определенного экспериментального распределения избыточных носителей тока при движущемся световом пятне можно вычислить и скорость поверхностной рекомбинации  $S$ . Для этого у двух образцов толщиной  $e_1$  и  $e_2$ , поверхность которых обработана одним способом, определяют диффузионные длины  $L_{a1}$  и  $L_{a2}$ , где  $L_a = \sqrt{L_1 L_2}$ , и вычисляют  $S$  на освещенной поверхности по формуле

$$S = \frac{D}{2} \frac{e_1 \cdot e_2}{e_2 - e_1} \left( \frac{1}{L_{a1}^2} - \frac{1}{L_{a2}^2} \right). \quad (3.15)$$

По найденному значению можно найти истинную диффузионную длину

$$\frac{1}{L^2} = \frac{1}{L_{a1}^2} - \frac{2S}{De_1}. \quad (3.16)$$

Возможности метода значительно возрастают при использовании в качестве зондирующего пучка света луча лазера с длиной волны 3,39 или 10 мкм.

### **3.5. Измерение времени жизни методом модуляции проводимости точечным контактом**

Измерение времени жизни неосновных носителей заряда методом модуляции проводимости полупроводника точечным контактом заключается в следующем. Через точечный контакт на полупроводниковом образце пропускается в прямом направлении прямоугольный импульс тока. С помощью этого импульса в объем образца инжектируются избыточные носители заряда. По окончании инжектирующего импульса тока концентрация избыточных носителей заряда в образце начинает уменьшаться за счет их рекомбинации.

Спустя некоторое время (время задержки) после окончания инжектирующего импульса тока через точечный контакт пропускается второй импульс тока, с помощью которого производится измерение. Падение напряжения на образце в момент подачи измерительного импульса тока зависит от концентрации избыточных носителей заряда, которые не успели ещё прорекомбинировать. Изменяя время задержки  $t_3$  в пределах  $0 < t < 3t_3$ , можно по зависимости падения напряжения на образце от времени задержки проследить весь процесс рекомбинации и определить время жизни носителей заряда в образце. Если пренебречь процессами рекомбинации носителей заряда на поверхности образца и на контакте, а также их диффузией, которые происходят при реальном эксперименте, то можно считать, что концентрация носителей заряда уменьшается только за счет их рекомбинации в объеме.

Структурная схема установки для измерения времени жизни методом модуляции проводимости образца точечным контактом представлена на рис. 3.8. Прямоугольный импульс тока от генератора  $\Gamma_1$  пропускается через образец. Спустя

некоторое время, регулируемое с помощью линии задержки ЛЗ, на образец от генератора  $\Gamma_2$  подается второй импульс тока. Генераторы  $\Gamma_1$  и  $\Gamma_2$  совместно с линией задержки составляют генератор спаренных импульсов.

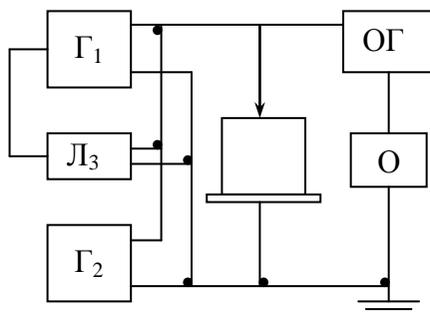


Рис. 3.8. Структурная схема установки для измерения времени жизни методом модуляции проводимости образца точечным контактом

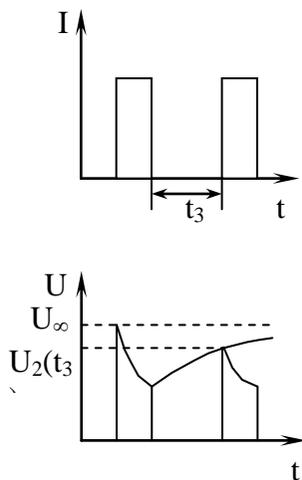


Рис. 3.9. Импульсы напряжения, наблюдаемые на экране осциллографа, и соответствующие им импульсы тока

Напряжение, создаваемое на образце протекающим током, через ограничитель ОГ подается на осциллограф О. Так как величина импульсов напряжения, возникающих на образце, значительно больше изменения напряжения, вызванного модуляцией проводимости образца, то сначала импульсы напряжения подаются на ограничитель ОГ, который уменьшает амплитуды импульсов, оставляя лишь часть импульса изменяющуюся в результате процессов инжекции и рекомбинации. Частоту следования пар импульсов выбирают невысокой, порядка 50-200 Гц, чтобы за интервал времени между двумя последовательными парами импульсов концентрация носителей заряда успела прийти в равновесное состояние. Форма импульсов напряжения, наблюдаемых на экране осциллографа, и соответствующие им импульсы тока показаны на рис. 3.9. Пунктирная линия иллюстрирует изменение напряжения  $U_2(t_3)$ .

Из теории следует, что разность амплитуд первого и второго импульса меняется при изменении времени задержки по закону

$$U_1 - U_2 \approx \exp\left(-\frac{t}{\tau}\right), \quad (3.17)$$

где  $\tau$  - время задержки. Очевидно, что разность  $U_2(\infty) - U_2(t)$  меняется аналогичным образом. Подготовка образца к измерениям сводится к травлению его поверхности. Материал точечного контакта при наличии достаточной инжекции не сказывается на результатах измерений. Для улучшения стабильности контакта его подвергают формовке короткими импульсами тока в пропускном направлении. В качестве второго омического контакта используют прижимной контакт большой площади, для чего одну из поверхностей образца подвергают грубой шлифовке, или применяют электролитически нанесенный контакт.

Пределы измерений времени жизни на образцах германия и кремния 3-500 мксек при удельном сопротивлении 0,1-100 Ом·см. Точность измерения порядка 30 %.

Как известно, сопротивление растекания точечного контакта равно  $\rho/2d$ , где  $d$  – диаметр контакта. В момент первого импульса в область точечного контакта вводят неравновесные носители, увеличивающие проводимость приконтактной области. Носители заряда распространяются под действием сильного электрического поля в некоторую область радиуса  $r$ . Величина этой области зависит от длительности и силы тока первого импульса. Картина распределения носителей заряда в приконтактной области показана на рис. 3.10.

При достаточно большой длительности импульса наступает насыщение, эквивалентное режиму стационарной инжекции. По окончании первого импульса концентрация неравновесных носителей убывает по закону  $\exp(-t/\tau)$ . Если учитывать процессы диффузии, то затухание происходит по закону  $(t/\tau)^{0.5} \cdot \exp(-t/\tau)$ . При больших временах задержки процессом диффузии можно пренебречь.

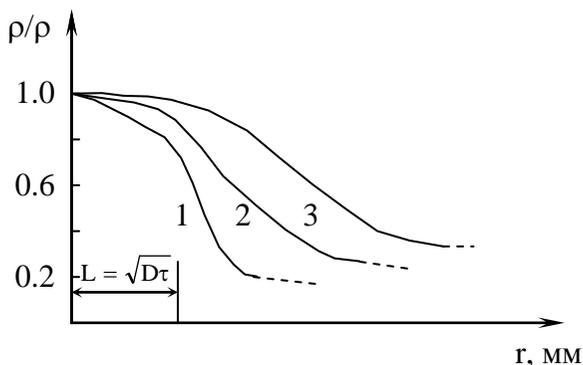


Рис. 3.10. Распределения носителей заряда в приконтактной области

Экспериментальные исследования показали, что измеряемое время жизни зависит от длительности и силы тока первого импульса. Это связано с тем, что при уменьшении длительности импульса носители заряда, находящиеся в приповерхностной области, после окончания импульса исчезают за счет поверхностной рекомбинации и диффузии в глубь образца. Длительность первого импульса должна быть  $\sim 1,5 \tau$ .

Аналогичные результаты были получены при исследовании зависимости измеряемого времени жизни от тока первого импульса. При уменьшении тока первого импульса носители не могут распространяться в глубь образца и сосредоточиваются вблизи поверхности. Кроме того, зависимость от тока связана с влиянием уровня инжекции на измеряемое время жизни. В практике измерений необходимые значения тока первого импульса подбирают экспериментально.

Сильная зависимость от тока является основным недостатком метода модуляции проводимости в точечном контакте. Однако метод имеет ряд существенных достоинств:

1. Измерения можно проводить на образцах произвольной формы и величины.

2. Результаты мало зависят от качества обработки поверхности. Теоретические расчеты показали, что величина скорости поверхностной рекомбинации мало влияет на результаты измерений. Экспериментальными исследованиями доказано, что при  $\tau \leq 20$  мксек для шлифованной и травленной поверхностей результаты измерений совпадают.

3. Центры захвата (при не очень высокой их концентрации) мало влияют на результаты измерений, следовательно, измеряемое значение соответствует времени жизни неосновных носителей заряда.

4. Может быть исследована зависимость времени жизни от уровня инжекции или от концентрации неосновных носителей.

## **3.6. Определение параметров полупроводников путем измерения оптических и фотоэлектрических свойств**

### **3.6.1. Электронные переходы и фотопроводимость**

В основе явления фотопроводимости лежит поглощение света веществом. При поглощении квантов света в веществе могут происходить три типа электронных переходов, которые обуславливают возникновение фотопроводимости. Переход типа 1 (рис. 3.11) соответствует собственному поглощению вещества, что приводит к образованию свободного электрона и свободной дырки на каждый поглощенный фотон. Генерацию пар свободных носителей заряда при внешнем воздействии на полупроводник называют биполярным возбуждением.

В результате поглощения фотонов локальными несовершенствами кристаллической решетки происходят переходы типа 2 и 3, которые ведут к образованию свободного электрона и дырки и связанных с соответствующим центром дырки и электрона. При возбуждении переходов типа 2 и 3 происходит генерация носителей заряда одного знака, т.е. имеет место монополярное возбуждение. Монополярное возбуждение характерно для примесного механизма поглощения.

Другие возможные переходы, а именно: переходы внутри разрешенных зон, переходы на уровни возбуждения локальных несовершенств и переходы, связанные с образованием экситонов, здесь не рассматриваются, поскольку непосредственно не ведут к образованию свободных носителей заряда в свободной и валентной зонах.

Минимальная энергия фотона в случае перехода типа 1 равна ширине запрещенной зоны; спектр поглощения сплошной; величина коэффициента поглощения определяется плотностью квантовых состояний в разрешенных зонах энергии и вероятностями переходов. Поэтому спектр собственного поглощения однозначно характеризует данное вещество, и не изменяется от образца к образцу.

Возбужденные светом избыточные дырки и электроны остаются свободными в валентной зоне и зоне проводимости до тех пор, пока не рекомбинируют или не будут захвачены на локальный энергетический уровень. Локальные несовершенства кристаллической решетки можно разделить на две группы: центры захвата и центры рекомбинации.

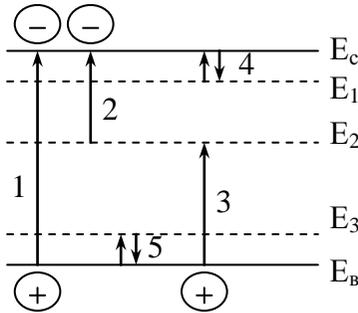


Рис. 3.11. Электронные переходы в полупроводниках

Находящийся в центре захвата носитель заряда в результате теплового возбуждения имеет большую вероятность перехода обратно в свободное состояние. Находящийся в центре рекомбинации носитель заряда имеет большую вероятность рекомбинировать с носителем противоположного знака. На рис. 3.11 переходы типа 4 и 5 характеризуют процессы захвата и теплового возбуждения электронов и дырок. Различие между центрами захвата и центрами рекомбинации зависит не столько от природы самих центров, сколько от условий кинетики электронных процессов.

Генерированные светом носители заряда в результате столкновений теряют избыточную энергию и в течение времени релаксации приходят в тепловое равновесие с кристаллической решеткой; в дальнейшем фотоносители, ничем не отличаясь от равновесных, участвуют во всех явлениях переноса наравне с ними. Проводимость,

возникающая за счет увеличения концентрации свободных носителей заряда при фотовозбуждении, составляет фотопроводимость вещества.

Возрастание концентраций свободных носителей заряда не является единственно возможной причиной фотопроводимости. Причиной возникновения фотопроводимости является также изменение подвижности носителей заряда. Так, например, электронные переходы внутри разрешенных зон при некоторых условиях приводят к изменению подвижности носителей заряда и возникновению фотопроводимости.

Ограничимся рассмотрением лишь фотопроводимости, связанной с изменением концентрации свободных носителей заряда в результате биполярного возбуждения. Фотопроводимость, связанную с межзонными переходами, называют собственной фотопроводимостью в отличие от монополярной примесной фотопроводимости. Длинноволновая граница собственной фотопроводимости совпадает с краем собственного поглощения и для многих полупроводников, таких как кремний, германий, соединения типа  $A^3B^5$  лежит в инфракрасной области спектра. Широкозонные полупроводники из группы соединений  $A^3B^5$ , напротив, имеют границу собственной фотопроводимости в видимой и даже ультра-фиолетовой области спектра.

При наличии избыточных электронов  $\Delta n$  и дырок  $\Delta p$  удельная проводимость полупроводников

$$\sigma = e(n\mu_n + p\mu_p), \quad (3.18)$$

где  $n$  и  $p$  – полные концентрации носителей заряда;  $n = n_0 + \Delta n$ ,  $p = p_0 + \Delta p$ . Подвижности избыточных носителей заряда считаются равными подвижностям равновесных носителей.

В однородном образце при равномерной генерации избыточных носителей заряда по всему объему удельная фотопроводимость  $\Delta\sigma_0$  определяется как разность между

величинами удельных проводимостей при освещении и в темноте

$$\Delta\sigma = \sigma - \sigma_0 = e(\mu_n \Delta n + \mu_p \Delta p). \quad (3.19)$$

Для хорошо проводящих полупроводников величин  $\Delta n$  и  $\Delta p$  обычно значительно меньше концентраций носителей заряда в темноте  $n_0$  и  $p_0$  или, по крайней мере, одной из этих величин. Поэтому результат воздействия света можно рассматривать как малое изменение больших величин равновесных концентраций носителей заряда. В изоляторах и полупроводниках с большой шириной запрещенной зоны наоборот,  $\Delta n$  и  $\Delta p$  велики по сравнению с  $n_0$  и  $p_0$ . Именно в этом и заключается основное различие при рассмотрении явления фотопроводимости в полупроводниках и диэлектриках.

Если при свете, падающем на фотопроводник, скорость генерации электронно-дырочных пар в секунду в единице объема  $g$ , то их стационарные концентрации связаны соотношением

$$\frac{\Delta n}{\tau_n} = \frac{\Delta p}{\tau_p} = g \quad (3.20)$$

и согласно выражению

$$\Delta\sigma = ge(\mu_n \tau_n + \mu_p \tau_p), \quad (3.21)$$

полученному из (3.19) и (3.20), видно, что время жизни носителей заряда играет важную роль в процессах

фотопроводимости. Поскольку величина фотопроводимости зависит от значений времени жизни электронов и дырок, по результатам измерения фотопроводимости можно определять время жизни.

Во многих случаях выполняется условие электронейтральности, при котором  $\tau_n = \tau_p = \tau$ ; тогда

$$\Delta\sigma = g \cdot \tau \cdot e \cdot \mu_p \cdot (1 + \epsilon) \quad (3.22)$$

и величина фотопроводимости определяется избыточными электронно-дырочными парами. Формулу (3.22) используют для оценки времени жизни по измерениям фототока на тонких образцах, для которых величину  $g$  несложно определить по результатам измерения поглощения света.

Во многих реальных кристаллах наряду с центрами рекомбинации имеются центры захвата. Часть возбужденных носителей заряда захватывается этими центрами, и поэтому число свободных носителей, создающих фотопроводимость, стано

вится меньше, чем число возбужденных носителей заряда. Хотя при наличии центров захвата полное время между возбуждением и рекомбинацией одинаково для электронов и дырок, доля того времени, в течение которого носители заряда находятся в свободном состоянии, различна для каждого типа носителей, т.е. времена жизни электронов и дырок в этом случае не равны и составляют лишь часть полного времени между возбуждением и рекомбинацией.

Таким образом, если количество захваченных носителей заряда, например, электронов, обозначить  $\Delta n_3$ , то согласно условию электронейтральности

$$\Delta p = \Delta n + \Delta n_3 \quad (3.23)$$

и, так как скорости рекомбинации носителей заряда равны,

$$\frac{\tau_p}{\tau_n} = 1 + \frac{\Delta n_3}{\Delta n} . \quad (3.24)$$

Как следует из (3.24), времена жизни носителей заряда не совпадают. Это обуславливает изменение величины фотопроводимости, а также отражается на характере нестационарных процессов установления и спада фотопроводимости.

В случае неравенства времени жизни электронов и дырок нельзя использовать соотношение (3.22) для их определения. Однако на основе выражений (3.22) и (3.24) вводят новую характеристическую величину – эффективное стационарное время жизни  $\tau_\phi$  для процессов фотопроводимости, которое определяют из условия

$$g e \mu_p (\tau_p + \nu \tau_n) = g \tau_\phi e \mu_p (1 + \nu), \quad (3.25)$$

$$\tau_\phi = \frac{\tau_p + \nu \tau_n}{1 + \nu}. \quad (3.26)$$

В общем случае время жизни  $\tau_\phi$ , найденное по величине фотопроводимости, зависит от времени жизни электронов и дырок и отношения их подвижностей, и только в частном случае, когда процессы захвата носителей заряда не существенны, все три величины имеют одно и то же значение

$$\tau_n = \tau_p = \tau_\phi = \tau . \quad (3.27)$$

Реальная величина фотопроводимости образца определенных размеров и геометрической формы, вычисленная с учетом неоднородной генерации носителей заряда, процессов диффузии и дрейфа, условий на поверхности образца, отличается от выражения (3.22). Поэтому для проведения точных измерений необходимо выполнение ряда

условий и требований. Кроме того, усложняется методика определения времени жизни, но появляются дополнительные возможности для измерения величин, характеризующих эти процессы.

По сравнению с методами, рассмотренными ранее, методы измерения времени жизни и диффузионной длины на основе явления фотопроводимости позволяют измерять меньшие значения этих параметров и поэтому пригодны для более широкой группы полупроводниковых материалов.

### 3.6.2. Измерение стационарной фотопроводимости

Наиболее часто для измерения стационарной фотопроводимости и характеризующих её параметров используют схему, представленную на рис. 3.12. Одна из поверхностей полупроводникового образца, имеющего форму прямоугольной пластины, освещается модулированным светом. Фототок, изменяющийся с частотой модуляции света, вызывает падение напряжения на сопротивлении  $R$ , включенном последовательно с образцом. Это напряжение измеряется электронным вольтметром переменного тока.

Найдем связь между переменным напряжением, измеряемым вольтметром, и фотопроводимостью  $\Delta\sigma$  образца, возникающей при его освещении. Без освещения через образец протекает ток, величина которого определяется электрическим сопротивлением образца  $1/\sigma$  и сопротивлением нагрузки

$$I = \frac{U}{(\sigma^{-1} + R)}. \quad (3.28)$$

При освещении образца ток возрастает на величину  $\Delta I$ , обусловленную фотопроводимостью

$$I + \Delta I = \frac{U}{(\sigma + \Delta\sigma)^{-1} + R}. \quad (3.29)$$

Увеличение тока приводит к изменению напряжения на сопротивлении

$$\Delta U = \Delta I \cdot R = \frac{UR \cdot \Delta \sigma}{(1 + R\sigma + R\Delta\sigma)(R\sigma + 1)}, \quad (3.30)$$

откуда получаем соотношение между фотопроводимостью и напряжением

$$\Delta \sigma = \frac{\Delta U (R\sigma + 1)^2}{UR - \Delta UR (R\sigma + 1)}. \quad (3.31)$$

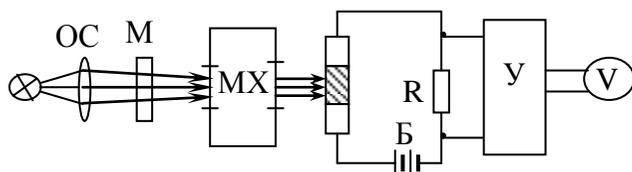


Рис. 3.12. Схема измерения стационарной фотопроводимости

Как видно из (3.31), связь между фотопроводимостью и измеряемым напряжением нелинейна, и для вычисления фотопроводимости кроме  $\Delta U$  необходимо измерить  $U$  и  $\sigma$ . В частном случае, когда сопротивление  $R$  мало по сравнению с сопротивлением образца  $\sigma^{-1}$ , то  $\Delta U \ll U$  и соотношение (3.31) принимает вид

$$\Delta \sigma = \frac{\Delta U}{UR}. \quad (3.32)$$

Этот режим измерения характерен тем, что при освещении образца электрическое поле его сохраняется неизменным и существует линейная зависимость между измеряемым напряжением и фотопроводимостью.

Когда же сопротивление  $R$  выбирают много больше сопротивления образца, осуществляется режим постоянного тока и, как следует из (3.31),

$$\Delta\sigma = \frac{\Delta UR\sigma^2}{U - \Delta UR\sigma}, \quad (3.33)$$

т.е. зависимость  $\Delta\sigma$  от  $\Delta U$  снова нелинейна.

Выражения (3.22) и (3.24) справедливы при произвольном уровне возбуждения, т.к. никаких предположений относительно величины  $\Delta\sigma$  не делалось. Однако если относительное изменение проводимости при освещении мало, т.е.  $\Delta\sigma \ll \sigma$ , то из (3.30)

$$\Delta\sigma = \frac{2U_{\sim}}{UR} (R\sigma + 1)^2, \quad (3.34)$$

где  $U_{\sim}$  - амплитуда переменного напряжения.

Выражение (3.34) показывает, что в случае низкого уровня возбуждения линейная связь между фотопроводимостью и измеряемым напряжением осуществляется при любой величине сопротивления  $R$ . С целью получения максимальной величины напряжения  $U_{\sim}$  сопротивление  $R$  выбирают равным сопротивлению образца, при этом

$$U_{\sim} = \frac{1}{8} U \frac{\Delta\sigma}{\sigma}. \quad (3.35)$$

### 3.6.3. Определение параметров полупроводников методом затухания фотопроводимости

Измерение затухания фотопроводимости используют для определения неравновесных параметров полупроводников. В частности, метод затухания фотопроводимости наряду с методом модуляции проводимости в точечном контакте является одним из основных методов измерения времени жизни носителей заряда. В отличие от последнего, он дает возможность достаточно просто оценивать уровень инжекции. Метод затухания фотопроводимости позволяет измерять время жизни носителей заряда на образцах из различных

полупроводниковых материалов в интервале от нескольких микросекунд до единиц миллисекунд при точности 20 %, а также скорость поверхностной рекомбинации, коэффициент диффузии, диффузионную длину и подвижность носителей заряда.

В основе метода затухания фотопроводимости лежит закон затухания во времени неравновесной проводимости, вызванной возбуждением светом. В некоторый момент времени полупроводниковая пластина, через которую пропускают небольшой электрический ток, освещается коротким импульсом света. После прекращения светового импульса возбужденные светом избыточные носители заряда рекомбинируют в объеме и на поверхности образца. Изменение падения напряжения на нагрузочном сопротивлении отражает закономерности процесса рекомбинации и диффузии избыточных носителей заряда и дает возможность определить ряд параметров полупроводникового материала.

Если фотопроводимость невелика, то изменение напряжения на образце пропорционально общему количеству избыточных носителей заряда, и поэтому зависимость напряжения на образце от времени после прекращения импульса света описывается тем же законом, которому подчиняется уменьшение количества избыточных носителей заряда. Анализируя форму осциллограммы напряжения на образце, можно установить закон изменения концентрации носителей заряда во времени.

Пусть имеется однородный полупроводниковый образец в виде прямоугольного параллелепипеда, ограниченного плоскостями  $x=0$ ;  $x=2A$ ;  $y=0$ ;  $y=2B$ ;  $z=0$ ;  $z=2C$ .

Положим, что полупроводник имеет электропроводность  $p$ -типа, и поэтому диффузия избыточных носителей заряда определяется электронами. Кроме того, допустим отсутствие центров захвата и низкий уровень возбуждения. Примем длительность светового импульса столь малой, что в

момент его окончания, который принимается за начало отсчета времени ( $t=0$ ), неравновесные носители заряда равномерно распределены по всему объему кристалла и начинается процесс рекомбинации и диффузии.

Для того, чтобы найти закон затухания, необходимо решить уравнение непрерывности

$$\frac{\partial p}{\partial t} = D \frac{\partial^2 p}{\partial x^2} - \frac{p}{\tau} \quad (3.36)$$

при начальном условии  $p(x,0) = P_0$  и при граничных условиях

$$D \frac{\partial p}{\partial x} \Big|_{x=\pm \frac{x_0}{2}} = \pm s p,$$

где  $s$  – скорость поверхностной рекомбинации.

Решая уравнение методом разделения переменных, получим

$$p(x,t) = 4P_0 \exp(-t/\tau) \sum_{i=1}^{\infty} \frac{\sin(\eta_i \pi / 2)}{\eta_i \pi + \sin \eta_i \pi} \exp\left[-\frac{\pi^2 \eta_i^2 D t}{x_0^2}\right] \cos \eta_i \frac{\pi x}{x_0}. \quad (3.37)$$

Причем  $\eta_i$  являются корнями уравнения

$$\operatorname{ctg} \eta_i \frac{\pi}{2} - \eta_i \frac{\pi D}{s x_0} = 0. \quad (3.38)$$

Величина фотопроводимости равна

$$\Delta \sigma(x,t) = e \mu_p (\epsilon + 1) p(x,t). \quad (3.39)$$

Средняя проводимость, не зависящая от  $x$ , равна

$$\Delta \sigma(t) = \frac{1}{x_0} \int_{-x_0/2}^{x_0/2} \Delta \sigma(x,t) dx = A \exp(-t/\tau) \sum_{i=1}^{\infty} A_i \exp\left(-\frac{\pi^2 \eta_i^2 D t}{x_0^2}\right), \quad (3.40)$$

где  $A$  и  $A_i$  – соответствующие константы.

Таким образом, решение получается в виде ряда, состоящего из суммы членов, каждый из которых затухает во времени по экспоненциальному закону. Избыточная концентрация носителей через некоторый промежуток времени будет определяться членом с наименьшим показателем экспоненты, т.е. содержащим величину  $\eta_1$ :

$$\Delta\sigma(t) = \text{const} \cdot \exp(-t/\tau) \cdot \exp\left(-\frac{\pi^2 \eta_1^2 D t}{x_0^2}\right). \quad (3.41)$$

Следовательно, затухание становится чисто экспоненциальным

$$\Delta\sigma(t) = \text{const} \cdot \exp(-t/\tau_{\text{эфф}}), \quad (3.42)$$

где

$$\frac{1}{\tau_{\text{эфф}}} = \frac{1}{\tau} + \frac{\pi^2 \eta_1^2 D}{x_0^2}. \quad (3.43)$$

Находя из этого выражения  $\eta_1$  и подставляя его в уравнение (3.37), можно получить формулу, по которой вычисляется величина скорости поверхностной рекомбинации

$$s = \sqrt{D \left( \frac{1}{\tau_{\text{эфф}}} - \frac{1}{\tau} \right)} \operatorname{tg} \left( \frac{\pi x_0}{2} \sqrt{\frac{1}{D} \left( \frac{1}{\tau_{\text{эфф}}} - \frac{1}{\tau} \right)} \right), \quad (3.44)$$

которое справедливо при

$$x_0 \ll D/s. \quad (3.45)$$

Схема установки для измерения времени релаксации фотопроводимости представлена на рис. 3.13. С помощью короткого светового импульса от импульсного источника света в образце генерируются избыточные носители заряда.

Через образец от источника тока ИТ, работающего в режиме генератора тока, пропускается небольшой постоянный ток.

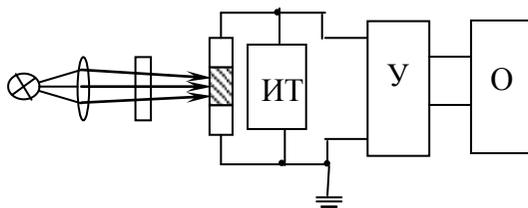


Рис. 3.13. Схема установки для измерения релаксации фотопроводимости

Увеличение проводимости образца, возникающее под воздействием светового возбуждения, приводит к уменьшению напряжения на нем. По окончании светового импульса напряжение на образце возвращается к первоначальному значению, следуя закону рекомбинации носителей заряда. Импульс напряжения с образца подается на усилитель У и воспроизводится в виде осциллограммы на экране осциллографа О. Анализируя форму кривой спада импульса, несложно определить постоянную времени его экспоненциального участка. При этом следует учитывать, что начальный, более быстрый спад импульса определяется высшими гармониками спада и поэтому не должен рассматриваться.

В качестве импульсных источников света обычно применяют газоразрядные импульсные лампы, наполненные инертными газами (или их смесями), чаще всего ксеноном и криптоном. При подаче импульсных напряжений на токовые и поджигающий электроды лампы в ней возникает газовый разряд, который гаснет через несколько микросекунд после прекращения тока. Для создания импульсов напряжения используется разряд конденсатора, частота следования

импульсов составляет несколько десятков герц. Минимальное время затухания светового импульса составляет около 1 мкс, и эта величина ограничивает нижний предел значений  $\tau_{эф.}$ , которые могут быть измерены с помощью данного метода.

В других способах получения импульсов света с малой длительностью фронта нарастания и спада используют модулятор с ячейкой Керра, электролюминесцентные элементы с р-п переходами из карбида кремния, соединений  $A^{III}B^V$  и их твердых растворов.

Ячейка Керра основана на электрооптическом эффекте, при котором в оптически изотропной среде под воздействием электрического поля возникает двойное лучепреломление. Линейно поляризованный свет, попадая в среду с двойным лучепреломлением, становится эллиптически поляризованным и проходит через анализатор, который не пропускает линейно поляризованный свет. Постоянная времени электрооптического эффекта Керра составляет  $10^{-9}$  с, с модуляторами этого типа можно получать прямоугольные световые импульсы с фронтами  $10^{-7}$ - $10^{-8}$  с.

Электролюминесцентные источники с р-п переходами представляют собой излучающие диоды, излучение которых возникает вследствие рекомбинации носителей заряда при смещении р-п перехода в прямом направлении. В излучающих диодах возможна как краевая, так и примесная люминесценция, вызванная рекомбинацией избыточных носителей заряда на уровнях примесей. Излучающие диоды изготавливают на основе карбида кремния, арсенида и фосфида галлия и их твердых растворов.

Возбуждая такие источники света переменным током или импульсами тока с соответствующими параметрами, получают импульсы света. Причем передний и задний фронты зависят от времени жизни носителей заряда в этих материалах, которая равна  $10^{-7}$ - $10^{-9}$  с.

Значительные ошибки при измерениях могут появиться из-за влияния фото-э.д.с., возникающей в образце при

освещении контакта или из-за неоднородности образца. Чтобы предотвращать эти ошибки, необходимо проверять однородность образца и тщательно экранировать контакты от попадания на них света. Расстояние от контакта до освещения части образца должно быть больше нескольких диффузионных длин, чтобы процессы рекомбинации на контактах не влияли на спад фотопроводимости образца.

В ряде случаев, особенно при измерениях на образцах кремния, кривая спада фотопроводимости имеет длинноволновую составляющую, обусловленную уровнями захвата. Для устранения их влияния эффективным средством является постоянная подсветка образца.

Для быстрого выполнения измерений, повышения их точности и удобства анализ осциллограммы производят непосредственно на экране осциллографа путем сравнения с вспомогательной экспонентой. Это экспоненциальное напряжение получают от специальной RC-цепочки, включенной в цепь фотоэлемента, на который подается тот же импульс света, что и на образец. При совпадении постоянной времени RC-цепочки и кривой затухания фотопроводимости осциллограмма спрямляется, и величину времени жизни отсчитывают по калибровочной шкале RC-цепочки. С целью исключения высших гармоник эту операцию производят на участке осциллограммы, отстоящем от начала спада не менее чем на  $2\tau$ .

#### **3.6.4. Фазовый и частотный методы измерения времени жизни**

Фазовый и частотный методы измерения времени жизни основаны на использовании инерционности процесса фотопроводимости, связанной с конечной величиной времени жизни избыточных носителей заряда. При возбуждении носителей заряда светом, интенсивность которого изменяется во времени, например по синусоидальному закону,

фотопроводимость и фототок образца воспроизводят изменение интенсивности света с некоторым запаздыванием, т.е. возникает фазовый сдвиг между световым возбуждением и фототоком. При этом фазовый угол зависит от объемного времени жизни носителей заряда и скорости поверхностной рекомбинации. Таким образом, измеряя величину фазового сдвига, можно определить время жизни носителей заряда в образце.

Наличие фазового сдвига фототока приводит к тому, что при увеличении частоты изменения интенсивности света начинает уменьшаться величина фототока, т.е. начинает проявляться частотная зависимость фототока. Зависимость фототока, так же как и фазовый угол, связана с величиной времени жизни, которую можно найти по зависимости амплитуды фототока от частоты изменения света.

В простейшем случае изменение проводимости со временем при освещении полупроводника синусоидально модулированным светом происходит по закону:

$$\Delta\sigma(t) = \frac{\Delta\sigma_0}{\sqrt{1+(\omega\tau)^2}} \cos[\omega t - \arctg(\omega\tau)], \quad (3.46)$$

т.е. в установившемся режиме, как амплитуда, так и фаза

$$\varphi = \arctg(\omega\tau) \quad (3.47)$$

зависят от величины эффективного времени жизни носителей заряда в образце.

Более точный анализ с учетом поверхностной рекомбинации показывает, что ее наличие ведет к уменьшению фазового угла между сигналом фотопроводимости и возбуждающим светом. Условие (3.47) справедливо только при  $s=0$ ; при наличии поверхностной рекомбинации фазовый угол выражается сложной функцией, зависящей от многих параметров,

$$\operatorname{tg} \varphi = -\omega \tau F(\alpha L, \omega / L, s, \omega) ; \quad (3.48)$$

модуль функции  $|F(\dots)| < 1$ , и уменьшается при увеличении любого из этих параметров.

На исследовании зависимости амплитуды переменной составляющей фотопроводимости от частоты модуляции света основан так называемый частотный метод определения времени жизни и квантового выхода фототока. Амплитуда фототока, так же как и фазовый угол, связана с величиной времени жизни, которую можно найти по зависимости амплитуды фототока от частоты изменения света.

При малой частоте модуляции, когда выполняется условие  $\omega \tau \ll 1$ , амплитуда достигает максимального значения. Если экспериментально измерить частотную зависимость амплитуды переменной составляющей фототока, то из отношения фототока при достаточно большой частоте модуляции к фототоку при  $\omega \rightarrow 0$  получим соотношение

$$\frac{I(\omega \tau)}{I(0)} = \frac{\Delta \sigma(\omega \tau)}{\Delta \sigma(0)} = \frac{1}{\sqrt{1 + (\omega \tau)^2}} , \quad (3.49)$$

из которого можно найти время жизни.

Например, когда  $\omega \tau = 1$ ,

$$\frac{I(\omega \tau)}{I(0)} = \frac{1}{\sqrt{1 + (\omega \tau)^2}} = \frac{\sqrt{2}}{2} \approx 0,71 , \quad (3.50)$$

и для нахождения  $\tau$  достаточно определить частоту модуляции, при которой отношение амплитуд сигналов равно 0,71 .

На основе частотного метода созданы автоматизированные установки для измерения распределения времени жизни по длине монокристаллических слитков. Минимальное время

жизни, которое можно измерить на таких установках, обычно не меньше нескольких десятков микросекунд.

Определить  $\tau$  можно путем исследования сдвига фаз между фототоком и световым сигналом. Обычно измерение разности фаз с этой целью производят методом компенсации. Метод компенсации состоит в том, что вначале световой сигнал преобразуют в тождественный ему по фазе электрический сигнал с помощью безинерционного приемника излучения. Затем электрический сигнал, совпадающий по фазе со световым, сдвигается по фазе посредством фазовращающего устройства так, чтобы его фаза совпала с фазой фототока образца. Схема для определения времени жизни методом компенсации сдвига фаз изображена на рис. 3.14.

Световой поток от источника света, модулированный по синусоидальному закону модулятором  $M$ , через оптическую систему  $OC$  и фильтр  $\Phi$  направляется на образец. Напряжение, пропорциональное фототоку, снимается с сопротивления нагрузки  $R_n$  и через усилитель  $У$  подается на вертикальный вход осциллографа  $O$ .

Часть светового потока, отраженная зеркалом  $Z$ , попадает на вакуумный фотоэлемент  $\Phi Э$ , инерционностью которого можно пренебречь по сравнению с инерционностью фототока полупроводникового образца. Сдвигая фазу фототока в цепи фотоэлемента с помощью фазовращателя, в качестве которого в простейшем случае используется  $RC$ -цепочка, можно сделать её совпадающей с фазой фототока образца. Отсутствие разности фаз фиксируется осциллографом с помощью фигуры Лиссажу, которая при совпадении фаз двух сигналов из эллипса превращается в наклонную прямую.

Если шкалу фазовращающей цепочки проградуировать в единицах времени, то при отсчете по шкале фазометра в моменты компенсации определяют непосредственно время жизни. Условие компенсации можно получить при произвольной частоте модуляции света, однако

чувствительность и точность измерений существенно зависят от значения этой частоты.

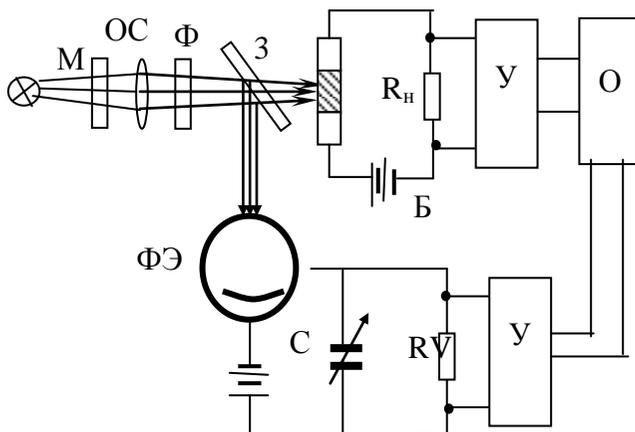


Рис. 3.14. Схема установки для измерения времени жизни путем исследования сдвига фаз между фототоком и световым сигналом

### 3.6.5. Измерение спектров поглощения

Оптические методы исследования свойств полупроводников отличаются большой универсальностью: такими методами можно исследовать монокристаллы и поликристаллы, пленки и порошки полупроводниковых материалов. Фундаментальные оптические свойства полупроводников связаны с электронами валентной зоны и зоны проводимости. Поскольку ширина запрещенной зоны полупроводников, имеющих техническое применение ( $\text{Ge}$ ,  $\text{Si}$ ,  $\text{SiC}$ , соединения  $\text{A}_{III}\text{B}_V$ ,  $\text{A}_{II}\text{B}_{VI}$ ), обычно не превышает нескольких электронвольт, коротковолновая граница спектра, используемого при исследовании полупроводников, обычно составляет около 0,2 мкм. Длинноволновая граница спектра соответствует переходам электронов между мелкими

уровнями, лежащими в запрещенной зоне, и соответствующей валентной зоной или зоной проводимости полупроводников. Эта величина обычно ограничивается длиной волны  $\sim 100$  мкм. Для таких полупроводников, как германий и кремний, интересен диапазон длин волн от 0,75 до 25 мкм. В настоящее время выпускаются промышленные оптические приборы, перекрывающие указанные диапазоны.

Для определения фундаментальных параметров полупроводников широко используются методы измерения спектров поглощения. В тех участках спектра, где вещество селективно поглощает, величина прошедшего потока излучения становится меньше, образуя в спектре падающего на вещество излучения полосы поглощения, которые и составляют исследуемый спектр. Измерение спектра поглощения сводится к измерению зависимости энергии потока излучения, прошедшего через вещество, от длины волны. Для этой цели излучение от источника (чаще всего непрерывного спектра) пропускают через исследуемое вещество и направляют на входную щель монохроматора. Поток, выходящий из монохроматора, направляется на приемник излучения, сигнал которого после усиления измеряется прибором или регистрируется при сканировании спектра. Схема классического спектрометра для измерения спектра поглощения приведена на рис. 3.15.

Создание перестраиваемых по частоте лазеров позволяет измерять спектр поглощения без применения спектрального прибора – путем прямого определения зависимости потока излучения, прошедшего через вещество от длины волны.

Для исключения зависимости регистрируемого спектра поглощения  $I(d, \lambda)$  от спектра источника вводят несколько величин, характеризующих только поглощающее вещество. Таких величин четыре:

1) *Коэффициент пропускания*  $T$ , определяемый соотношением

$$T(\lambda) = \frac{I}{I_0} = \exp[-\alpha \cdot d], \quad (3.51)$$

где  $I$  – интенсивность излучения, прошедшего через слой поглощающего вещества толщиной  $d$ ;  $I_0$  – интенсивность излучения, падающего на исследуемое вещество. Он изменяется в пределах  $0 < T < 1$  и обычно выражается в процентах ( $0 < T < 100$  %). Зависимость  $T(\lambda)$  часто называют спектром пропускания (рис. 3. 16 а).

2) *Коэффициент поглощения*  $A$ , определяемый отношением поглощенной энергии к энергии, падающей на вещество:

$$A(\lambda) = \frac{I_0 - I}{I_0} = 1 - T(\lambda). \quad (3.52)$$

Величина  $A(\lambda)$  изменяется в пределах  $0 < A < 1$  (рис.3.16 б).

3) *Оптическая плотность поглощающего вещества*  $D$ , определяемая соотношением

$$D(\lambda) = \ln \frac{I_0}{I} = \ln \left( \frac{1}{T(\lambda)} \right) = \alpha d. \quad (3.53)$$

Оптическая плотность линейно связана с  $\alpha(\lambda)$  и  $d$ .

4) *Показатель поглощения*  $\alpha(\lambda)$ , определяемый соотношением

$$\alpha(\lambda) = \frac{D(\lambda)}{d} = \frac{1}{d} \ln \left( \frac{1}{T(\lambda)} \right). \quad (3.54)$$

Величина  $\alpha(\lambda)$  характеризует природу поглощающего вещества, т.е. является его спектроскопической характеристикой.

Для измерения спектров поглощения обычно непосредственно определяется коэффициент пропускания  $T(\lambda)$ , через который можно найти и другие характеристики спектра.

Современные оптические приборы подразделяются на спектрографы, спектрометры и спектрофотометры. В спектрографах спектр регистрируется при помощи фотографической пластинки. К таким приборам относятся, например, спектрографы типа ИСП-28, ИСП-51. В спектрометрах ИКС-12, ИКС-21 регистрируется положение спектральной линии, т.е. определяется её длина волны и интенсивность потока излучения.

В спектрофотометрах ИКС-14, ИКС-22, ИР-10, ИР-20 определяется длина волны или волновое число и коэффициент пропускания для данной длины волны равный, например, отношению  $I_x/I_0$ , где  $I_x$  – интенсивность излучения, прошедшего через вещество,  $I_0$  – интенсивность излучения, падающего на образец, или проходящего через контрольный образец.

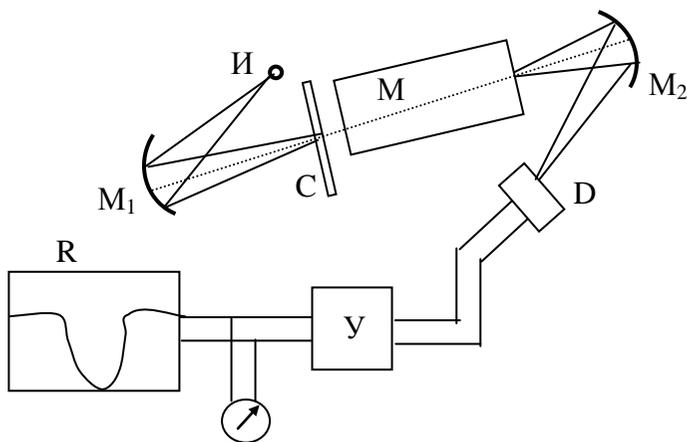


Рис. 3.15. Схема однолучевого спектрометра для измерения спектров поглощения:

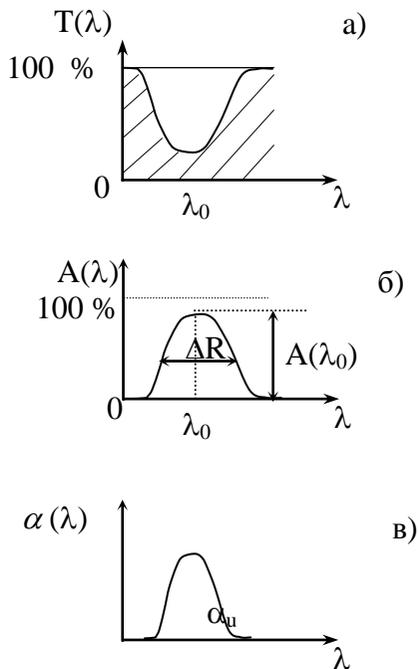


Рис. 3.16. Способы представления спектров поглощения:

$T$  от  $\lambda$  - (а),  $A$  от  $\lambda$  - (б),  $\alpha$  от  $\lambda$  - (в):

$I$  – источник непрерывного спектра;  $C$  - исследуемое вещество;  $M$  – монохроматор;  $D$  – приемник излучения;  $M_1$  и  $M_2$  – зеркала;  $Y$  – усилитель;  $R$  – регистрирующая диафрагма

Для того, чтобы упростить процедуру регистрации спектра поглощения, часто используют двухлучевые спектрофотометры, которые позволяют сравнивать интенсивность света от источника света с интенсивностью света, проходящего через исследуемый образец, или интенсивностью света, проходящего через исследуемый и контрольный образцы. Оптическая схема одного из приборов такого класса представлена на рис. 3.17.

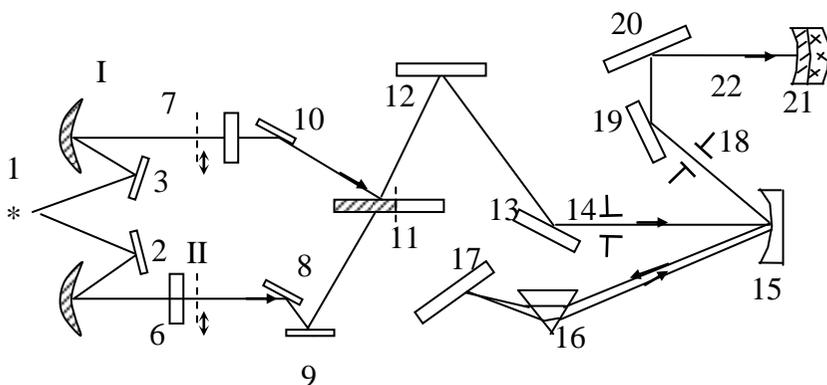


Рис. 3.17. Оптическая схема двухлучевого спектрометра

Свет от источника 1 направляется сферическими зеркалами 2, 3, 4, 5 в каналы I и II. В плоскость, в которой установлены компенсирующий клин 6 и фотометрический клин 7, проектируется изображение источника света с увеличением  $1,85^*$ . Образец  $O$  помещают в канал I. Свет, отраженный зеркалами 8, 9, 10 и зеркальной поверхностью прерывателя 11, направляется на торическое зеркало 12. Прерываемые попеременно пучки света направляются зеркалами 12, 13 на входную щель 14 и фокусируются в плоскости этой щели. Приемно-усилительная система спектрофотометра вырабатывает управляющий сигнал лишь в том случае, если интенсивность обоих пучков неодинакова, и тогда прибор регистрирует относительные интенсивности пучков. При неравенстве интенсивностей пучков регистрирующая система для выравнивания интенсивностей приводит в движение фотометрический клин 6, находящийся в канале сравнения, а связанное с клином перо самописца, регистрирует величину пропускания образца.

Пройдя входную щель, свет попадает на параболический зеркальный объектив 15 и, отразившись от него, разлагается в спектр призмой 16. Разложенный в спектр свет, отразившись от зеркала Литтрова 17, вторично проходит призму и фокусируется объективом 15 на выходную щель 18. При повороте зеркала 17 на выходную щель направляются лучи различных длин волн. Изображение выходной щели проектируется зеркалами 19, 20 и эллиптическим зеркалом 21 на приемную площадку болометра 22 с уменьшением  $12^*$ . Зеркало 20 состоит из двух частей: полированной и матовой. Матовая часть зеркала 20 устанавливается для устранения рассеянного света в длинноволновой части спектра.

Щели монохроматора – симметричные и раскрываются одновременно в пределах 0,01-3 мм. Для компенсации кривизны изображения спектра, вносимой призмой, лезвия ножей входной щели изготовлены изогнутыми; благодаря этому на входную щель приходит выпрямленное изображение спектра. В зависимости от рабочего спектрального интервала в качестве диспергирующего элемента используют кварц (УФ-диапазон), стекло (видимый диапазон), NaCl, LiF, KBr (ИК – диапазон).

Общий недостаток спектрометров – это необходимость их градуировки. Для градуировки наиболее часто применяют эталонные спектры. В ультрафиолетовой и видимой области используются линии ртути, а в инфракрасной – спектры поглощения паров жидкостей, например CO<sub>2</sub>, хлороформа и др. Для каждой призмы, а также при их смене необходима повторная градуировка.

### **3.6.6. Определение параметров полупроводников из спектров поглощения**

Оптические переходы, приводящие к появлению избыточных носителей в зоне проводимости в полупроводниках, бывают двух типов: прямые и непрямые. При непрямых переходах электронов из зоны в зону

поглощаются или испускаются фононы. Прямые переходы проходят без участия фононов и играют существенную роль только тогда, когда экстремумы зоны проводимости и валентной зоны находятся при одном и том же значении квазиимпульса. Если же минимум зоны проводимости и максимум валентной зоны расположены при различных значениях квазиимпульса, то в этих случаях наблюдаются не прямые переходы. При не прямых переходах происходит либо поглощение фотона и фонона, либо поглощение фотона и испускание фонона. Непрямые переходы наблюдаются в германии, кремнии, карбиде кремния и других полупроводниках. Вид переходов играет существенную роль при выборе полупроводникового материала для квантовых генераторов. Тип оптических переходов определяют по виду экспериментальной спектральной зависимости поглощения вблизи основной полосы, сравнивая её с кривой, рассчитанной теоретически.

Существует пять процессов поглощения в полупроводниках в области собственного и примесного поглощения:

- Поглощение, связанное с переходами через запрещенную зону.
- Поглощение, связанное с переходами в пределах одной зоны (поглощение на свободных носителях).
- Примесное поглощение.
- Поглощение на колебаниях решетки.
- Экситонное поглощение.

Исследуя различные процессы поглощения, можно определить те или иные параметры полупроводников. Рассмотрим некоторые из них.

1. *Поглощение, связанное с переходами через запрещенную зону.*

Этому процессу сопутствует собственная фотопроводимость. Зависимость коэффициента поглощения в этой

области от энергии фотонов (от длины волны) позволяет определить следующие свойства полупроводника:

а) ширину запрещенной зоны  $\Delta E$  и её зависимость от температуры, давления, электрического и магнитного поля, концентрации примесей. Если полупроводник – твердый раствор, то можно определить зависимость ширины запрещенной зоны от состава компонентов полупроводника, например при исследовании свойств соединений Ge-Si или  $(\text{GaAs})_x(\text{GaP})_{1-x}$ ;

б) зонную структуру, т.е. зависимость энергии от квазиимпульса;

в) типы колебаний решетки (спектр фотонов).

Так, например, из теории следует, что зависимость коэффициента поглощения от энергии квантов света имеет следующий вид:

$$\alpha_{\text{прям.}} \approx (h\nu - \Delta E)^{1/2}, \quad (3.55)$$

$$\alpha_{\text{непрям.}} \approx (h\nu - \Delta E \pm h\nu_{\text{фононов}})^z, \quad (3.56)$$

где  $2 \leq z \leq 3$ .

Построив спектральную зависимость поглощения в координатах  $\alpha^2 - f(h\nu)$  для прямозонного полупроводника (рис. 3.18 а), или  $\alpha^{1/2} - f(h\nu)$  – для непрямозонного (рис. 3.18 б), можно получить линейные участки этих зависимостей в некотором интервале значений энергий фотонов. Для прямозонного полупроводника пересечение продолжения этой прямой с осью абсцисс позволяет определить ширину запрещенной зоны.

В области непрямых переходов зависимость  $\alpha^{1/z}$  от  $\nu$  представляется в виде прямой линии с изломом (рис. 3.18 б). В области больших энергий процесс происходит с испусканием фонона, т.е.  $\alpha_{\text{непрям}}^{1/z} \approx \Delta E + h\nu_{\text{фон.}}$ . Вблизи края поглощения  $\alpha^{1/z} \approx \Delta E - h\nu_{\text{фон.}}$ . Исследуя зависимость  $\alpha$  от  $h\nu$ , можно определить

как ширину запрещенной зоны  $\Delta E$ , так и спектр фононов исследуемой кристаллической решетки  $h\nu_{\text{фононов}}$ .

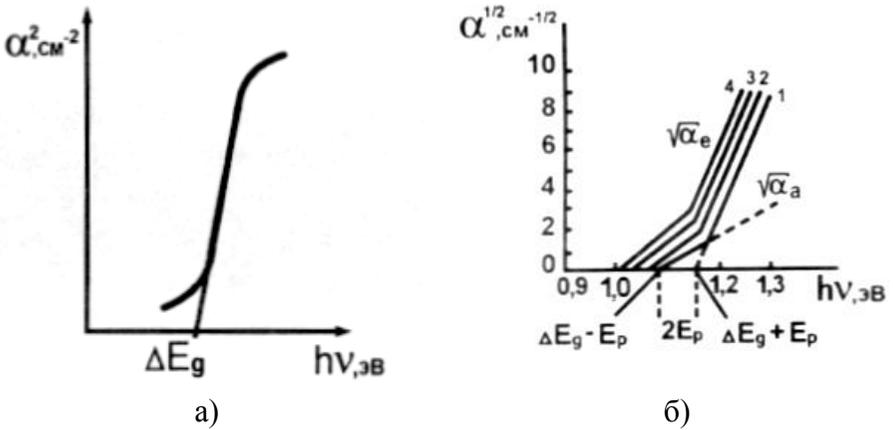


Рис. 3.18. Определение ширины запрещенной зоны из спектра собственного поглощения света в прямозонном (а) и непрямозонном полупроводниках при температурах: 1 –  $T = 195 \text{ K}$ ; 2 –  $T = 245 \text{ K}$ ; 3 –  $T = 290 \text{ K}$ ; 4 –  $T = 333 \text{ K}$

*2. Поглощение, связанное с переходами в пределах одной зоны (поглощение на свободных носителях).*

Спектр поглощения существенно различается для зоны проводимости и валентной зоны. Для электронов в широком диапазоне спектра  $\alpha \approx \lambda^2$ . Для дырок в определенной области спектра зависимость сложнее: она определяется переходами из одной ветви валентной зоны в другую, так как во многих случаях валентная зона является вырожденной при значениях квазимпульса, равных нулю. Изучая поглощение такого рода можно определить: а) эффективные массы проводимости электронов и дырок; б) структуру валентной зоны; в) концентрацию свободных носителей по положению пика поглощения.

Например, в той области, где  $\omega t \gg m^*$ ,  $\alpha$  можно определить из выражения

$$\alpha = \frac{N\lambda_0^2 e^3}{4\pi^2 \varepsilon_0 m_n^* c^3 n \mu_n}, \quad (3.57)$$

если  $N$ -(концентрация носителей заряда) и  $\mu_n$  (подвижность) найдены другими, например из эффекта Холла.  $\lambda_0$  – длина волны в вакууме,  $\varepsilon_0$  – диэлектрическая проницаемость вакуума,  $n$ - коэффициент преломления,  $c$  – скорость света в вакууме.

### 3. Примесное поглощение.

Этот вид поглощения связан с переходами между локальным уровнем, расположенным в запрещенной зоне, и зоной проводимости или валентной зоной. Примесное поглощение обычно исследуют при концентрации примесей более чем  $10^5$  атом/см<sup>3</sup> и низких температурах. В частности, для примесей III и V групп в германии и кремнии измерения следует проводить при температуре жидкого гелия, а для глубоких уровней (Ni, Fe, Cu, Au др., когда  $\Delta E \approx 0,1-0,5$  эВ) при температуре жидкого азота. При большом содержании таких примесей возможно вести измерения и при комнатной температуре. Для полупроводниковых соединений типа  $A^{II}B^{VI}$ , таких как CdS, энергия ионизации примесей составляет 0,5-1 эВ при ширине запрещенной зоны порядка несколько электронвольт. При этом измерение спектров поглощения можно производить при комнатной температуре и в области длин волн, соответствующих видимому и ближнему инфракрасному участку спектра.

Исследуя примесное поглощение, можно определить энергию активации примесного уровня, а зная сечение фотоионизации  $\sigma$ , можно оценить концентрацию примеси:  $N = \alpha/\sigma$ .

Различные дефекты, такие как вакансии и дислокации, также дают характерные спектры поглощения. Повышенное содержание дефектов вблизи края поглощения приводит

обычно к увеличению коэффициента поглощения. Исследование величины коэффициента поглощения – чувствительный метод определения совершенства структуры и чистоты материала.

#### *4. Поглощение на колебаниях решетки.*

Спектр такого поглощения имеет вид пиков в определенной области длин волн. Полупроводниковые соединения  $A^{\text{III}}B^{\text{V}}$ , состоящие из атомов разного типа, можно рассматривать как набор электрических диполей. Под действием света эти диполи могут поглощать энергию электромагнитного поля, и наибольшее взаимодействие будет наблюдаться при совпадении частоты излучения с частотой колебания диполя. Обычно это имеет место в далекой инфракрасной области спектра.

Наибольшее практическое значение имеет измерение поглощения в кремнии, связанное с присутствием в решетке кремния атомов кислорода.

## ЧАСТЬ II. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ

### 4. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

#### 4.1. Классификация и особенности механических испытаний

Многообразие условий службы и обработки конструкционных материалов предопределяет необходимость проведения большого числа механических испытаний. Они классифицируются по разным принципам. Один из них - схема напряженного или деформированного состояния. Всего существует восемь схем. Они сведены в табл. 4.1 вместе с соответствующими примерами реализации в различных испытаниях и условиях эксплуатации (рис. 4.1).

Приведенные в табл. 4.1 схемы применимы, строго говоря, лишь в области упругой и равномерной деформации. В процессе реальных испытаний, особенно после начала сосредоточенной пластической деформации, эти схемы могут значительно изменяться. Помимо напряженного, важное значение при механических испытаниях имеет деформированное состояние, возникающее в материале образца. В большинстве случаев испытаний деформированное состояние гораздо сложнее напряженного состояния.

При любом способе нагружения в материале возникают нормальные и касательные напряжения. Рост касательных напряжений приводит к пластической деформации материала и вязкому разрушению, в то время как нормальные напряжения приводят к упругой деформации и к хрупкому разрушению. Отношение максимальных касательных  $\tau_{\max}$  к максимальным нормальным напряжениям  $\sigma_{\max}$ , действующим в материале, зависит от способа нагружения и называется коэффициентом жесткости нагружения  $\alpha$

$$\alpha = \tau_{\max} / \sigma_{\max} . \quad (4.1)$$

Таблица 4.1

Напряженное состояние		Схема напряжен. состоян.	Примеры реализации
Линейное	Одноосное растяжение	Рис. 4.1 (1)	Испытание на растяжение образцов без надреза Испытания на сжатие
	Одноосное сжатие	Рис. 4.1 (2)	
Плоское	Двухосное растяжение	Рис. 4.1 (3)	Изгиб широкого образца Кольцевое сжатие образцов по боковой поверхности Кручение цилиндрического стержня
	Двухосное сжатие	Рис. 4.1 (4)	
	Разноименное напряженное состояние	Рис. 4.1 (5)	
Объемное	Трехосное растяжение	Рис. 4.1 (6)	Гидростатическое растяжение в центре нагреваемого шара. Растяжение цилиндрического образца с кольцев. надрезом
Объемное	Трехосное сжатие	Рис. 4.1 (7)	Гидростатическое сжатие. Испытание на твердость вдавливанием индентора Растяжение образца с шейкой под гидростатическим давлени.
	Разноименное объемное напряженное состояние	Рис. 4.1 (8)	

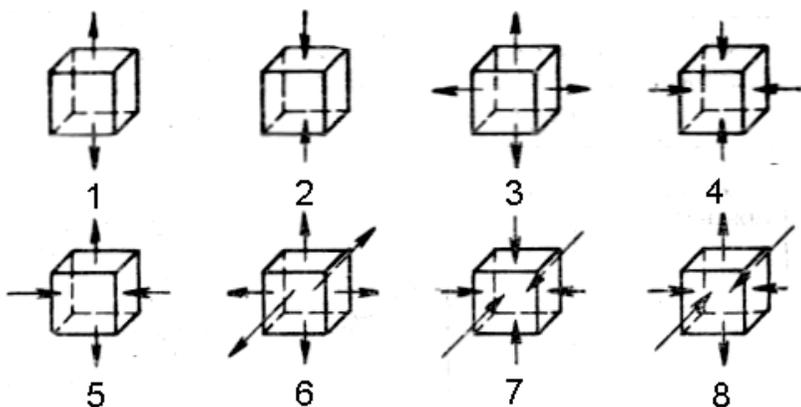


Рис. 4.1. Схемы напряженного состояния при различных испытаниях: 1 - одноосное растяжение; 2 - одноосное сжатие; 3 - двухосное растяжение; 4 - двухосное сжатие; 5 - разноименное напряженное состояние; 6 - трехосное растяжение; 7 - трехосное сжатие; 8 - разноименное объемное напряженное состояние

Второй принцип классификации механических испытаний основан на способе нагружения образца в процессе испытания. В основном используют два способа нагружения образца:

- 1) путем его деформации с заданной скоростью и измерением сил сопротивления образца этой деформации и
- 2) подачей постоянной нагрузки (напряжения) на образец с измерением возникающей при этом деформации.

Наиболее распространен первый способ, обеспечивающий возможность непрерывного измерения и записи силы сопротивления образца деформированию. Он используется практически во всех разновидностях статических испытаний. Второй способ нагружения (например, при испытании на ползучесть, длительную прочность, замедленное разрушение) применяется реже.

Механические испытания можно классифицировать также по характеру изменения нагрузки во времени. По этому прин-

ципу нагрузки подразделяют на *статические*, *динамические* и *циклические*. Статические нагрузки относительно медленно возрастают от нуля до некоторой максимальной величины (обычно секунды - минуты). При динамическом нагружении это возрастание происходит за очень короткий промежуток времени (доли секунды). Циклические нагрузки характеризуются многократными изменениями по направлению и (или) по величине.

В соответствии с характером действующих нагрузок различают статические, динамические и усталостные испытания.

**Статические** испытания отличаются плавным, относительно медленным изменением нагрузки образца и малой скоростью его деформации. Наиболее важны следующие разновидности статических испытаний, отличающиеся схемой приложения нагрузок к образцу (т. е. схемой напряженного состояния): одноосное растяжение, одноосное сжатие (в дальнейшем - просто растяжение, сжатие), изгиб, кручение, растяжение и изгиб образцов с надрезом и трещиной (плоские и объемные схемы напряженного состояния).

**Динамические** испытания характеризуются приложением к образцу нагрузок с резким изменением их величины и большой скоростью деформации. Длительность всего испытания не превышает сотых - тысячных долей секунды. В результате динамических испытаний определяют величину полной или удельной работы динамической деформации, а также величину остаточной деформации образца (абсолютной или относительной). Динамические испытания чаще всего проводят по схеме изгиба.

Испытания на **усталость** проводят при многократном приложении к образцу изменяющихся нагрузок. Такие испытания обычно длительны (часы - сотни часов), по их результатам определяют число циклов до разрушения при разных значениях напряжений, а в конечном итоге - то предельное напряжение,

которое образец выдерживает без разрушения в течение определенного числа циклов нагружения.

Помимо рассмотренных статических, динамических и усталостных, различают еще две большие специфические группы испытаний. Первая из них - испытания на твердость, в которых оценивают различные характеристики сопротивления деформации или, реже, разрушению поверхностных слоев образца при взаимодействии их с другим телом – индентором. Большинство испытаний на твердость статические.

Вторая группа - испытания на ползучесть и длительную прочность. Их обычно проводят при повышенных температурах для оценки характеристик жаропрочности. Образцы здесь в течение всего испытания находятся под постоянным напряжением или нагрузкой. При испытании на ползучесть измеряют величину деформации в зависимости от времени при разных напряжениях в образце, а при испытании на длительную прочность оценивают время до разрушения под действием различных напряжений.

Как видно, методы проведения испытаний весьма разнообразны. К тому же они проводятся при разных температурах, начиная от очень низких отрицательных и кончая температурами в интервале плавления, в разных средах и т. д. Все это вполне естественно, ибо отражает разнообразие условий эксплуатации и обработки металлов и сплавов, которые в конечном итоге пытаются моделировать испытаниями.

Большинство характеристик механических свойств конструкционных материалов не является их физическими константами. Они в сильной степени зависят от условий проведения испытаний. Поэтому необходимо выполнение определенных условий проведения испытаний, которые бы обеспечили постоянство результатов при многократном повторении испытаний, так чтобы эти результаты в максимальной степени отражали свойства материала, а не влияние условий испытания, и могли войти в справочники. Условия, обеспечивающие такое

постоянство и сопоставимость результатов, называются условиями подобия механических испытаний.

Для соблюдения условий подобия образцы следует подвергать испытаниям при одинаковой схеме напряженного состояния и в одинаковых физических условиях. Отсюда следует необходимость соблюдения трех видов подобия:

- 1) геометрического (форма и размеры образца);
- 2) механического (схема и скорость приложения нагрузок);
- 3) физического (внешние физические условия).

Условие геометрического подобия сводится к тому, что испытываемые образцы должны иметь геометрически подобную форму. Форма и размеры образца влияют на результаты испытания через схему напряженного состояния, которая зависит от формы тела и определенного расположения точек приложения нагрузок. Еще в большей степени на напряженное состояние в образце влияет схема приложения нагрузок. В общем виде механическое подобие заключается в том, что в сходственных сечениях рабочей части образцов возникают тождественное напряженное состояние и одинаковая относительная деформация.

Необходимость физического подобия для получения воспроизводимых и сопоставимых результатов испытаний совершенно очевидна и не требует специальных разъяснений. Когда необходимо получение сопоставимых данных по свойствам разных материалов, соблюдение физического подобия усложняется. Например, сравнение механических свойств разных металлов и сплавов при одной температуре может быть при решении определенных задач лишено физического смысла. Механические свойства, в частности прочностные, связаны с температурой начала плавления материала: при прочих равных условиях чем выше эта температура, тем выше прочностные характеристики при заданной температуре испытания. Поэтому сопоставление свойств разных конструкционных материалов более правильно проводить при одинаковых гомологических температурах, т. е. одинаковых отношениях абсо-

лутных температур испытания и плавления  $T_{исп}/T_{пл}$  (в градусах Кельвина).

Для получения сопоставимых результатов и правильного их анализа, кроме соблюдения трех перечисленных условий подобия, большое значение имеет методика изготовления образцов для испытания. Способ изготовления образца должен быть таким, чтобы в последнем создавалась структура, идентичная структуре соответствующей детали.

Структура реальных металлов и сплавов и распределение ее дефектов неодинаковы даже в пределах одного образца. Поэтому механические свойства, определяемые структурой и дефектами, строго говоря, различны для разных объемов одного образца. В результате те характеристики механических свойств, которые мы должны оценивать при испытаниях, являются среднестатистическими величинами, дающими суммарную, математически наиболее вероятную характеристику всего объема образца, который принимает участие в испытании. Даже при абсолютно точном замере механических свойств они будут неодинаковы у разных образцов из одного и того же материала. Инструментальные ошибки определения характеристик свойств, связанные с измерением нагрузок, деформаций, размеров и т. д., еще более увеличивают разброс экспериментальных результатов. Поэтому механические испытания требуют статистической обработки результатов, т.е. оценки среднего значения свойств и ошибки в определении этого среднего, а также выбора минимально необходимого числа образцов (или замеров) для оценки среднего значения с заданной точностью. Эти задачи являются стандартными для статистической обработки результатов любых измерений.

#### **4.2. Методы определения упругих свойств**

Упругие свойства часто называют константами потому, что они подобно физическим и в отличие от большинства механических свойств не зависят от метода определения, а являются

постоянными для данного материала и определенных внешних условий.

Упругая деформация в твердом теле развивается с очень большой скоростью, соответствующей скорости распространения звука в данном материале. Для стали, например, эта скорость составляет  $\sim 5000$ , для меди 3670, для свинца 1320 м/с, что значительно выше скоростей деформирования не только при статическом, но и динамическом нагружении. Поэтому величина упругих констант не должна зависеть от скорости нагружения, и они могут определяться по результатам любых испытаний.

Некоторые упругие свойства могут быть определены с помощью стандартных статических испытаний. Так, по результатам испытаний на одноосное растяжение оценивают модуль Юнга  $E$ , на кручение – модуль сдвига  $G$ . Однако чаще модули упругости измеряют с использованием специальных динамических методов, отличающихся более высокой точностью, а коэффициент Пуассона находят по результатам рентгеноструктурного анализа, определяя период решетки упруго-напряженного образца вдоль и поперек направления деформации. Повышенная точность динамических методов определения модулей упругости объясняется возможностью измерений при малых деформациях, когда явления неупругости (см. следующий раздел) еще пренебрежимо малы. Эти явления могут вызывать также завышение экспериментально определяемых значений коэффициента Пуассона. Последний у металлов обычно заметно увеличивается при повышении уровня напряжений, создающих измеряемые продольную и поперечную деформации. Чем ниже используемое в эксперименте напряжение, тем ближе коэффициент Пуассона к 0,25.

Особенно хорошо разработаны динамические методы определения модуля сдвига  $G$  и модуля нормальной упругости  $E$ . Все динамические методы базируются на том, что частота колебаний исследуемого образца (резонансные методы) или ско-

рость звука в нем (импульсные методы) зависят от констант упругости.

При использовании резонансных методов образец в виде стержня возбуждается на одной из собственных частот колебаний продольными или поперечными волнами. Длина этих волн должна быть значительно больше радиуса образца.

Тогда в момент совпадения частоты вынуждающих колебаний с собственной частотой колебаний образца в нем возникает стоячая волна. Модуль Юнга  $E$  связан с резонансной частотой ( $\nu_{рез}$ ) соотношением (для достаточно длинного стержня)

$$E = 4\rho l \omega_{рез} \Delta, \quad (4.2)$$

где  $\rho$  - плотность материала образца;  $l$  - длина образца;  $\Delta = l + \pi^2 \nu^2 r^2 / 2l^2$ ,  $r$  — радиус образца;  $\nu$  — коэффициент Пуассона.

Возбуждение механических колебаний частотой  $10^2$ — $10^5$  Гц в образцах можно производить различными способами (рис. 4.2). Частоту колебаний, в том числе и резонансную, можно определить с помощью частотомера и осциллографа.

Для определения модуля сдвига  $G$  используют крутильный маятник. Частота его колебаний связана с модулем  $G$  соотношением

$$\omega = \left( \frac{1}{2\pi} \right) \sqrt{\pi r^4 G / IJ}, \quad (4.3)$$

где  $r$  - радиус образца;  $l$  - его длина;  $J$  - момент инерции груза.

Экспериментальное определение модуля сдвига проводят на тех же установках, что и определение внутреннего трения (см. следующую главу).

В импульсных методах определения констант упругости используют частоты порядка мегагерц. Применение этих методов основано на зависимости скорости звука  $v$  от констант упругости среды, в которой он распространяется:

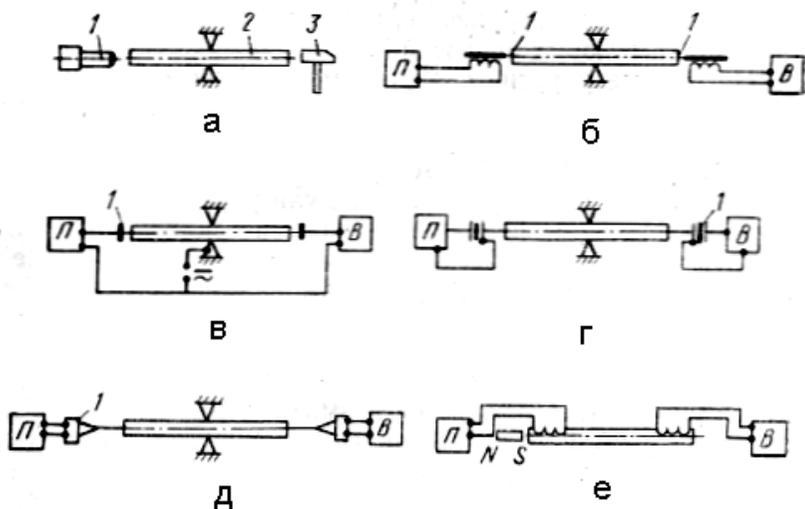


Рис. 4.2. Различные способы возбуждения механических колебаний:

а – механический (1 - микроскоп, 2 - образец, 3 - молоточек);  
 б – электромагнитный (магнитная пластина); в – емкостной  
 (обкладки конденсатора); г – пьезоэлектрический (1 - пьезокристалл); д – магнитострикционный (1 – магнитостриктор); е – с помощью вихревых токов (П – приемник, В - возбуждатель

$$v_{\text{прод}} = \sqrt{\frac{E}{\rho} \cdot \frac{1 - \mu}{(1 + \mu)(1 - 2\mu)}}, \quad v_{\text{попер}} = \sqrt{G / \rho}. \quad (4.4)$$

Таким образом, определяя скорости распространения продольных и поперечных звуковых волн в образце, диаметр которого намного больше длины волны, можно найти модули упругости материала образца. Для подачи ультразвуковых импульсов используют ультразвуковые генераторы, а для измерения  $v_{\text{прод}}$  и  $v_{\text{попер}}$  - пьезокристалл кварца, связанный через усилители с электронным осциллографом.

### 4.3. Испытания на растяжение

Испытание на одноосное растяжение является основным источником информации о характеристиках прочности и пластичности конструкционных материалов. При этом используют как цилиндрические, так и плоские образцы (рис. 4.3), головки которых вставляют в захваты разрывной машины, но чаще всего - цилиндрические образцы (их называют также круглыми). Плоские образцы применяют главным образом для оценки свойств листового материала.

Цилиндрический образец характеризуется диаметром рабочей части  $d_o$ , длиной рабочей части  $l$ , начальной расчетной длиной  $l_o$ . Расчетную длину  $l_o$ , которая меньше  $l$ , выбирают так, чтобы исключить влияние головок образца на результаты испытаний.

Размеры образца не влияют на результат определения относительного удлинения после разрыва, если соблюдается условие геометрического подобия образцов:  $l_o/F_o = \text{const}$ , где  $F_o$  - площадь поперечного сечения в рабочей части образца. В соответствии с ГОСТом  $l_o = 11,3\sqrt{F_o}$  и  $l_o = 5,65\sqrt{F_o}$ , т. е. соответственно  $l_o = 10d_o$  и  $l_o = 5d_o$  (так называемые десятикратные и пятикратные образцы). Для литых сплавов допускается  $l_o = 2,82\sqrt{F_o}$ , т. е.  $l_o = 2,5d_o$ .

Образцы вытачивают из заготовок, вырезанных из тех участков изделия, свойства которых контролируются. Наиболее часто используют небольшие гагаринские образцы с  $d_o = 6$  и  $l_o = 30$  мм. При определении свойств в тонких сечениях изделий в порядке исключения применяют микрообразцы с  $d_o < 1$  мм.

В случае литых деталей важно знать влияние литейной корки (поверхностного слоя отливки) на механические свойства. Для этого испытывают отдельно отлитые в песчаную форму или в кокиль, а также прилитые к детали образцы.

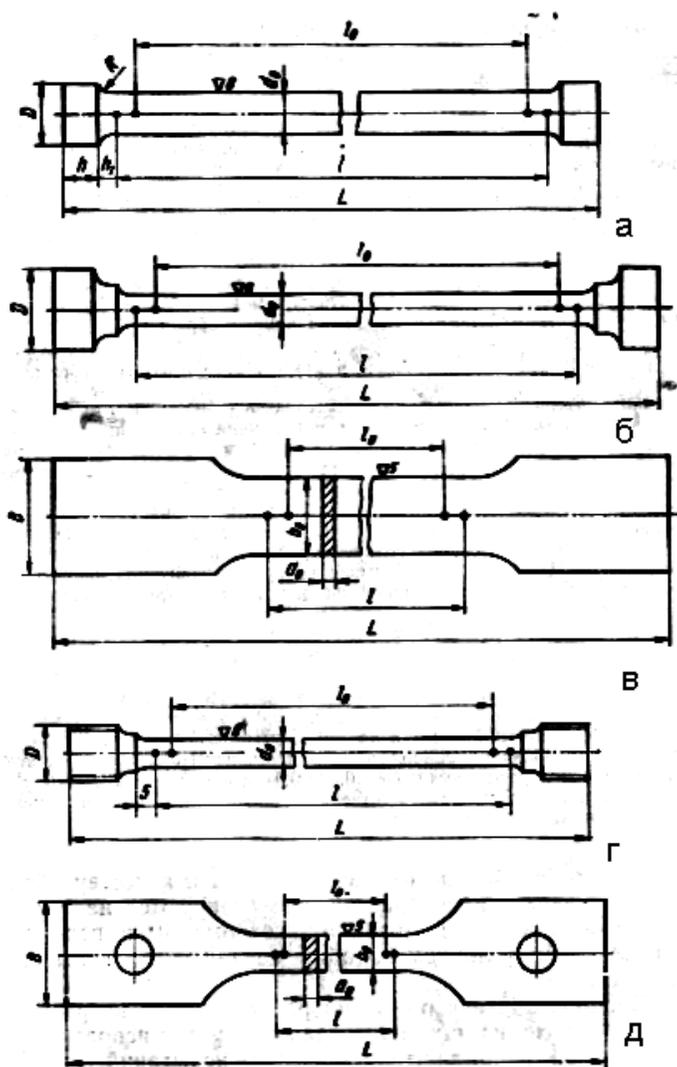


Рис. 4.3. Образцы для испытаний на одноосное растяжение

При растяжении образца на диаграммной ленте разрывной машины автоматически записывается зависимость осевой растягивающей нагрузки  $P$  (силы сопротивления образца де-

формации) от абсолютного удлинения  $\Delta l$  (рис. 4.4). Кривые  $P - \Delta l$  называют *первичными диаграммами растяжения* или просто *кривыми растяжения*. На рис. 4.4 приведены четыре типа кривых растяжения. Тип I - образование ярко выраженной шейки перед разрывом. Тип II отличается от типа I наличием зуба и площадки текучести (или только площадки текучести). Тип III - равномерное удлинение без образования ярко выраженной шейки при пластической деформации вплоть до разрушения. Тип IV — хрупкое разрушение.

По определенным точкам на кривой растяжения рассчитывают стандартные характеристики сопротивления материала деформации и разрушению, причем выражают их через условные растягивающие напряжения  $\sigma = P / F_0$  (в мегапаскалях). Эти напряжения условны в том смысле, что нагрузку делят не на истинную площадь поперечного сечения образца в тот момент, когда действует нагрузка  $P$ , а на начальную площадь поперечного сечения  $F_0$ . Кривые  $P - \Delta l$  одновременно являются и кривыми  $\sigma - \Delta l$ , только с другим масштабом по оси ординат.

Рассмотрим механические параметры конструкционных материалов, определяемые в испытаниях на растяжение, с помощью схемы на рис. 4.5 (кривая растяжения I типа). Разрушенный образец показан на рис. 4.6.

*Предел пропорциональности*  $\sigma_{nc} = P_{nc} / F_0$  - это максимальное напряжение, при котором еще выполняется закон Гука. Нагрузка  $P_{nc}$  соответствует точке  $n$  перехода от прямолинейного к криволинейному участку на диаграмме растяжения. Так как такой переход очень плавный, то определяют условный предел пропорциональности, соответствующий точке, в которой отклонение от линейного закона изменения нагрузки достигает заданной величины: тангенс угла наклона касательной в этой точке на 50 % больше, чем на начальном прямолинейном участке.

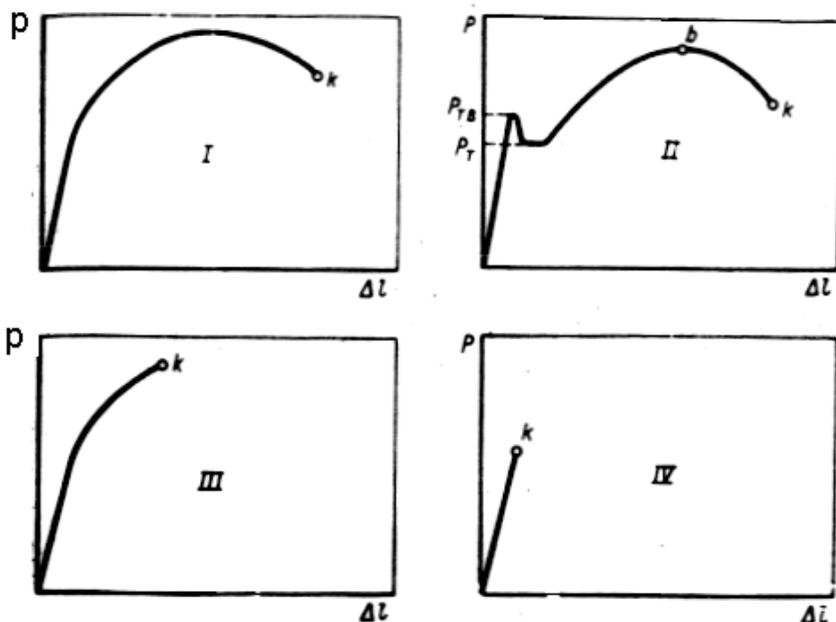


Рис. 4.4. Основные типы диаграмм растяжения:  
 I – при образовании ярко выраженной шейки перед разрывом; II – при наличии зуба и площадки текучести;  
 III - без образования ярко выраженной шейки, при пластической деформации вплоть до разрушения;  
 IV - при хрупком разрушении

Величина  $\sigma_{пл}$  в инженерных расчетах указывает напряжение, до которого конструкция может работать без остаточных деформаций.

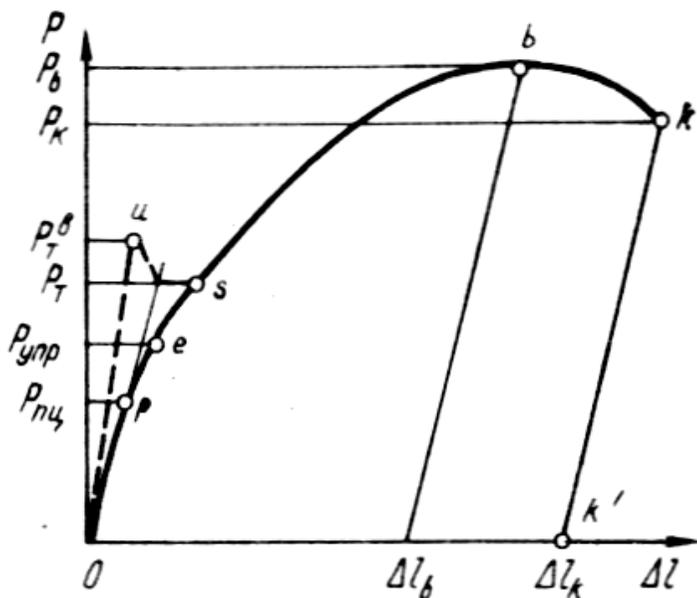


Рис. 4.5. Характерные точки на диаграмме растяжения, по которым рассчитывают прочностные характеристики

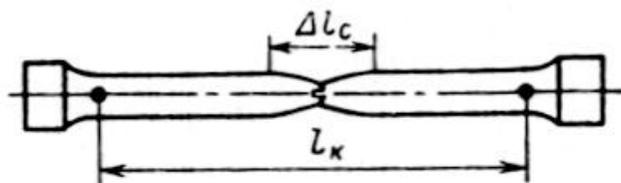


Рис. 4.6. Образец, разорвавшийся после образования шейки

При достаточно большом масштабе первичной диаграммы растяжения величину предела пропорциональности можно определить графически прямо на этой диаграмме. В первую очередь продолжают прямолинейный участок до пересечения с осью деформаций в точке  $O$ , которую и принимают за новое начало координат, исключая искаженный участок диаграммы вследствие недостаточной жесткости испытательной

установки. Далее можно использовать два способа. В первом случае на произвольной высоте в пределах упругой области восстанавливают перпендикуляр АВ к оси нагрузок (рис. 4.7, а), откладывают вдоль него отрезок ВС=1/2АВ и проводят линию ОС. Если теперь провести касательную к кривой растяжения параллельно ОС, то точка касания  $p$  определит искомую нагрузку  $P_{\text{пц}}$ . Во втором способе из произвольной точки прямолинейного участка диаграммы опускают перпендикуляр КУ (рис. 4.7, б) на ось абсцисс и делят его на три равные части. Через точку С и начало координат проводят прямую, а параллельно ей – касательную к кривой растяжения. Точка касания  $p$  соответствует искомому пределу пропорциональности  $P_{\text{пц}}$ .

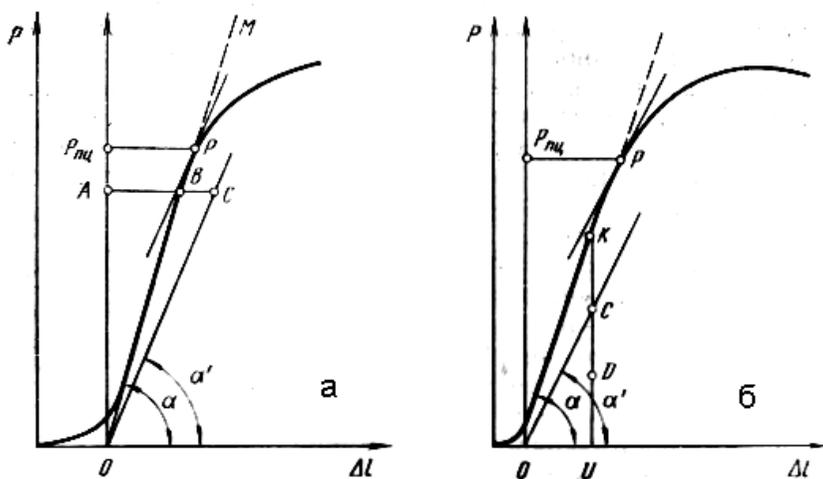


Рис. 4.7. Графические способы определения предела пропорциональности

Предел упругости  $\sigma_{0,05} = P_{0,05} / F_0$  - это напряжение, при котором остаточное удлинение составляет 0,05 %. Он характеризует сопротивление материала пластической деформации, которая обеспечивается движением ограниченного числа

наиболее подвижных дислокаций. Технический смысл предела упругости состоит в том, что он характеризует предельное напряжение, которое допустимо при работе упругих элементов. Допуск на остаточную деформацию может быть еще более жестким, например 0,005 % (предел упругости  $\sigma_{0.005}$ ).

При достаточно большом масштабе первичной диаграммы растяжения величину предела упругости также можно определить графически. Для этого по оси удлинений от начала координат откладывают отрезок, соответствующий относительной деформации 0.05 %, и через эту точку проводят прямую, параллельную прямолинейному участку диаграммы. Ордината точки пересечения прямой с диаграммой будет соответствовать величине нагрузки, определяющей условный предел упругости. Пределы пропорциональности и упругости очень близки и практически могут совпадать, поэтому в тех случаях, когда не требуется высокой точности при определении условного предела упругости, эту величину принимают равной условному пределу пропорциональности.

*Предел текучести*  $\sigma_{0.2} = P_{0.2} / F_0$  - это напряжение, при котором остаточная деформация составляет 0,2 %. Пластическая деформация величиной 0,2 % происходит путем массового скольжения дислокаций. Предел текучести  $\sigma_{0.2}$ , характеризующий сопротивление малым пластическим деформациям, широко используют в инженерных расчетах конструкций, так как одно из главных требований к нагруженным деталям состоит в том, чтобы их остаточные деформации были не больше определенной величины. Графическое определение условного предела текучести делается так же, как при расчете предела упругости.

Малоуглеродистые стали, многие металлы и сплавы, особенно с о. ц. к. решеткой, характеризуются наличием на кривой растяжения зуба и площадки текучести или только площадки текучести (см. рис. 4.4, кривая типа II). Площадка текучести означает пластическую деформацию при постоянном на-

пряжении, называемом *физическим пределом текучести*  $\sigma_T = P_m/F_0$ . Деформация на площадке текучести может достигать 1 %. Напряжение  $\sigma_{T.B} = P_{m.в}/F_0$ , рассчитанное по усилию, соответствующему вершине зуба текучести, называют *верхним пределом текучести*.

*Временное сопротивление*  $\sigma_B = P_{max}/F_0$  - это напряжение, соответствующее максимальной нагрузке на кривой растяжения. Точка *b* на рис. 4.5 соответствует окончанию равномерной пластической деформации и началу образования шейки. Резкое уменьшение поперечного сечения в шейке приводит к снижению сопротивления образца растяжению. Локализация деформации заканчивается разрушением образца в его наименьшем сечении (см. рис. 4.6).

Хотя временное сопротивление в литературе часто называют *пределом прочности*, но таковым, т. е. характеристикой предельного состояния непосредственно перед разрушением, оно далеко не всегда является. В случае образования шейки разрушение наступает не при максимальной нагрузке  $P_{max}$ , а в точке *k* (см. рис. 4.5), которой соответствует меньшая нагрузка  $P_k$ . В этом случае характеристикой предельного состояния служит *истинное сопротивление разрыву*  $S_K = P_k/F_k$ , где  $F_k$  - поперечное сечение образца в месте разрыва. Следовательно, в отличие от других рассмотренных выше прочностных свойств, величина  $S_K$  является не условным, а истинным напряжением при разрушении.

Если для каждого текущего значения нагрузки  $P_i$  на первичной кривой растяжения рассчитать значения условного ( $P_i/F_0$ ) и истинного растягивающего напряжения ( $P_i/F_i$ ), то можно построить графики зависимости условных и истинных напряжений от относительного удлинения  $\varepsilon = \Delta l / l_0$  (рис. 4.8).

На начальном участке, где текущая площадь поперечного сечения  $F_i$  мало отличается от начальной  $F_0$ , рассматриваемые кривые практически совпадают, а затем по мере увеличения разности  $F_0 - F_i$  они все больше расходятся. Наиболее инте-

ресно то, что истинное напряжение интенсивно растет тогда, когда нагрузка (и условное напряжение) падает. Обусловлено это тем, что при локализации деформации в виде шейки сильное увеличение плотности дислокаций приводит к большому деформационному упрочнению (наклепу), и величина  $S_K$  может значительно превышать величину  $\sigma_B$ . Падение нагрузки указывает на то, что уменьшение живого сечения в период образования шейки перекрывает влияние деформационного упрочнения.

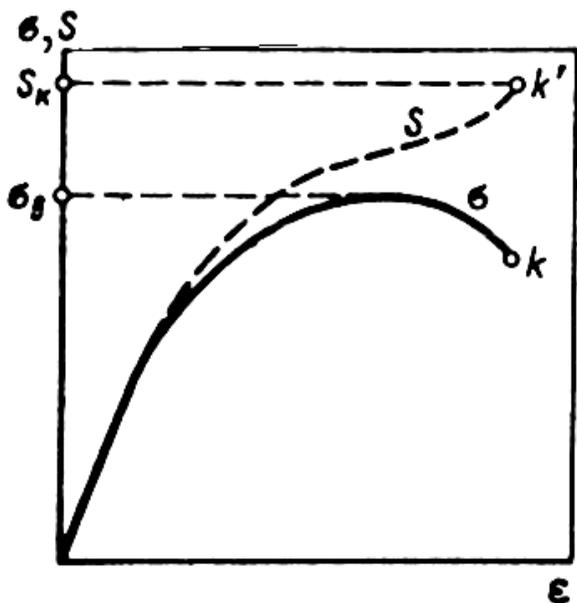


Рис. 4.8. Зависимости условного  $\sigma$  и истинного  $S$  растягивающего напряжения от относительного удлинения  $\epsilon$

Временное сопротивление  $\sigma_B$  в случае образования ярко выраженной шейки на образцах фактически является характеристикой сопротивления большим пластическим деформациям, а не сопротивлению разрыву. Если же испытывают хрупкий образец (см. рис 4.4, кривая растяжения типа IV), то

величина  $\sigma_b$  является характеристикой сопротивления разрушению и мало отличается от величины  $S_K$ , так как  $F_K \approx F_0$ .

Кривая растяжения типа III на рис. 4.4 относится к весьма распространенному случаю испытаний образцов из материалов, отличающихся небольшой или умеренной пластичностью (удлинение до  $\sim 10\%$ ), на которых шейка или не образуется, или выражена очень слабо. К таким материалам, в частности, относятся многие литейные сплавы. В этом случае максимальная растягивающая нагрузка достигается к моменту разрыва, и величина  $\sigma_b$  характеризует сопротивление разрушению, хотя она и меньше  $S_K$ , так как  $F_K \neq F_0$ .

Таким образом, физический и технический смысл временного сопротивления различен у материалов с разным типом кривых растяжения. Но все же, если исключить хрупкие материалы, то величину  $\sigma_b$  следует рассматривать как характеристику сопротивления значительным пластическим деформациям, а величины  $\sigma_{0.2}$  и  $\sigma_T$  - как характеристики сопротивления малым пластическим деформациям. Эти характеристики являются самыми распространенными в технике прочностными свойствами промышленных конструкционных материалов.

Характеристики пластичности при растяжении – *относительное удлинение после разрыва  $\delta$  и относительное сужение после разрыва  $\varphi$* . Слова «после разрыва» обычно опускают, всегда подразумевая их, когда речь идет о свойствах, обозначаемых символами  $\delta$  и  $\varphi$ .

Относительное удлинение - это отношение приращения расчетной длины разорванного образца к ее первоначальной величине

$$\delta = [(l_K - l_0) / l_0] \cdot 100\%. \quad (4.5)$$

Относительное сужение - это отношение уменьшения площади поперечного сечения в месте разрыва к начальной площади поперечного сечения образца

$$\varphi = [(F - F_0) / F_0] \cdot 100 \%. \quad (4.6)$$

Для определения конечной длины после разрыва  $l_k$  разорванные половинки образца плотно составляют так, чтобы их оси образовали прямую линию (см. рис. 4.6).

Существенный недостаток относительного удлинения как характеристики пластичности заключается в том, что она зависит от выбранного значения начальной расчетной длины  $l_0$ . Дело в том, что при наличии шейки абсолютное удлинение образца складывается из двух частей: равномерного удлинения до момента образования шейки и сосредоточенного удлинения, связанного с шейкой (см. рис. 4.6). Чем меньше  $l_0$ , тем большая доля от общего абсолютного удлинения образца приходится на сосредоточенное удлинение и в результате  $\delta$  возрастает. Поэтому в индексе у  $\delta$  указывают кратность испытанного образца:  $\delta_{10}$ ,  $\delta_5$ ,  $\delta_{2.5}$ . При испытании пяти- и десятикратных образцов у большинства материалов вклад сосредоточенного удлинения в общее удлинение сравнительно мал, поэтому величина  $\delta$  характеризует в основном способность к равномерной пластической деформации. Величина  $\varphi$ , наоборот, является показателем главным образом сосредоточенной деформации и более полно характеризует способность материала к предельной деформации до разрушения.

Все рассмотренные свойства определяют при различных температурах (комнатной, а также ниже и выше комнатной). При высокотемпературных испытаниях разупрочнение головок образца может привести к их выскальзыванию из захватов. Поэтому цилиндрические образцы для таких испытаний имеют резьбовые головки, ввинчивающиеся в захваты, а у плоских образцов в головках делают отверстие, в которое через захват вставляют шпильку.

#### 4.4. Испытания на сжатие

Схема одноосного сжатия характеризуется большим коэффициентом жесткости ( $\alpha = 2$ ) по сравнению с растяжением ( $\alpha = 0,5$ ), потому испытаниям на сжатие целесообразно подвергать относительно хрупкие материалы. На практике по этим испытаниям оценивают свойства чугуна и других хрупких сплавов.

Расчет нормальных и касательных напряжений при сжатии и растяжении производят аналогично. В результате пластической деформации при сжатии образец укорачивается и уширяется. Следовательно, вместо измерявшихся после растяжения  $\delta$  и  $\varphi$  в качестве характеристик пластичности, при сжатии можно определять относительное укорочение

$$\varepsilon = [(h_0 - h_K) / h_0] \cdot 100 \% \quad (4.7)$$

и относительное уширение

$$\varphi = [(F_K - F_0) / F_0] \cdot 100 \% , \quad (4.8)$$

где  $h_0$  и  $h_K$  - начальная и конечная высота образца;  $F_0$  и  $F_K$  — начальная и конечная площади поперечного сечения.

Линейность схем напряженного и деформированного состояния при одноосном сжатии и растяжении обуславливает близость характеристик сопротивления малым деформациям одного материала, испытываемого двумя методами. Но после перехода к существенной пластической деформации (при напряжениях выше предела текучести) схема одноосного сжатия в реальных испытаниях нарушается, и фиксируемые характеристики прочностных свойств уже резко отличаются от определяемых при растяжении. Это связано с трением по опорным поверхностям образца.

Схема испытания на сжатие и геометрия используемых образцов показаны на рис. 4.9. Испытания проводят на тех же машинах, что и при растяжении. Образец устанавливают на опорную плиту в нижнем захвате и сжимают подвижным захватом. Для устранения перекоса образца усилие сжатия передают на него с помощью какого-либо направляющего приспособления, например шарового вкладыша в верхнем захвате (см. рис. 4.9).

По мере сжатия на торцовых поверхностях образца возникают силы трения, направленные по радиусам к его центру и препятствующие деформации в горизонтальном направлении. В результате образец приобретает характерную бочкообразную форму (см. рис. 4.9), а схема напряженного состояния усложняется и становится различной в разных точках образца. В точках 1 и 2, например, возникает схема объемного сжатия, а в точке 3 - разноименное плоское напряженное состояние. Неоднородности напряженного состояния образца в практике не учитываются, а прочностные характеристики при сжатии рассчитывают по тем же формулам, что и при растяжении ( $\sigma = P / F_0$ ). Это придает дополнительную условность определяемым параметрам. Поэтому при испытании на сжатие стараются уменьшить силы трения на опорных поверхностях образца, что достигается одним из следующих способов или их сочетанием:

1) введением различных смазок (вазелин, солидол) и прокладок (фторопласт, пропитанная парафином фильтрованная бумага) между торцевыми поверхностями образца и опорными плитами;

2) использованием подкладок и образцов с конической поверхностью на торцах (см. рис.4.10). Углы конусности  $\alpha$  подбирают так, чтобы  $\operatorname{tg} \alpha$  был равен коэффициенту трения;

3) помимо конусности, в образце делают центральное отверстие, устраняющее концентрацию напряжений у острия конуса (см. рис. 4.10).

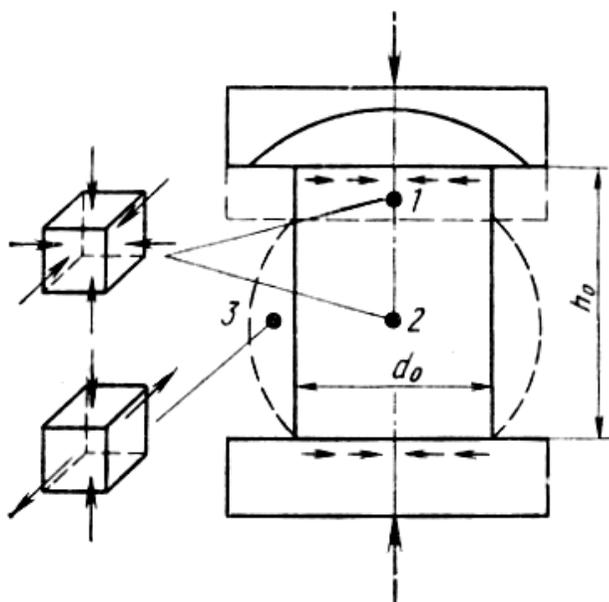


Рис. 4.9. Схема испытаний на сжатие

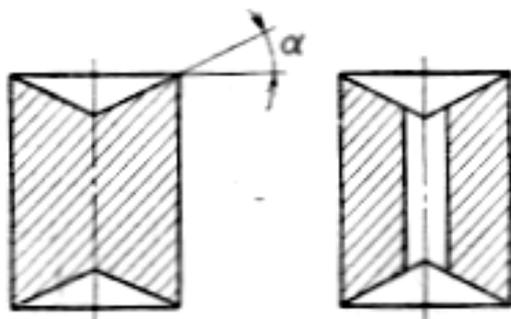


Рис. 4.10. Форма образцов при испытании на сжатие

Но полностью устранить контактные силы трения и обеспечить в течение всего испытания линейное напряженное состояние в образце не удастся. Это принципиальный недостаток испытаний на сжатие.

Чем меньше отношение высоты образца к диаметру, тем сильнее контактное трение влияет на результаты испытаний. С этих позиций следовало бы проводить испытания на возможно более длинных образцах. Но при сжатии длинных образцов трудно избежать их продольного изгиба. Как показывает опыт, оптимальной для цилиндрического образца является величина отношения  $h_0/d_0$  в пределах 1-3.

Для определения модуля нормальной упругости при сжатии, пределов упругости и пропорциональности иногда используют плоские образцы в виде пластин толщиной 2 - 5 мм, длиной 100 и шириной 20 мм. Они испытываются в специальных приспособлениях, обеспечивающих их продольную устойчивость.

При испытании на сжатие машина может зафиксировать первичную диаграмму сжатия - зависимость усилия  $P$  от уменьшения высоты образца (абсолютной деформации)  $\Delta h$ . Вид диаграммы сжатия различен для материалов, разрушающихся (рис. 4.11, 1) и не разрушающихся (см. рис. 4.11, 2) в результате испытания. В отличие от испытаний на растяжение при сжатии удается разрушить далеко не любой материал. Достаточно пластичные материалы при сжатии расплющиваются в тонкие пластины и не разрушаются при максимально возможных усилиях испытательной машины.

Характер разрушения сжимаемых образцов зависит от величины контактных сил трения. Если они велики, то обычно наблюдается разрушение путем среза; если же они незначительны, то фиксируется разрушение отрывом.

По диаграмме сжатия определяют условные пределы пропорциональности, упругости, текучести и прочности. При этом условный предел прочности материалов, не разрушающихся при сжатии, определить нельзя. Методика определения прочностных свойств по диаграмме сжатия полностью аналогична методике для растяжения.

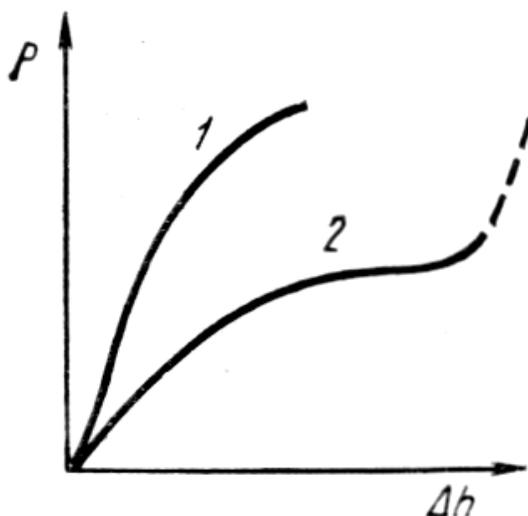


Рис. 4.11. Диаграммы сжатия разрушающихся при сжатии (1) и не разрушающихся (2) в процессе испытания

При определении характеристик сопротивления малым деформациям для повышения точности рекомендуется использовать удлиненные образцы с  $h_0 = 8d_0$ .

Искажение схемы линейного сжатия контактными силами трения затрудняет определение истинной величины сопротивления металла пластической деформации. Но, учитывая правило постоянства объема образца в процессе пластической деформации, можно перестроить первичную диаграмму сжатия  $P - \Delta h$ , кривую истинных напряжений  $S - \varepsilon$ . Поскольку объем образца  $V = F_0 h_0 = F h = \text{const}$ ,  $F = F_0 h_0 / h = F_0 / (h/h_0 + 1 - 1) = F_0 / (1 - \varepsilon)$ . При этом  $d^2 = d_0^2 h_0 / h$ . Здесь  $F$  - площадь поперечного сечения образца, отвечающая условию постоянства объема и равномерности сжатия по высоте образца, а  $d$  - средний диаметр цилиндрического или бочкообразного образца. Отсюда  $F/F_0 = 1/(1 - \varepsilon)$ ,  $\varphi = (F - F_0)/F_0 = F/F_0 - 1 = 1/(1 - \varepsilon) - 1 = \varepsilon/(1 - \varepsilon)$ ,

$\varepsilon = \varphi / (1 + \varphi)$ . Истинное напряжение сжатия  $S = P/F = P(1 - \varepsilon) / F_0 = \sigma(1 - \varepsilon) = \sigma / (1 + \varphi)$ .

Отсюда видно, что при сжатии, в противоположность растяжению,  $S < \sigma$ , так как  $F > F_0$ . Диаграммы истинных напряжений при сжатии строят обычно в координатах  $S - \varepsilon$ , хотя в качестве меры деформации более строго было бы использовать истинное относительное сжатие. Кривая условных напряжений  $\sigma - \varepsilon$ , которая при сжатии всегда имеет вид, качественно аналогичный диаграмме истинных напряжений, поскольку на первичной диаграмме сжатия никогда нет максимума и участка снижения нагрузки.

Схемы сжатия используют в технологических пробах для оценки деформационной способности полуфабрикатов и изделий. Стандартизованы пробы на осадку и расплющивание. С их помощью по появлению трещин определяют годность или негодность материала после деформации сжатием на заданную величину.

#### 4.5. Испытания на изгиб

Применение испытаний на изгиб обусловлено широкой распространенностью этой схемы нагружения в реальных условиях эксплуатации и большей ее мягкостью по сравнению с растяжением, что дает возможность оценивать свойства материалов, хрупко разрушающихся при растяжении. Испытания на изгиб удобны для оценки температур перехода из хрупкого состояния в пластичное (например, у хладноломких о. ц. к. металлов и интерметаллидов). При испытаниях на изгиб применяют две схемы нагружения образца, лежащего на неподвижных опорах: 1) нагрузка прикладывается сосредоточенной силой на середине расстояния между опорами (рис. 4.12, а) и 2) нагрузка прикладывается в двух точках на одинаковом расстоянии от опор (см. рис. 4.12, б).

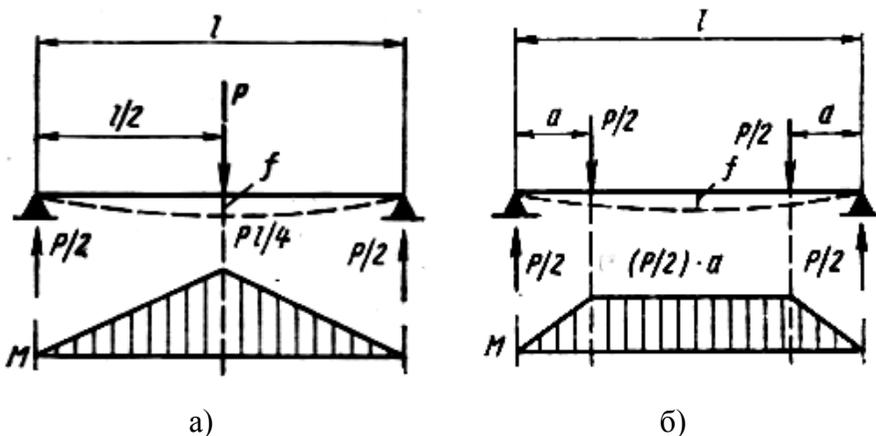


Рис. 4.12. Схемы изгиба сосредоточенной силой (а) и двумя симметричными нагрузками (б) с эпюрами изгибающего момента  $M$

Экспериментально первую схему реализовать гораздо проще, поэтому она и нашла наибольшее распространение. Следует учитывать, что вторая схема «чистого изгиба» во многих случаях обеспечивает более надежные результаты, поскольку здесь максимальный изгибающий момент возникает на определенном участке длины образца, а не в одном сечении, как при использовании первой схемы.

В изгибаемом образце создается неоднородное напряженное состояние, зависящее от геометрии образца и способа нагружения. При чистом изгибе узких образцов с прямоугольным сечением напряженное состояние в каждой точке можно считать линейным. В широких образцах (с отношением ширины к высоте сечения более трех) при обеих схемах изгиба (см. рис. 4.12) создается двухосное напряженное состояние вследствие трудности поперечной деформации. Нижняя часть образца оказывается растянутой, а верхняя - сжатой. К тому же напряжения, связанные с величиной изгибающего момента, различны по длине и сечению образца. Максимальные напряжения

возникают вблизи поверхности. Все это затрудняет оценку средних истинных напряжений и деформаций, строго характеризующих механические свойства при изгибе.

Одним из преимуществ испытаний на изгиб по сравнению с растяжением является то, что образцы не имеют головок, поскольку изготовление образцов с головками, особенно из хрупких материалов, значительно сложнее. На изгиб испытывают прямоугольные или цилиндрические стержни. Для определения свойств отливок из чугуна используют цилиндрические образцы диаметром  $30 \pm 1$  и длиной 340 или 650 мм (при расстоянии между опорами 300 и 600 мм соответственно). Для исследовательских целей испытания на изгиб обычно ведут на цилиндрических образцах с  $d_0 = 2-10$  мм и расстоянием между опорами  $l \geq 10d_0$  или плоских образцах с высотой  $b = 1 - 3$ , шириной  $h = 3-15$  мм и  $l \geq 10h$ . Для оценки характеристик конструкционной прочности рекомендуется применять образцы большого сечения до  $30 \times 30$  мм<sup>2</sup>.

Испытания на изгиб можно проводить на любой универсальной испытательной машине, используемой для испытаний на растяжение. При этом образец устанавливают на опорную плиту в нижнем захвате и деформируют изгибающим ножом, закрепленным в верхнем захвате машины. Для уменьшения трения опоры, на которых лежит образец, часто делают из роликоподшипников. Образец изгибается при опускании верхнего или подъеме нижнего захвата. При этом на диаграммной ленте может быть записана диаграмма изгиба в координатах нагрузка  $P$  - стрела прогиба  $f$ . Для пластичного материала диаграмма изгиба выглядит так, как показано на рис. 4.13. Если материал хрупкий, то кривая обрывается в точке  $b$ . Знание величины нагрузок  $P_{\text{пл}}$ ,  $P_{\text{упр}}$ ,  $P_{\text{T}}$ ,  $P_{\text{В}}$  позволяет определять условные пределы пропорциональности, упругости, текучести и прочности при изгибе. Напряжения на стадии упругой деформации рассчитывают по обычным формулам сопротивления материалов.

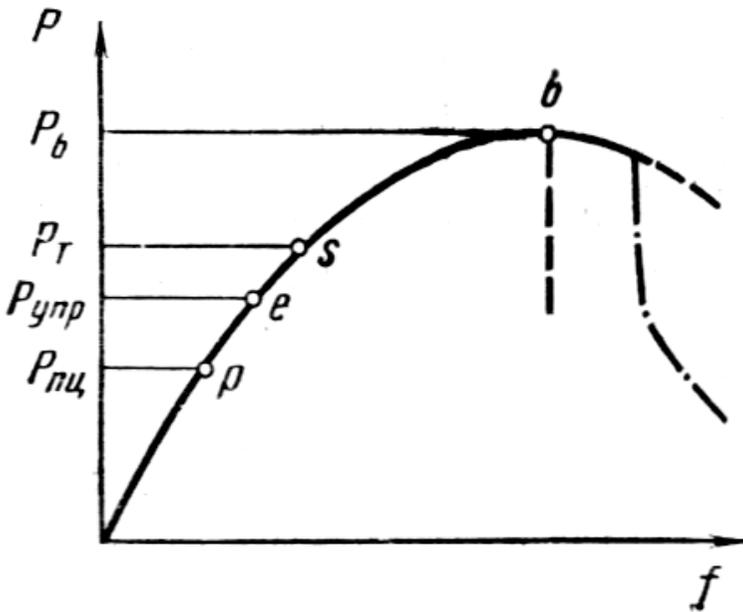


Рис. 4.13. Диаграмма изгиба

Условное нормальное напряжение в крайнем растянутом волокне  $\sigma = M/W$ , где  $M$  — изгибающий момент, а  $W$  — момент сопротивления сечения. В случае нагружения сосредоточенной силой (см. рис. 4.12, а)  $M = Pl/4$ . Для прямоугольного образца  $W = bh^2/6$ , а для цилиндрического  $W = \pi d^3/32$ , а рабочей формулой для расчета упругих напряжений при изгибе образцов прямоугольного сечения является

$$\sigma = 3Pl/2bh^2, \quad (4.9)$$

и для цилиндрических образцов

$$\sigma = 8Pl/\pi d^3. \quad (4.10)$$

По этим формулам часто рассчитывают все прочностные характеристики при изгибе. Но достаточно точные результаты получаются только при определении пределов пропорциональности и упругости.

Из-за неравномерности распределения напряжений по сечению изгибаемого образца определяют два предела текучести - номинальный и реальный. Номинальный предел текучести при изгибе рассчитывают по формулам (4.8) и (4.9), предполагая, что напряжения линейно возрастают от оси образца до его поверхности, где и достигается заданный допуск на удлинение. Реальный предел текучести определяют с учетом действительного распределения напряжений по сечению как истинное напряжение, при котором в поверхностных волокнах возникает остаточная деформация заданной величины.

Графические методы определения прочностных свойств по первичной диаграмме изгиба аналогичны применяемым при растяжении. Допуски на величину деформации задаются по величине стрелы прогиба, которая связана с относительным удлинением крайнего растянутого волокна в изогнутом образце. Для прямоугольного стержня  $f = l^2 \delta / bh$ .

Если номинальный предел текучести рассчитывается по усилию  $P_T$  на первичной диаграмме изгиба, то для определения реального предела текучести рекомендуется проводить испытание на чистый изгиб прямоугольного образца и строить диаграмму наибольшее максимальное напряжение  $S_{max}$  - максимальный сдвиг  $g_{max}$  путем последовательного пересчета из диаграмм  $P - f$  и  $M_{изг} - \delta$ :  $M_{изг} = Pl/2$ ,  $\delta = bhf/l^2$ . При этом  $S_{max} = [2(2M_{изг} + \theta d M_{изг}/d\theta)]/bh^2$ , где  $\theta$  - угол наклона касательной к упругой линии изогнутого образца,  $\theta = l\delta/h$ ;  $dM/d\theta$  - касательная к кривой  $M_{изг} = f(\theta)$ .

Реальный предел текучести  $S_{0,2}$  находят графически по диаграмме  $S_{max} - g_{max}$  при допуске, соответствующем  $\delta = 0,2 \%$ . Величина  $S_{0,2}$  при изгибе близка к  $\sigma_{0,2}$  при растяжении.

При испытаниях на изгиб, как и в случае сжатия, достаточно пластичные материалы не разрушаются. Образец при этом загибается вплоть до параллельности его частей, расположенных по обе стороны от ножа (рис. 4.14, в). Материалы, которые разрушаются при изгибе, могут предварительно деформироваться на разную величину. Разрушение может произойти в любой точке диаграммы изгиба (см. рис. 4.13). У пластически деформируемых образцов точка максимума  $b$  на диаграмме часто совпадает с появлением первой трещины. Иногда образование трещин сопровождается резкими спадами нагрузки на правой ветви диаграммы (штрихпунктир на рис. 4.13).

В качестве характеристики пластичности при изгибе, помимо  $f$ , часто используют угол загиба  $\beta$ , являющийся дополнительным до  $180^\circ$  к углу изгиба  $\alpha$  (см. рис. 4.14). Угол  $\beta$  возрастает по мере повышения деформационной способности материала, а угол  $\alpha$  уменьшается.

Простота испытания на изгиб и наглядность получаемых при этом характеристик пластичности привели к разработке ряда технологических проб, которые применяются в заводских условиях. Задача всех этих проб - оценить пластичность деформированных полуфабрикатов, отливок и изделий (листов, труб, проволоки и др.). ГОСТ предусматривает изгиб сосредоточенной силой плоских образцов из проката, поковок и отливок, помещаемых на две опоры (см. рис. 4.14, а). Критерием годности продукции может быть: а) заданный угол загиба образцов  $\beta$  (см. рис. 4.14, б); б) появление первой трещины после загиба на угол  $\beta$ , равный или больший заданного; в) возможность загиба пластины до параллельности (см. рис. 4.14, в) или соприкосновения сторон (см. рис. 4.14, г). Существуют также пробы на перегиб листа, ленты и проволоки, в которых фиксируют заданное число перегибов либо количество перегибов, после которых появились трещины или образец разрушился.

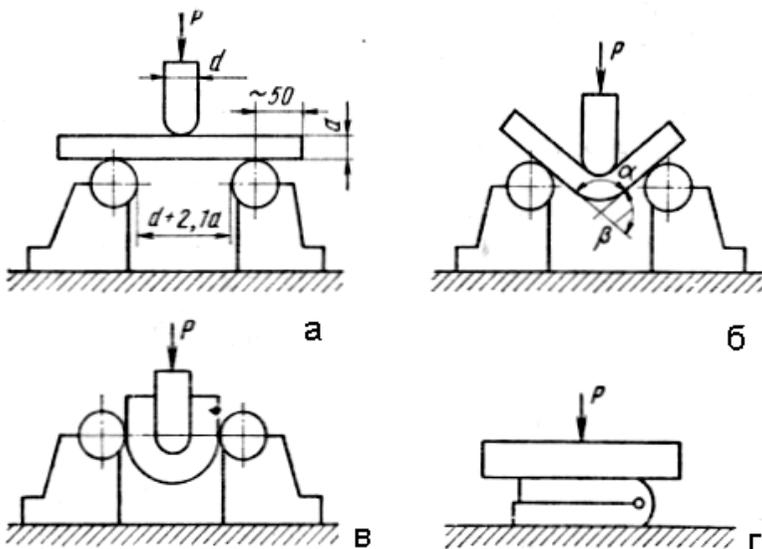


Рис. 4.14. Технологическая проба на изгиб:  
 а — образец перед испытанием; б — загиб до определенного угла; в — загиб до параллельности сторон; г — загиб до соприкосновения сторон

#### 4.6. Испытания на кручение

Кручение осуществляется двумя разными по величине и противоположно направленными крутящими моментами, которые прикладываются к концам образца в плоскостях, нормальных его продольной оси. В рабочей части образца возникает разноименное плоское напряженное состояние с коэффициентом мягкости  $\alpha \approx 0,8$ , т. е. большим, чем при растяжении. В то же время в отличие от сжатия и изгиба при испытании на кручение до разрушения можно довести любой материал.

Максимальные касательные напряжения при кручении действуют в плоскостях, перпендикулярных оси образца, наибольшие же нормальные напряжения - под углом  $45^\circ$ , причем  $S_{\max} = t_{\max}$ . В отличие от других статических испытаний гео-

метрии излома реальных образцов при кручении строго соответствует схемам в табл. 4.1, что объясняется тождеством напряженного состояния по всей длине скручиваемого образца от начала испытания до момента разрушения (при однократном скручивании). Другим важным следствием неизменности напряженного состояния является постоянство рабочей длины и поперечного сечения образца во время испытания. Описанные особенности испытания на кручение определяют их важность и распространенность на практике. Особенно часто эти испытания используют для оценки свойств материалов для валов и проволоки. Методика испытаний образцов из любых материалов диаметром не менее 5 мм стандартизована. Образцы должны иметь цилиндрическую рабочую часть и квадратные головки. Образец с диаметром рабочей части 10 и расчетной длиной 100 или 50 мм принят за нормальный. Допускается использование образцов пропорциональных, геометрически подобных нормальному, а также трубчатых.

Испытания на кручение проводят на специальных машинах, которые должны обеспечивать надежную центровку образца, плавность нагружения и отсутствие изгибающих усилий, возможность достаточно точного задания и измерения величины крутящего момента. Используются машины с горизонтальным и вертикальным расположением образца. Максимальный крутящий момент меняется от 60 Н·м до 2 МН·м.

В качестве меры деформации в процессе испытания фиксируется угол закручивания  $\varphi$ . Для точного измерения этого угла, особенно в области малых деформаций, рекомендуется использовать зеркальный прибор Маргенса или другой тензомер с большой точностью.

Зная текущие значения крутящего момента и угла закручивания, можно построить диаграмму кручения в координатах  $M_{кр} - \varphi$  (рис. 4.15). Эта диаграмма состоит из участка упругой ( $Op$ ) и пластической деформации  $pk$ . Из-за отсутствия значительного местного сужения ниспадающего участка на

диаграмме кручения не бывает, хотя после образования первых трещин деформация становится неравномерной, сосредоточиваясь вблизи излома.

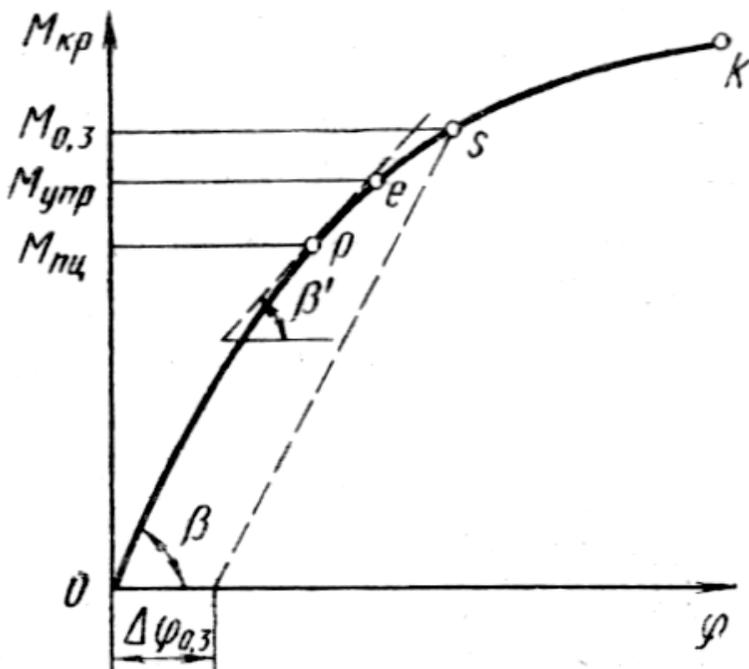


Рис. 4.15. Диаграмма кручения

По аналогии с другими статическими испытаниями при кручении определяют условные пределы пропорциональности, упругости, текучести и прочности, а также истинный предел прочности. Но все эти свойства выражают не через нормальные, а через касательные напряжения. В области упругой деформации кручением цилиндрического образца

$$\tau_{max} = M_{кр}/W = M_{кр}d/2J_p = 16M_{кр}/\pi d^3, \quad (4.11)$$

где  $d$  - диаметр рабочей части образца;  $W$  - момент сопротивления;  $J_p$  - полярный момент инерции сечения для круглого образца,  $J_p = \pi d^3/32$ .

Формула (4.11) дает хорошие результаты и в области малых пластических деформаций, но после значительного пластического течения она уже непригодна. По ней рассчитывают все перечисленные выше прочностные свойства при кручении, кроме истинного предела прочности. Последний определяют по формуле, учитывающей поправку на пластическую деформацию:

$$t_k = \frac{4}{\pi d^3} \left( 3M_{кр} + \frac{dM_{кр}}{d\theta} \right) \quad (4.12)$$

где  $M_{кр}$  - наибольший крутящий момент, предшествующий разрушению образца;  $\theta$  - удельный угол закручивания перед разрушением (в радианах на 1 мм):

$$\theta = (\varphi_1 - \varphi_2)/l_0. \quad (4.13)$$

*Предел пропорциональности* при кручении  $\tau_{пц}$  – это условное касательное напряжение, при котором отступление от линейной зависимости между напряжениями и деформациями достигает такой величины, когда тангенс угла, образуемого касательной к диаграмме кручения и осью деформаций, превышает первоначальное значение на 50 % (рис. 4.15,  $\beta$ ).

*Предел упругости* при кручении  $\tau_{упр}$  - условное касательное напряжение, при котором образец подвергается остаточной сдвиговой деформации па заданную величину. Допуск на остаточную деформацию задается по величине относительного сдвига

$$g = f[(\varphi_1 - \varphi_2)d/2l_0] \cdot 100 \%, \quad (4.14)$$

который должен быть равен 0,0045; 0,0075 или 0,016 %. За предел упругости  $\tau_{\text{упр}}$  принимают напряжение, при котором относительный сдвиг становится равным сумме сдвига в момент достижения  $\tau_{\text{пц}}$  и заданного допуска.

На стадии упругой деформации по результатам испытания на кручение может быть определен модуль сдвига:

$$G = M_{\text{кр}}l/(\varphi_1 - \varphi_2)J_p. \quad (4.15)$$

Определяемый при кручении *предел текучести* обычно условный. Это касательное напряжение, вычисляемое по формуле (4.11), которому соответствует остаточный относительный сдвиг на 0.3 % ( $\tau_{0,3}$ ), что эквивалентно удлинению  $\varepsilon = 0,2$  %.

*Условный предел прочности* при кручении  $\tau_{\text{пч}}$  соответствует моменту кручения перед разрушением, его рассчитывают без учета пластической деформации по формуле (4.11). Для определения истинного предела прочности по формуле (4.12) образец после начала пластической деформации нагружают небольшими ступенями до разрушения, измеряя  $M_{\text{кр}}$ ,  $\varphi_1$  и  $\varphi_2$  после каждой ступени. Затем вычисляют удельный угол закручивания  $\theta$  по формуле (4.13) и строят участок диаграммы кручения перед разрушением в координатах  $M_{\text{кр}} - \theta$ . По полученной кривой графически определяют величину  $dM_{\text{кр}}/d\theta$  как тангенс угла между касательной к точке, соответствующей наибольшему крутящему моменту, и осью абсцисс.

Условные пределы пропорциональности, упругости, текучести и прочности при кручении имеют физический и технический смысл, аналогичный соответствующим прочностным свойствам при других статических испытаниях для материалов, разрушающихся после сжатия и изгиба и дающих первичную диаграмму растяжения без максимума. Для материалов, в которых при растяжении образуется шейка, величины  $\tau_{\text{пч}}$  и особенно  $t_k$  являются более строгими характеристика-

ми предельной прочности в условиях кручения, чем  $\sigma_B$ ,  $S_B$  и  $S_h$  при растяжении.

Основной характеристикой пластичности при кручении является относительный сдвиг  $g$ , определяемый по формуле (4.14) в момент разрушения. Величина  $g$  при этом включает как упругую, так и остаточную деформацию. Для пластичных материалов, у которых вклад упругой деформации по сравнению с пластической относительно мал, общий сдвиг можно без большой погрешности принять за остаточный. Для малопластичных металлов и сплавов при расчете остаточного относительного сдвига необходимо вычесть из общего  $g$ , определенного по формуле (4.15), упругий сдвиг  $g_{упр} = (\tau_{пл}/G) \cdot 100\%$ .

Разновидностью испытаний на кручение является проба на скручивание проволоки диаметром  $d$  менее 10 мм. Образец длиной  $100d$  зажимается в твердых губках захватов и скручивается при вращении до разрушения.

#### 4.7. Испытания на замедленное разрушение

*Замедленным (задержанным)* называют разрушение деталей при комнатной или близкой к ней температуре через некоторое время после начала действия постоянного напряжения, которое ниже предела текучести. К такому разрушению склонны закаленные и неотпущенные стали, высокопрочные алюминиевые, титановые и другие сплавы. Склонность к замедленному разрушению усиливают водород, содержащийся в сталях и титановых сплавах, а также острые надрезы и другие концентраторы напряжений. Замедленное разрушение может произойти даже при хранении изделия, если в нем имеются остаточные напряжения (литейные, закалочные и др.).

Время до начала разрушения может колебаться от нескольких минут до нескольких месяцев и лет. В этот инкубационный период происходит зарождение и (или) докритический рост трещины. После достижения трещиной критического размера  $l_{кр}$ , зависящего от действующего растягивающего на-

пряжения, происходит ее быстрый закритический рост, и деталь растрескивается или полностью разрушается. Излом замедленного разрушения является макрорхрупким.

Испытания на замедленное разрушение проводят с использованием цилиндрических образцов, аналогичных разрывным, но имеющим посередине рабочей части острый надрез в виде кольцевой выточки (рис. 4.16). Растягивающее напряжение обычно составляет  $(0,7 - 0,9)\sigma_{0,2}$ . Нагружение образцов проводят в машинах, предназначенных для испытаний на длительную прочность, либо в специальных пружинных устройствах, схема одного из которых показана на рис. 4.17. Характеристикой замедленного разрушения является время до разрушения при заданном напряжении.

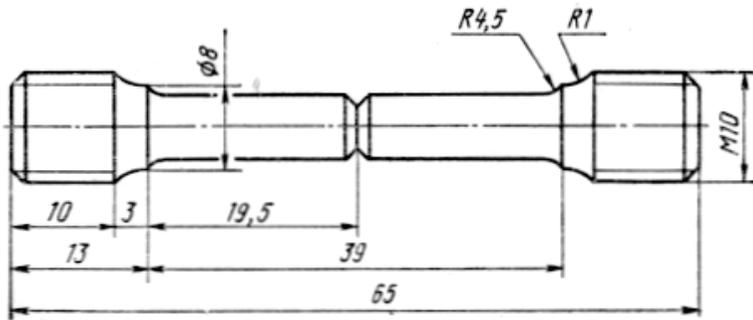


Рис. 4.16. Образец для испытания на замедленное разрушение

Время до разрушения возрастает с уменьшением напряжения, причем существует пороговое напряжение  $\sigma_{п}$ , ниже которого замедленное разрушение вообще не происходит (рис. 4.18).

#### 4.8. Испытания на ударную вязкость

Громадное число машин и конструкций подвергаются ударным нагрузкам, которые часто приводят к разрушению.

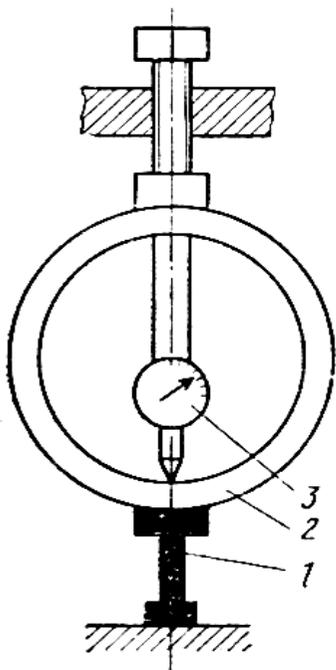


Рис. 4.17. Устройство для испытаний на замедленное разрушение: 1 – образец, 2 – динамометр, 3 – индикатор

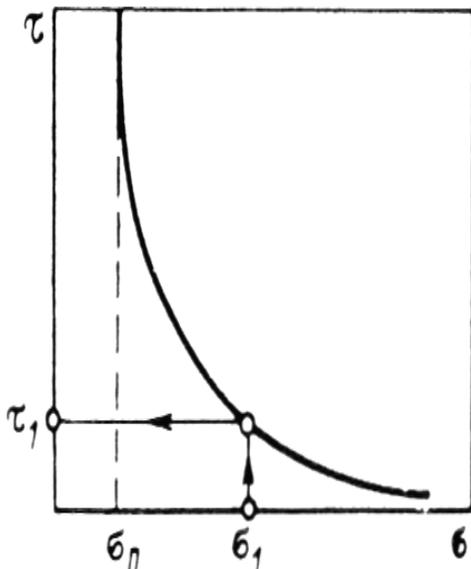


Рис. 4.18. Зависимость времени до разрушения  $\tau$  от напряжения  $\sigma$  при испытании на замедленное разрушение

Для оценки способности материала выдерживать такие нагрузки проводят испытания на ударный изгиб.

Наиболее распространенные образцы для этих испытаний имеют форму стержня длиной 55 мм с квадратным сечением 10x10 мм. В соответствии с формой нанесенного посередине надреза — концентратора напряжений образцы подразделяют на три типа: *U*, *V* и *T* (рис. 4.19). Концентратор типа *T* (трещина) получают в вершине начального надреза при циклическом изгибе образца.

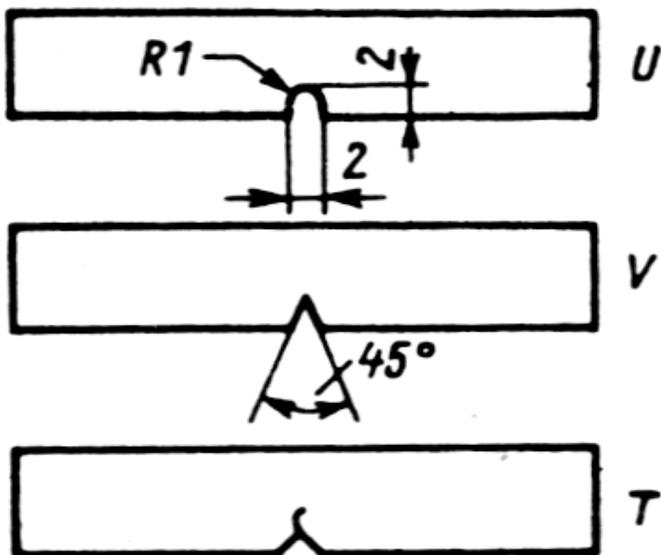


Рис. 4.19. Образцы для испытаний на ударную вязкость

Образцы с концентраторами типа *V* используют при испытаниях материалов для конструкций повышенной степени надежности (летательные аппараты, трубопроводы и пр.), а с концентраторами типа *T* — при испытании материалов особо ответственных конструкций, для которых первостепенное значение имеет сопротивление развитию трещины.

Испытания на ударную вязкость проводят на маятниковом копре при ударе маятника по образцу со стороны, противоположной концентратору напряжения (рис. 4.20). Энергию, затрачиваемую на деформацию и разрушение образца, называют *работой удара* и обозначают символом *K* с указанием вида концентратора (*KU, KV, KT*).

*Ударная вязкость* (обозначается символом *KC*) — это работа удара, отнесенная к начальной площади поперечного сечения в месте расположения концентратора:

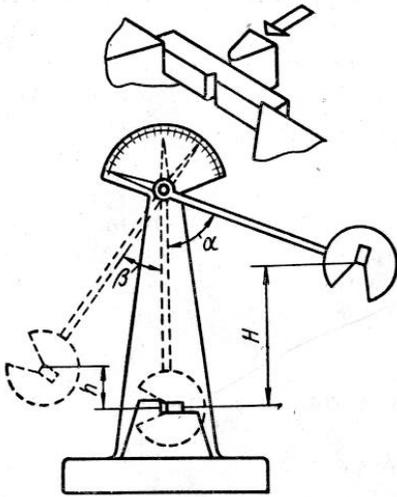


Рис. 4.20. Схема испытаний на ударную вязкость

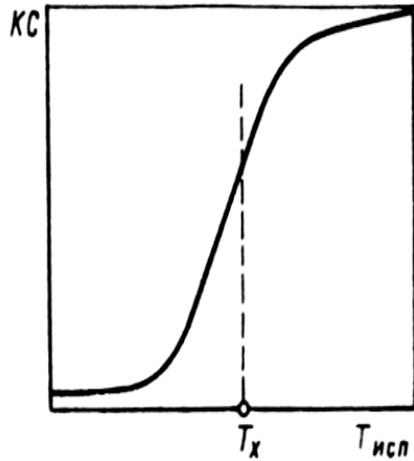


Рис. 4.21. Серийная кривая ударную вязкость

$$КС = K/F_0. \quad (4.16)$$

Размерность ударной вязкости -  $\text{Дж}/\text{см}^2$ . В зависимости от типа концентратора напряжений имеем три обозначения ударной вязкости:  $КСU$ ,  $КСV$  и  $КСТ$ .

Ударная вязкость характеризует сочетание прочностных свойств и пластичности материала. Недостаток характеристики  $КС$  — невозможность использования ее в расчетах конструкций. Но испытания на ударную вязкость отличаются простотой оборудования и малой трудоемкостью и нашли широкое применение, особенно для сравнительной оценки склонности сплавов к хрупкому разрушению. Для этого полезно проводить испытания при разных температурах, включая отрицательные, и по их результатам строить графики зависимости ударной вязкости от температуры испытания — *серийные кривые* (названы так потому, что проводят серию испытаний при разных

температурах). Для многих сплавов, особенно с о. ц. к. решеткой, характерно сильное снижение ударной вязкости при понижении температуры, происходящее в сравнительно узком интервале температур (рис. 4.21), что связано с переходом от вязкого разрушения к хрупкому.

Для оценки условной *температуры перехода* из вязкого состояния в хрупкое  $T_x$ , называемой также *порогом хладноломкости*, используют разные критерии: температуру достижения определенного уровня ударной вязкости (например, 30 Дж/см<sup>2</sup> у сталей), температуру середины переходного интервала или температуру, при которой 50 % излома занято вязкой составляющей. Материалы, предназначенные для производства изделий, эксплуатируемых на севере, должны обладать возможно более низкой температурой  $T_x$ .

#### 4.9. Испытания на усталость

Детали машин и транспортные конструкции чаще всего находятся под действием нагрузок, которые циклически изменяются либо по величине, либо и по величине, и по знаку. Типичные примеры - коленчатые валы, оси железнодорожных вагонов, лопатки турбин. В этих условиях развивается явление, называемое *усталостью металла*. Под усталостью понимают процесс постепенного накопления повреждений материала под действием циклически изменяющихся напряжений, приводящий к образованию трещин, их развитию и разрушению изделия. До 90 % повреждений деталей при эксплуатации связано с усталостью. Особая опасность усталости состоит в том, что хотя она развивается во времени с увеличением числа циклов изменения напряжений, но это развитие внешне может быть незаметным, а разрушение детали происходит внезапно и при условном напряжении, значительно меньшем предела текучести. Усталостная трещина зарождается, как правило, у поверхности изделия, где действуют максимальные растягивающие напряжения, и постепенно развивается в глубину

изделия. Она развивается сравнительно долго, а затем в оставшемся живом сечении происходит быстрое разрушение - чаще всего хрупкое, так как усталостная трещина играет роль глубокого и острого надреза.

При испытаниях на усталость используют разные схемы нагружения образца. Простейшая из них - поперечный изгиб при вращении с консольным нагружением (рис. 4.22). Образец одним концом жестко укреплен во вращающемся патроне, а к свободному концу образца приложена нагрузка  $P$ . В верхней половине сечения образца действуют растягивающие напряжения, а в нижней - сжимающие. При вращении образца на пол-оборота напряжения в соответствующих объемах образца меняют знак на обратный. Существуют и другие схемы нагружения, создающие разные типы циклического изменения напряжений. Циклы напряжений могут быть знакопостоянными, когда напряжения изменяются только по величине (рис. 4.23, кривая 1) и знакопеременными (кривая 2). Характеристикой цикла является коэффициент асимметрии  $R = \sigma_{\min}/\sigma_{\max}$  (со знаком). Большинство испытаний на усталость проводят с использованием симметричных циклов напряжений, у которых максимальное и минимальное напряжения равны по величине, но противоположны по знаку (см. рис. 9.12, кривая 2,  $R = -1$ ).

При заданном максимальном напряжении цикла испытания проводят до разрушения образца. *Циклической долговечностью*  $N$  называют число циклов напряжений, выдержанных образцом до разрушения. С уменьшением максимального напряжения цикла долговечность возрастает. График в полулогарифмических координатах  $\sigma_{\max} - \lg N$  называют *кривой усталости* (рис. 4.24). У сталей и некоторых других сплавов ниже определенного значения  $\sigma_{\max}$  разрушения не происходит при любом числе циклов (см. горизонтальный участок на кривой 1). Это напряжение называют *физическим пределом выносливости*.

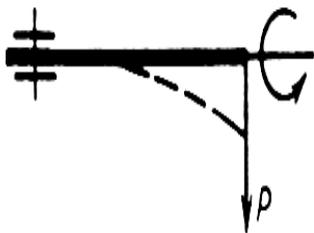


Рис. 4. 22. Схема консольного нагружения при испытании на усталость

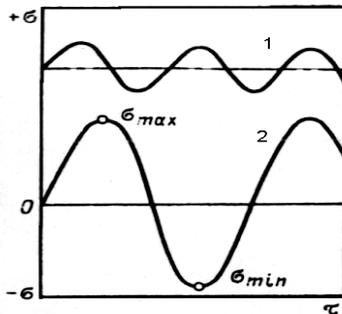


Рис. 4.23. Два типа циклов нагружения:

- 1 – знакопостоянный;
- 2 - знакопеременный

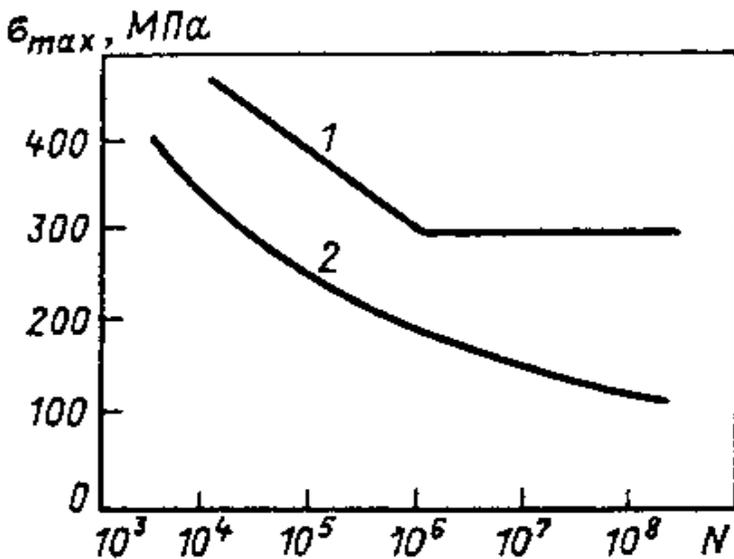


Рис. 4.24. Кривые усталости для углеродистой стали (1) и алюминиевого сплава АК8 (2)

Предел выносливости обозначают символом  $\sigma_{-1}$ , где R - коэффициент асимметрии цикла. Следовательно, предел выносливости при испытаниях с симметричным знакопеременным циклом напряжений обозначают символом  $\sigma_{-1}$ . Это наиболее частая характеристика сопротивления усталости в справочниках о свойствах сплавов.

У большинства цветных металлов на кривых усталости нет горизонтального участка. Для таких материалов определяют *ограниченный предел выносливости* - максимальное напряжение цикла, которое образец выдерживает без разрушения в течение заданного числа циклов нагружения. Это число циклов называют базой испытания. Для легких сплавов ГОСТ рекомендует базу испытаний в  $100 \cdot 10^6$  циклов, а при определении физического предела выносливости сталей -  $10 \cdot 10^6$  циклов.

Для некоторых материалов испытания проводят на малоцикловую усталость (МЦУ), база которых не превышает  $5 \cdot 10^4$  циклов. Характеристикой МЦУ служит циклическая долговечность при заданном значении  $\sigma_{max}$ .

#### **4.10. Испытания на жаропрочность**

По мере развития техники все большее число деталей, машин и механизмов работает при повышенных температурах. Лопатки турбин, обшивка фюзеляжа и крыльев самолетов, нагруженные клапаны мощных двигателей, узлы атомных реакторов - это лишь отдельные примеры таких деталей. Надежность их работы определяется *жаропрочностью* металлических материалов, из которых они изготовлены. Жаропрочность - это способность металлов работать под напряжением в условиях повышенных температур без заметной остаточной деформации и разрушения.

Для количественной оценки характеристик жаропрочности металлов и сплавов используют несколько методов механических испытаний. Наиболее важные из них - испытания на пол-

зучесть и длительную прочность, проводимые обычно по схеме одноосного растяжения.

#### 4.10.1. Явление ползучести

При рассмотрении пластической деформации и деформационного упрочнения подразумевалось, что каждому значению напряжения соответствует определенная деформация. На самом же деле любой материал под действием постоянного напряжения может в определенных условиях деформироваться с течением времени. Явление непрерывной деформации под действием постоянного напряжения называется ползучестью.

В зависимости от температуры и уровня приложенного напряжения ползучесть протекает по разным законам. Наиболее известны четыре вида ползучести, области реализации которых в функции температуры и напряжения приведены на рис. 4.25. Чтобы сделать эту диаграмму применимой для разных металлов и сплавов, по оси абсцисс отложена гомологическая температура, а по оси ординат — отношение приложенного напряжения сдвига к модулю сдвига ( $t/G$ ).

При напряжениях ниже критического напряжения сдвига  $t_{кр}$  протекает неупругая обратимая ползучесть, связанная с упругим последствием. Поскольку неупругая ползучесть обратима, она обычно не опасна для конструкций, и поэтому специальных испытаний на ползучесть при напряжениях ниже  $t_{кр}$  не проводят.

При напряжениях выше  $t_{кр}$  в области относительно низких температур идет логарифмическая, а при высоких ( $>0,4 - 0,6 T_{пл}$ ) - так называемая высокотемпературная ползучесть. Отметим, что низко- и высокотемпературная ползучесть могут протекать при напряжениях, значительно меньших макроскопического предела текучести поликристаллического материала. Для практики наиболее важна высокотемпературная ползучесть. Стандартные испытания проводят именно в этой облас-

ти. Наконец, при высоких температурах ( $>0,5 - 0,8 T_{пл}$ ) и низких напряжениях реализуется диффузионная ползучесть.



Рис. 4.25. Диаграмма основных видов ползучести

Основным первичным результатом испытания на ползучесть при заданной температуре и постоянном  $t_{кр}$  является кривая ползучести в координатах: относительная деформация - время, которую строят по данным систематического измере-

ния деформации (обычно относительного удлинения  $\delta$  образца в процессе испытания). Изменение характера кривых ползучести с повышением температуры испытания при постоянном напряжении показано на рис. 4.26. Кривая типа  $OAB$  получается при низкотемпературной (логарифмической) ползучести,  $OA'B'CD$  и  $OA''C$  - при высокотемпературной.

#### 4.10.2. Испытания на ползучесть

Для оценки поведения металлов и сплавов в условиях ползучести проводят различные испытания. Обычно в этих испытаниях реализуются условия высокотемпературной и диффузионной ползучести, так как их ведут при температурах выше  $0,4-0,6 T_{пл}$ , соответствующих рабочим температурам жаропрочных металлических материалов.

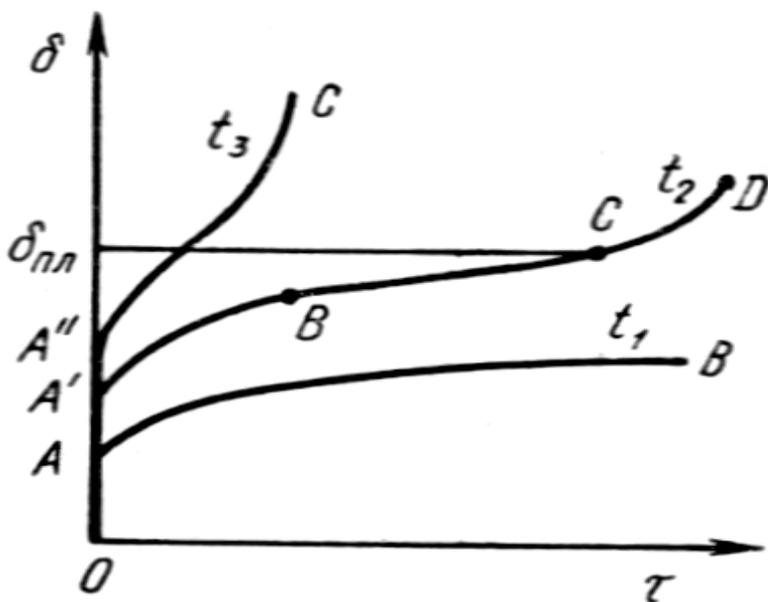


Рис. 4.26. Кривые ползучести при разных температурах

Основной целью стандартных испытаний на ползучесть при растяжении является определение *предела ползучести* материала. Предел ползучести - это наибольшее условное растягивающее напряжение, при котором скорость или деформация ползучести за определенное время достигают заданной величины. В случае высокотемпературной ползучести имеется в виду скорость на установившейся стадии.

Если допуск дается по скорости ползучести, то предел ползучести обозначается буквой  $\sigma$  с двумя индексами - нижний соответствует заданной скорости ползучести (%/ч), а верхний - температуре испытания ( $^{\circ}\text{C}$ ). Например,  $\sigma_{1-10^{-4}}^{1100}$  - это предел ползучести при  $1100^{\circ}\text{C}$  и  $v_n = 1 \cdot 10^{-4}$  %/ч. Если задается относительное удлинение и время его достижения, то в обозначение предела ползучести вводят три индекса: один верхний соответствует температуре испытания, а два нижних - деформации и времени. Например,  $\sigma_{1/1000}^{800}$  - предел ползучести при  $800^{\circ}\text{C}$ , когда  $\delta = 1$  % достигается за 1000 ч.

Испытания проводят на образцах с круглым или прямоугольным сечением рабочей части. Цилиндрический образец имеет диаметр 10 и расчетную длину 100 или 200 мм, плоский - ширину 15 и расчетную длину 100 мм. Допускается использование других образцов с диаметром  $d_0 \geq 5$  мм и расчетной длиной  $l_0 = 5d_0$  или  $10d_0$ . Форма и размеры головок определяются конструкцией захватов испытательной машины и необходимостью крепления тензометра. Как и при кратковременных высокотемпературных испытаниях на растяжение, головки делают резьбовыми, что обеспечивает наиболее прочное крепление образца в захватах.

Во многих машинах во время испытания постоянной поддерживается нагрузка, а не напряжение, которое со временем может несколько повышаться из-за сужения образца. Для обеспечения постоянства напряжения необходимо использовать специальные устройства, автоматически уменьшающие нагрузку по мере удлинения образца, например фигурный ры-

чаг, плечо которого меняется в зависимости от удлинения образца.

Испытания химически активных, в частности тугоплавких металлов и сплавов, проводят в вакуумных печах или в инертной атмосфере. При температурах выше 1500 К точность ее поддержания получается не меньше  $\pm 10$  К. Удлинение образца замеряют с точностью не менее 0,002 мм, используя специальные индикаторы с ценой деления 0,001 мм, катетометры, тензометры и другие измерители деформации.

При определении предела ползучести допуск на удлинение составляет от 0,1 до 1 % за 100, 300, 500 или 1000 ч. В некоторых случаях, например для жаропрочных материалов, используемых в энергомашиностроении, это время может быть больше, вплоть до 100000 ч. Задаваемая скорость ползучести в большинстве случаев колеблется в пределах  $10^{-3}$ – $10^{-6}$  %/ч, чаще всего  $10^{-4}$ – $10^{-5}$  %/ч.

Кривая ползучести при высокой температуре имеет вид, подобный  $OA'B'CD$  на рис. 4.26. Для расчета предела ползучести испытывают как минимум четыре образца при разных нагрузках (напряжениях). Для сокращения времени испытаний эти напряжения выбирают заведомо больше предела ползучести. Испытания прекращают на стадии установившейся ползучести, когда ее длительность будет достаточной для точного определения  $v_{п-уст}$ . Это условие необходимо, поскольку допуск при определении предела высокотемпературной ползучести часто дается именно по величине  $v_{п-уст}$ . По ГОСТу продолжительность испытания для определения предела ползучести с допуском по скорости установившейся ползучести должна быть не менее 2000—3000 ч, причем не менее 500 ч должно приходиться на установившуюся стадию.

Получают серию первичных кривых ползучести при разных напряжениях (рис. 4.27, а) и для каждой из них подсчитывают  $v_{л-уст}$ . Затем в логарифмических координатах строят зависимость скорости установившейся ползучести от напряжения. Исходя из теоретического уравнения ползучести, эта зависи-

мость должна быть линейной (см. рис. 4.27, б). Продолжая прямую, построенную по экспериментальным точкам при относительно высоких  $\sigma$  (до заданного значения  $\nu_{п-уст}$ ), определяют предел ползучести.



Рис. 4.27. Схема определения предела ползучести:  
 а – кривые ползучести, б – зависимость скорости установившейся ползучести от напряжения

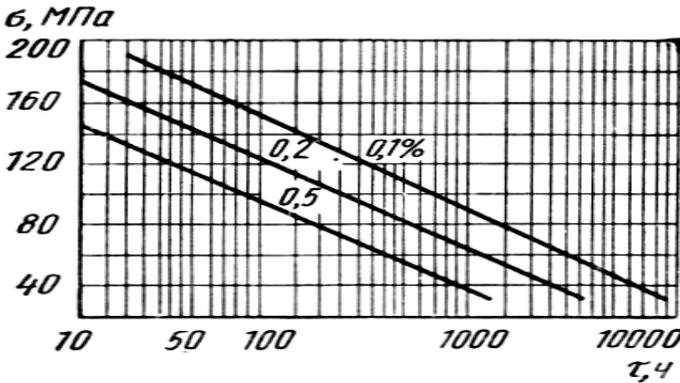


Рис. 4.28. Зависимость времени достижения заданной деформации ползучести от напряжения

Если допуск задается по величине удлинения за определенное время, то по первичным кривым ползучести строят зависимости времени достижения заданного значения  $\delta$  от напряжения (рис. 4.28) и по ней определяют предел ползучести.

### 4.10.3. Испытания на длительную прочность

Предел ползучести характеризует напряжение, под действием которого материал может длительное время работать, не подвергаясь значительной деформации. Однако он ничего не говорит о сопротивлении материала разрушению при длительном воздействии температуры и напряжения. Для оценки этой сопротивляемости проводят специальные испытания на длительную прочность. В результате испытаний определяют *предел длительной прочности* - условное наибольшее напряжение, под действием которого материал при данной температуре разрушается.

Методика проведения испытания близка к методике испытаний на ползучесть. Используются те же схемы нагружения (обычно растяжение) и те же испытательные машины. Основные цилиндрические образцы стандартизованы. Они должны иметь рабочую часть диаметром  $d_0 = 5, 7$  или  $10$  мм и расчетную длину  $l_0 = 5d_0$  или  $10d_0$ . Допускаются другие пропорциональные образцы, но их диаметр должен быть не меньше  $3$  мм. У плоских образцов  $l_0 = 5,65 \sqrt{F_0}$ , где  $F_0$  - начальная площадь поперечного сечения. Конструкция головок и способ их крепления в захватах аналогичны применяемым при испытаниях на ползучесть.

Помимо гладких, используют образцы с надрезом, чаще всего V-образным кольцевым с углом раскрытия  $60$  или  $45^\circ$ .

Для определения предела длительной прочности необходимо провести испытание нескольких, по крайней мере пяти-шести образцов при разных напряжениях. Основным результатом испытания каждого образца является время до раз-

рушения  $\tau_p$  при заданном напряжении  $\sigma$ . Связь между  $\tau_p$  и  $\sigma$  хорошо аппроксимируется уравнением

$$\tau_p = B\sigma^m, \quad (4.17)$$

где  $B$  и  $m$  — коэффициенты.

В логарифмических координатах эта зависимость прямолинейна и, следовательно, дает возможность экстраполировать результаты на более длительное время. Определив время до разрушения образцов, находившихся под напряжением, заведомо большим предполагаемого предела длительной прочности (чтобы сократить время испытания), строят по экспериментальным точкам прямую  $\lg \sigma - \lg \tau_p$  и после ее экстраполяции до заданного времени оценивают величину этого предела (рис. 4.29). По стандарту рекомендуемый допуск составляет от 50 до 10000 ч и определяется, как и в случае предела ползучести, требованиями к испытываемому материалу.

Иногда зависимость  $\lg \sigma - \lg \tau_p$  характеризуется точкой перелома (см. рис. 4.29, кривая 2). Она соответствует переходу от внутрикристаллитного или смешанного разрушения к полностью межкристаллитному разрушению при низких напряжениях. В таких случаях экстраполяцию можно проводить, если надежно установлен наклон прямой в области межкристаллитного разрушения.

Обработку первичных результатов испытаний и определение предела длительной прочности, как и предела ползучести, следует проводить с использованием статистических методов. В частности, построение прямых в логарифмических координатах нужно выполнять методом наименьших квадратов с оценкой величины доверительного интервала.

Обозначение предела длительной прочности  $\sigma$  сопровождают двумя индексами: вверху записывают температуру испытания, °С, внизу - заданную долговечность, ч. Например,  $\sigma_{1000}^{900}$  - предел 1000-ч прочности при 900 °С.

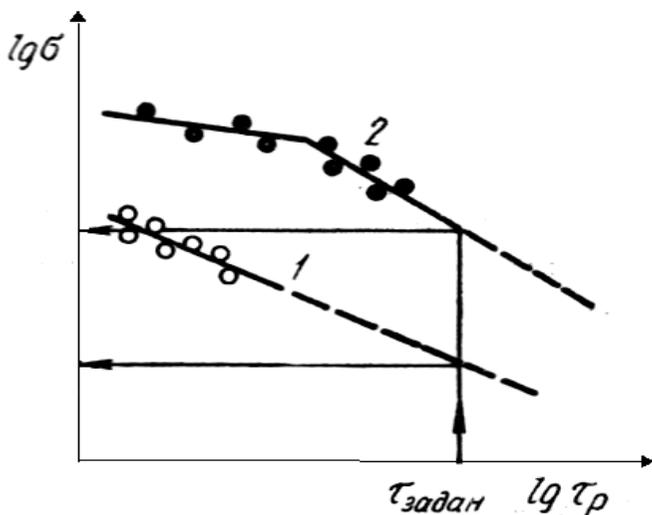


Рис. 4.29. Схема определения предела длительной прочности

Помимо предела длительной прочности, в этих испытаниях оценивают характеристики пластичности - относительное удлинение и сужение. Часто деформация фиксируется и в процессе испытания. В результате может быть построена полная кривая ползучести, а по ней определена величина относительного удлинения к концу стадии установившейся ползучести. Эту величину считают характеристикой запаса длительной пластичности материала, она обычно значительно меньше конечного удлинения на стадии разрушения.

При высокотемпературных испытаниях на длительную прочность, когда образцы доводят до разрушения, каждый из них последовательно проходит все три стадии ползучести и величина предела длительной прочности определяется поведением материала на всех стадиях, в том числе на стадии разрушения. Факторы, препятствующие развитию пор и трещин, способствуют повышению предела длительной прочности. Та-

ким образом, предел длительной прочности характеризует способность материала противостоять разрушению при длительном воздействии температуры и напряжения.

#### 4.11. Испытания на релаксацию напряжений

Релаксацией называют самопроизвольное уменьшение напряжений в материале при неизменном значении величины его общей деформации. Это вызвано переходом упругой деформации в пластическую.

При испытаниях на релаксацию оценивают уменьшение макронапряжений во всем образце. Типичным примером детали, работающей в условиях релаксации напряжений, является болт фланцевого соединения. Плотность этого соединения определяется усилием натяга болта, который создается вследствие упругой деформации болта. С течением времени натяг болта (уровень напряжений) ослабевает, так как часть упругой деформации переходит в пластическую.

Испытания на релаксацию проводят по схемам растяжения, изгиба и кручения.

Широкое распространение получил метод И. А. Одингга, где релаксация оценивается на кольцевых образцах, расчетная часть которых *ВЛВ* (рис. 4.30) имеет равное сопротивление изгибу. Напряжение в образце создается установкой клина *К* в прорезь *СС*. Утолщенные части образца *ВС* и *ВС* в релаксации не участвуют. Они только передают усилие от клина к расчетной части кольца. Величина создаваемых там напряжений определяется толщиной клина *t*. Она больше ширины прорези, поэтому общая начальная деформация  $e_0 = t - a$ , а начальное напряжение в наружных волокнах расчетной части  $\sigma_0 = Eae_0$ , где *E* - модуль нормальной упругости; *A* - коэффициент, связанный с перемещением утолщенных концов кольца в процессе деформации, равный 0,000583 мм.

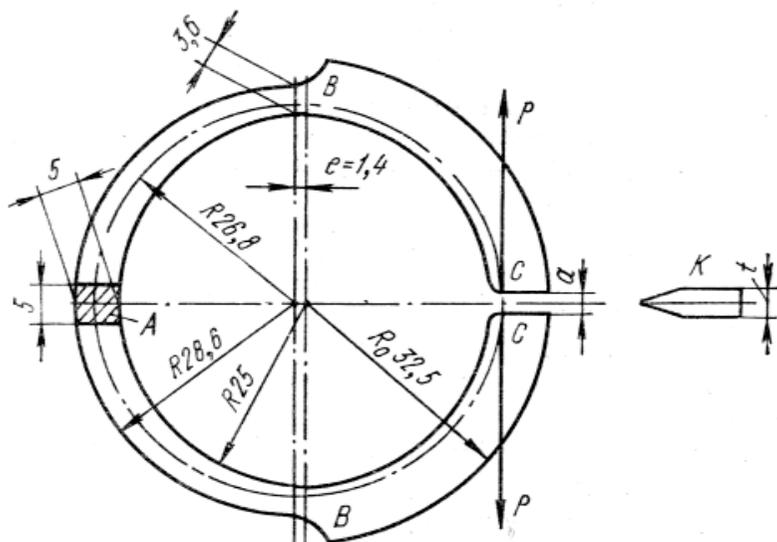


Рис. 4.30. Кольцевой образец для испытания на релаксацию напряжений

После выдержки образца в печи при заданной температуре в течение определенного времени его вынимают, охлаждают, удаляют клин из прорези и измеряют ширину  $CC$ , которая теперь меньше  $a$ . Величина остаточного напряжения  $\sigma_0 \Delta a_{\text{ост}} = E A \Delta e$ , где  $\Delta e$  - разница между получаемой после испытания деформацией и  $e_0$ . После этого рассчитывают величину релаксации напряжений  $\Delta \sigma = \sigma_0 - \sigma_{\text{ост}}$ . По результатам измерений  $\Delta \sigma$  в функции времени выдержки образца в печи строят кривую релаксации. В качестве характеристики релаксационной стойкости принимают величину падения напряжения  $\Delta \sigma$  за заданное время (200—3000ч).

#### 4.12. Методы измерения твердости

Под твердостью понимается свойство поверхностного слоя материала сопротивляться упругой и пластической деформации.

ции или разрушению при местных контактных воздействиях со стороны другого, более твердого и не получающего остаточной деформации тела (индентора) определенной формы и размера. В разных методах и при различных условиях проведения испытания числа твердости могут характеризовать упругие свойства, сопротивление малым или большим пластическим деформациям, сопротивление материала разрушению.

По широте применения испытания на твердость, особенно при комнатной температуре, конкурируют с наиболее распространенными испытаниями на статическое растяжение. Это объясняется простотой, высокой производительностью, отсутствием разрушения образца, возможностью оценки свойств отдельных структурных составляющих и тонких слоев на малой площади, легко устанавливаемой связью результатов определения твердости с данными других испытаний.

Способы определения твердости делят на статические и динамические - в зависимости от скорости приложения нагрузки, а по способу ее приложения - на методы вдавливания и царапания. Наиболее распространены методы, в которых используется статическое вдавливание индентора нормально поверхности образца.

Во всех методах испытания на твердость очень важно правильно подготовить поверхностный слой образца. Он должен по возможности полно характеризовать материал, твердость которого необходимо определить. Все поверхностные дефекты (окалина, выбоины, вмятины, грубые риски и т. д.) должны быть удалены. Требования к качеству испытываемой поверхности зависят от применяемого индентора и величины прилагаемой нагрузки. Чем меньше глубина вдавливания индентора, тем выше требуется чистота поверхности и тем более строго нужно следить, чтобы свойства поверхностного слоя не изменились вследствие наклепа или разогрева при шлифовании и полировке.

Нагрузка прилагается по оси вдавливаемого индентора перпендикулярно к испытываемой поверхности. Для соблюдения

этого условия плоскость испытываемой поверхности образца должна быть строго параллельна опорной поверхности. Неплоские образцы крепят на специальных опорных столиках, входящих в комплект твердомеров.

Определяя твердость всеми методами (кроме микротвердости), измеряют суммарное сопротивление металла внедрению в него индентора, усредняющее твердость всех имеющихся структурных составляющих. Поэтому получающийся после снятия нагрузки отпечаток должен быть по размеру значительно больше размеров зерен отдельных структурных составляющих (диаметр или длина диагонали отпечатков при измерении твердости меняется от 0,1-0,2 до нескольких миллиметров). Неизбежные различия в структуре разных участков образца приводят к разбросу значений твердости, который тем больше, чем меньше размер отпечатка.

#### 4.12.1. Твердость по Бринеллю

При стандартном измерении твердости по Бринеллю стальной шарик диаметром  $D$  вдавливают в испытываемый образец под приложенной определенной время нагрузкой  $P$ ; после снятия нагрузки измеряют диаметр  $d$  оставшегося на поверхности образца отпечатка.

Диаметр отпечатка получается тем меньше, чем выше сопротивление материала образца деформации, производимой индентором. Число твердости по Бринеллю (НВ) есть отношение нагрузки  $P$ , действующей на шаровой индентор диаметром  $D$ , к площади  $F$  шаровой поверхности отпечатка:

$$\text{НВ} = P/F = P / \left[ \frac{\pi D}{2} \left( D - \sqrt{D^2 - d^2} \right) \right]. \quad (4.18)$$

При определении твердости по Бринеллю шариком с  $D = 10$  мм под нагрузкой  $P = 30$  кН и времени выдержки  $\tau = 10$  с число твердости записывают так: НВ 400, НВ 250, или НВ = 30000 МПа. При использовании других условий испытания

индекс НВ дополняют цифрами, указывающими диаметр использованного шарика, мм, нагрузку, кгс, и продолжительность выдержки, с. Например, НВ 5/750/30-350 - это число твердости по Бринеллю (350), полученное при вдавливании шарика с  $D = 5$  мм нагрузкой  $P = 750$  кгс (7500 Н) в течение  $\tau = 30$  с.

Твердость по Бринеллю определяют при помощи шарового индентора диаметром 2,5; 5 или 10 мм. Инденторы изготавливают из стали с твердостью не менее 8500 МПа. Методом Бринелля можно испытывать материалы с твердостью от НВ 8 до НВ 450. При большей твердости образца шарик-индентор остаточной деформируется на величину, превышающую стандартизованный допуск.

Из формулы (4.18) следует, что для получения одинаковых значений НВ одного и того же образца при использовании шариков разного диаметра необходимо постоянство отношений  $P/D^2$  и  $d/D$  (условие геометрического подобия отпечатков при использовании шарового индентора). Но на практике такого постоянства добиться невозможно. Отношение  $d/D$  поддерживают в пределах 0,2—0,6. Для получения отпечатка оптимальных размеров необходимо правильно подобрать соотношение между нагрузкой и диаметром шарика. Рекомендуемые нагрузки и диаметры шариков для определения НВ различных металлических материалов приведены в табл. 4.2.

Рекомендуемое время выдержки образца под нагрузкой для сталей 10 с, для цветных металлов и сплавов 30 (при  $P/D^2 = 10$  и 30) или 60 с (при  $P/D^2 = 2,5$ ). Зная заданные при испытании  $P$  и  $D$  и измерив  $d$ , находят число твердости НВ по стандартным таблицам.

Для многих металлов и сплавов между НВ и  $\sigma_B$  существует линейная связь:  $\sigma_B = x \cdot HB$ . В табл. 4.3 приведены значения коэффициента  $x$  для различных материалов. Там же приведено значение  $d/D$  и средняя степень деформации в лунке  $\Psi_{вд}$ , соответствующая этому отношению, а также величина равномер-

ной деформации  $\psi_{\text{равн}}$ , соответствующая временному сопротивлению для каждой группы сплавов.

Таблица 4.2

Нагрузки ( $P$ ) и диаметры ( $D$ ) шариков, рекомендуемых для испытания твердости по Бринеллю

P, Н	D, мм			Примечание
	10	5	2,5	
30 D <sup>2</sup>	30000	7500	1875	Материалы с HB 130-450 (стали, чугуны, высокопрочные сплавы на основе титана, никеля, меди, алюминия)
10 D <sup>2</sup>	10000	2500	625	Материал с HB 35—130 (алюминиевые сплавы, латуни, бронзы)
5 D <sup>2</sup>	5000	1250	312,5	Алюминий, магний, цинк, латуни
2,5D <sup>2</sup>	2500	625	156,25	Подшипниковые сплавы
1,25D <sup>2</sup>	1250	312,5	78,125	Свинец, олово, припой
0,5D <sup>2</sup>	500	125	31,25	Мягкие металлы при повышенных температурах

Видно, что деформация в лунке  $\psi_{\text{вд}}$  для чугунов, титановых и литейных алюминиевых сплавов значительно больше, чем  $\psi_{\text{равн}}$  при растяжении. У высокопрочных сталей  $\psi_{\text{вд}} \approx \psi_{\text{равн}}$ , а для аустенитных сталей и латуни  $\psi_{\text{вд}} < \psi_{\text{равн}}$ . Таким образом, разница в значениях коэффициента пропорциональности между твердостью по Бринеллю и временным сопротивлением у разных материалов связана с тем, что они сопоставляются не при одинаковой степени деформации. Если же  $\psi_{\text{вд}} \approx \psi_{\text{равн}}$ , как у высокопрочных сталей, то  $x=0,33$ . У материалов с  $\psi_{\text{вд}} > \psi_{\text{равн}}$   $x$

$< 0,33$ , а если  $\Psi_{вд} < \Psi_{равн}$ , то  $x > 0,33$ . Коэффициент пропорциональности  $x$  тем больше, чем меньше степень равномерной деформации. Он зависит также от упругих констант материала. Величина  $x$  для большинства деформируемых алюминиевых сплавов примерно постоянна и близка к 0,25, для сталей  $x \approx 0,35$ , для меди  $\sim 0,48$  и т. д.

Таблица 4.3

Материал	$x$	$d/D$	$\Psi_{вд}$ , %	$\Psi_{равн}$ , %
Чугуны	0,15	0,4	8	1
Литейные алюминиевые сплавы	0,25	0,45	10	2
Деформируемые алюминиевые сплавы	0,38	0,4	8	15
Титановые сплавы	0,3	0,4	8	3
Стали:				
высокопрочные	0,33	0,33	5	5
малоуглеродистые	0,33	0,45	10	15
Аустенитные стали и латуни	0,45	0,4	8	30

У малопластичных металлов и сплавов корреляция  $HВ$  и  $\sigma_{в}$  может отсутствовать: высокая твердость часто сочетается с низким пределом прочности. Это вполне естественно, если учесть совершенно разный физический смысл этих характеристик для хрупких материалов. Предел прочности таких материалов близок к истинному сопротивлению разрушению, а  $HВ$  остается критерием сопротивляемости значительной пластической деформации в условиях более мягкой схемы напряженного состояния.

#### 4.12.2. Твердость по Виккерсу

Этот метод второй по распространенности после метода Бринелля. При стандартном измерении твердости по Виккерсу в поверхность образца вдавливают алмазный индентор в форме четырехгранной пирамиды с углом при вершине  $\alpha \approx 136^\circ$ . После удаления нагрузки  $P = 10 - 1000$  Н, действовавшей определенное время (10 – 15 с), измеряют диагональ отпечатка  $d$ , оставшегося на поверхности образца. Число твердости HV (записываемое по ГОСТу без единиц измерения, например 230 HV) определяют делением нагрузки в килограммах на площадь боковой поверхности полученного пирамидального отпечатка  $F = (d^2/2) (1/\sin \alpha/2)$ , мм<sup>2</sup>:

$$HV = (2P \sin \alpha/2)/d^2 = 1,854P/d^2. \quad (4.19)$$

Если число твердости выражают в МПа, то после него указывают единицу измерения (например, HV = 3200 МПа).

Измерив диагональ  $d$  восстановленного отпечатка и зная использованную нагрузку  $P$ , можно найти число твердости по специальным таблицам, составленным с использованием формулы (4.19).

Относительно небольшие нагрузки и малая глубина вдавливания индентора обуславливают необходимость более тщательной подготовки поверхности, чем при измерении твердости по Бринеллю. Образцы для замера твердости HV, как правило, отполированы, и их поверхность свободна от наклепа.

Обычно  $d < 1$  мм, т. е. размеры отпечатка при определении твердости по Виккерсу, как правило, значительно меньше, чем в методе Бринелля. При грубой структуре образца это может вызвать большой разброс значений HV в разных точках образца по сравнению с разбросом HB. Для получения достоверных средних значений HV приходится делать на каждом образце не менее пяти - десяти замеров.

Физический смысл числа твердости по Виккерсу аналогичен  $HV$ , величина  $HV$  тоже является усредненным условным напряжением в зоне контакта индентор - образец и характеризует обычно сопротивление материала значительной пластической деформации.

Числа  $HV$  и  $HV$  близки по абсолютной величине. Это обусловлено равенством угла при вершине пирамиды углу между касательными к шарика для случая «идеального» отпечатка с  $d=0,375 D$ . Однако  $HV \approx HV$  только до 400 - 450  $HV$ . Выше этих значений метод Бринелля дает искаженные результаты из-за остаточной деформации стального шарика. Алмазная же пирамида в методе Виккерса позволяет определять твердость практически любых металлических материалов. Еще более важное преимущество этого метода – геометрическое подобие отпечатков при любых нагрузках. Поэтому возможно строгое количественное сопоставление чисел твердости  $HV$  любых материалов, испытанных при различных нагрузках.

#### 4.12.3. Твердость по Роквеллу

При измерении твердости по Роквеллу индентор - алмазный конус с углом при вершине  $120^\circ$  и радиусом закругления 0,2 мм или стальной шарик диаметром 1,5875 мм (1/18 дюйма) - вдавливаются в образец под действием двух последовательно прилагаемых нагрузок: предварительной  $P_0$  и общей  $P = P_0 + P_1$ , где  $P_1$  — основная нагрузка. Число твердости по Роквеллу измеряют в условных единицах, оно является мерой глубины вдавливания индентора под определенной нагрузкой.

Схема определения твердости по Роквеллу при вдавливании алмазного конуса приведена на рис. 4.31. Сначала индентор вдавливаются в поверхность образца под предварительной нагрузкой  $P_0 = 100$  Н, которая не снимается до конца испытания. Это обеспечивает повышенную точность испытания, так как исключает влияние вибраций и тонкого поверхностного слоя. Под нагрузкой  $P_0$  индентор погружается в обра-

зец на глубину  $h_0$ . Затем на образец подается полная нагрузка  $P = P_0 + P_1$  и увеличивается глубина вдавливания. Последняя после снятия основной нагрузки  $P_1$  (когда на индентор вновь действует только предварительная нагрузка  $P_0$ ) определяет число твердости по Роквеллу (HR). Чем больше глубина вдавливания  $h$ , тем меньше число твердости HR.

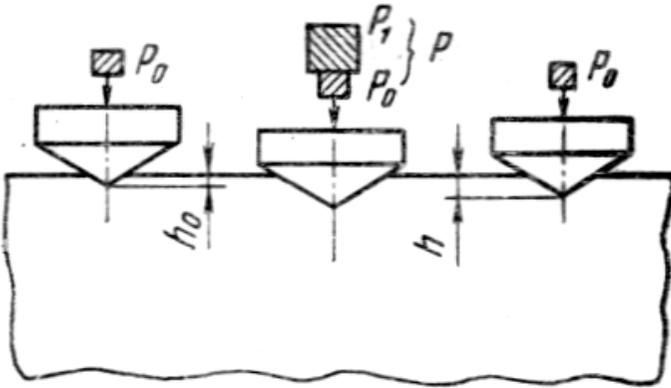


Рис. 4.31. Схема измерения твердости по Роквеллу

При использовании в качестве индентора алмазного конуса твердость по Роквеллу определяют по двум «шкалам» - А и С. При измерении по шкале А:  $P_0 = 100$  Н,  $P_1 = 500$  Н,  $P = 600$  Н; по шкале С:  $P_0 = 100$  Н,  $P_1 = 1400$  Н,  $P = 1500$  Н. Число твердости выражается формулой

$$HRC(HRA) = 100 - e, \quad (4.20)$$

где  $e = (h - h_0) / 0,002$  (0,002 мм - цена деления шкалы индикатора твердомера Роквелла).

Единица твердости по Роквеллу - безразмерная величина, соответствующая осевому перемещению индентора на 0,002 мм.

При использовании в качестве индентора стального шарика число твердости HR определяют по шкале В, т.е. при  $P_0=100\text{Н}$ ,  $P_1 = 900\text{ Н}$ ,  $P = 1000\text{ Н}$ , по формуле

$$HRB = 130 - e. \quad (4.21)$$

Числа твердости по Роквеллу записываются так же, как HB и HV: HRC 65, HRA 80 и т. д.

По шкале А измеряют твердость в пределах 70 - 85, чему приблизительно соответствуют числа твердости HV 390 - 900, по шкале В – 25 - 100 (HV 60 - 240), по шкале С – 20 - 67 (HV 240 - 900).

Для определения твердости по Роквеллу тонких образцов или слоев используют специальный прибор Супер-Роквелл. Он отличается от обычных твердомеров меньшей величиной прилагаемой нагрузки и более точным индикатором. Предварительная нагрузка у этого прибора 30 Н, а общая 150, 350 или 450 Н. По ГОСТ 2295—78 на этом приборе измеряют числа твердости HRN (индентор — алмазный конус, нагрузка 150 Н) и HRT (индентор — стальной шарик, нагрузка 450 Н). Одно деление индикатора соответствует здесь глубине вдавливания 0,001 мм. Супер-Роквелл используют для оценки твердости тонких листов, очень малых образцов, поверхностных слоев, изделий, которые могут продавливаться насквозь или разрушаться под действием большой нагрузки.

Из рассмотренной методики определения твердости по Роквеллу видно, что это еще более условная характеристика, чем HB. Наличие различных шкал твердости, определяемой без геометрического подобия отпечатков, условный и безразмерный численный результат испытания, сравнительно низкая чувствительность делают метод Роквелла лишь средством быстрого упрощенного технического контроля. В заводских условиях его ценность велика благодаря простоте, высокой про-

изводительности, отсчету чисел твердости прямо по шкале прибора, возможности полной автоматизации испытания.

Числа твердости, полученные разными методами статического вдавливания индентора, связаны между собой. Зная, например, значение твердости по Бринеллю, можно перевести его с некоторым приближением в число твердости по Виккерсу или Роквеллу.

Числа твердости по разным методам можно определить на одном приборе. Например, универсальный твердомер УПТ-1 позволяет измерять твердость всеми тремя рассмотренными методами. Переход от одного метода к другому требует лишь смены индентора и грузов.

#### 4.12.4. Микротвердость

Метод определения микротвердости предназначен для оценки твердости очень малых (микроскопических) объемов материалов. Его применяют для измерения твердости мелких деталей, тонкой проволоки или ленты, тонких поверхностных слоев, покрытий и т. д. Главное назначение - оценка твердости отдельных фаз или структурных составляющих сплавов, а также разницы в твердости отдельных участков этих составляющих.

Метод стандартизован. В качестве индентора при измерении микротвердости чаще всего, как и в случае определения твердости по Виккерсу, используют правильную четырехгранную алмазную пирамиду с углом при вершине  $136^\circ$ . Эта пирамида плавно вдавливается в образец при нагрузках 0,05—5 Н. Число микротвердости  $H_{\square}$ , МПа, определяется по формуле

$$H_{\square} = 1,854 \cdot 10^5 P/d^2, \quad (4.22)$$

где  $P$  — нагрузка, Н;  $d$  - диагональ отпечатка, обычно 7-50 мкм;  $d^2/1,854$  - площадь боковой поверхности полученного пирамидального отпечатка.

По ГОСТу число микротвердости, МПа, записывают без единицы измерения, например  $H_{\square}$ -1050.

Микротвердость массивных образцов измеряют на металлографических шлифах, приготовленных специальным образом. Глубина вдавливания индентора при определении микротвердости составляет несколько микрометров и соизмерима с глубиной получаемого в результате механической шлифовки и полировки наклепанного поверхностного слоя. Поэтому методика удаления этого слоя имеет особенно важное значение.

Наклепанный слой удаляют обычно одним из трех методов: электрополировкой, отжигом готовых шлифов в вакууме или инертной атмосфере и глубоким химическим травлением. При использовании любого метода экспериментально устанавливают режим (время электрополировки или травления, плотность тока и концентрацию реактива, температуру и время отжига и т. д.), при котором полностью снимается наклеп в поверхностном слое образца. Для этого строят зависимость  $H_{\square}$  от параметра, изменяемого при подборе режима снятия наклепанного слоя. Момент выхода на горизонталь величины  $H_{\square}$  соответствует оптимальному режиму, который затем используется при подготовке аналогичных образцов.

При измерении микротвердости расстояние между центрами соседних отпечатков должно быть не менее двух длин диагонали большего отпечатка. Таким же должно быть расстояние от центра отпечатка до края образца, длина диагонали отпечатка — не более полуторной толщины образца.

Для определения числа микротвердости по длине диагонали при разных нагрузках  $P$  существуют специальные таблицы и номограммы.

Фактически метод микротвердости — это разновидность метода Виккерса и отличается от него только использованием меньших нагрузок и соответственно меньшим размером отпечатка. Поэтому физический смысл числа микротвердости аналогичен  $HV$ . Для гомогенных однофазных материалов с круп-

ным зерном  $H_{\square} \approx HV$ . Часто наблюдаемые отклонения от этого равенства, особенно в области  $P < 0,05-0,1$  Н, объясняются в основном большими погрешностями измерения микротвердости. Источники этих погрешностей - вибрации, инструментальные ошибки в измерении длины диагонали отпечатка, неидентичность условий ручного нагружения, искажения структуры поверхностного слоя и др. По мере уменьшения нагрузки все погрешности возрастают. Поэтому не рекомендуется работать с нагрузками, которые дают отпечатки с  $d < 8-9$  мкм. Использование приставок для автоматического нагружения, всемерное устранение вибраций, тщательная отработка методики приготовления шлифов позволяют свести ошибки в определении числа микротвердости к минимуму.

Как уже отмечалось, главная ценность метода микротвердости - это возможность оценки твердости отдельных фаз и структурных составляющих, что очень важно при решении многих металловедческих задач и чего нельзя сделать другими методами.

#### **4.12.5. Наноиндентирование**

Впервые метод непрерывного вдавливания индентора с одновременной регистрацией глубины отпечатка и величины нагрузки был впервые реализован более полувека назад П. Гродзинским. Непрерывно продолжающаяся миниатюризация изделий электронной техники повысила интерес к изучению механических свойств материалов в нанометровом масштабе размеров. Поэтому, в настоящее время метод непрерывной регистрации сил вдавливания и глубины отпечатка в этом диапазоне все чаще стали квалифицировать как наноиндентирование.

Современные наноинденторы содержат силовую ячейку, с помощью которой выполняется программируемое нагружение, прецизионный датчик перемещений, непрерывно регистри-

рующий глубину погружения зонда-индентора во времени, электронный контроллер, осуществляющий первичную обработку информации и управление прибором, персональный компьютер с пакетом специальных программ.

В качестве индентора при наноиндентировании используют, как правило, трехгранную алмазную пирамиду Берковича заточки  $65,3^\circ$ . Выбор такой формы индентора обусловлен тем, что ему можно придать гораздо большую остроту, чем четырехгранной пирамиде. Угол при вершине в пирамиде мБерковича принят из условия равенства площадей отпечатков с идеальной четырехгранной пирамидой Виккерса при равенстве глубин их погружения в исследуемый материал.

Источником информации о материале при наноиндентировании является непрерывно регистрируемая зависимость величины смещения индентора  $h$  от величины приложенной нормальной нагрузки  $P$  (рис. 4.32). Полученная в результате диаграмма (сила внедрения - глубина погружения) аналогична по смыслу традиционной диаграмме  $\sigma$ - $\varepsilon$  при одноосном растяжении/сжатии. Из полученной зависимости может быть извлечено более десятка параметров, характеризующих материал на наноуровне (в том числе и времязависимые), а после специальной обработки восстановлена и кривая  $\sigma$ - $\varepsilon$ . В результате развития метод наноиндентирования вышел далеко за рамки чисто метрологического определения твердости и модуля упругости.

Специфическая особенность локального нагружения индентора состоит в измерении характерных размеров отпечатка и вовлеченного в деформацию объема материала на несколько порядков величины в процессе одного цикла испытания. Вследствие этого и скорость относительной деформации сильно уменьшается по мере роста глубины проникновения индентора от начала к концу испытания. При малых  $h \sim 10$  нм даже весьма умеренные линейные скорости внедрения индентора ( $dh/dt \sim 1$  мм/с) обеспечивают достижение значений  $\dot{\varepsilon} > 10^5$  с $^{-1}$ ,

которые характерны для деформации взрывом на поверхности образца.

Другая особенность испытания индентированием состоит в том, что среднее контактное давление в отпечатке  $p$  (твёрдость по Мейеру) достигает в упругой области некоторой конечной величины, которая при последующем погружении практически не меняется несмотря на то, что сила вдавливания и глубина отпечатка продолжают нарастать.

Таким образом, в отличие от одноосного растяжения/сжатия, где образец испытывается под действием растущих напряжений и в условиях увеличивающейся с постоянной скоростью деформации, непрерывное наноиндентирование обеспечивает сканирование по размерам деформированной области и скорости относительной деформации на несколько порядков величины во время одного испытания.

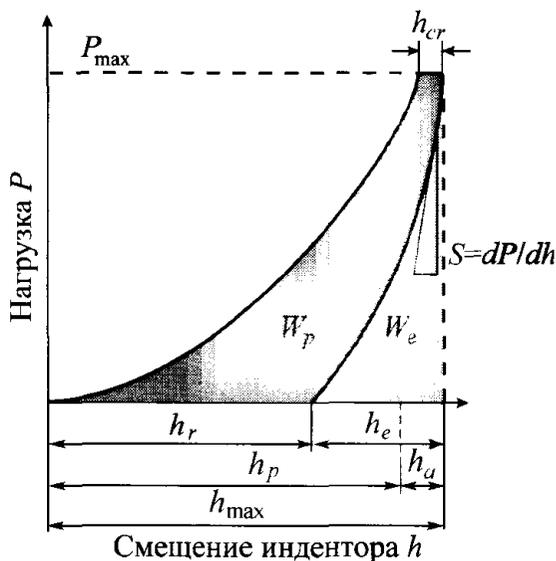


Рис. 4.32. Диаграмма нагружения  $P$ - $h$

Современные методы обработки результатов наноиндентирования позволяют разделить вклад масштабного и скоростного факторов и получить большой объем информации с одного образца, не разрушая его. Это дает большие преимущества при испытании наноструктурированных или наноразмерных объектов.

В итоге наноиндентирование позволяет решать следующие задачи:

- измерять твердость и модуль Юнга;
- выявлять сопротивление чисто упругому локальному деформированию в наноконтакте;
- определять критическую нагрузку перехода от чисто упругой в упругопластическую область при локальном деформировании;
- определять упругопластические характеристики материалов, не поддающихся пластическому деформированию в макроопытах (керамики, нитриды, бориды и т.д.);
- устанавливать коэффициент вязкости разрушения и энергию разрушения по скачкам на P-h – диаграмме;
- оценивать анизотропию механических свойств;
- оценивать величину и распределение внутренних напряжений;
- выявлять причины неустойчивости пластического течения;
- решать другие задачи физического материаловедения.

#### **4.12.6. Другие методы определения твердости**

Помимо методов определения твердости при статическом вдавливании индентора ограничено применяют также методы царапания и динамические способы оценки твердости.

Метод царапания состоит в нанесении царапины на поверхности образца алмазным или другим недеформирующимся индентором, находящимся под постоянной нагрузкой. Метод не стандартизован, и на практике используют различ-

ные критерии твердости царапанием  $H_{ц}$ . Часто за  $H_{ц}$  принимают одну из следующих характеристик:

- 1) величину нагрузки  $P$ , при которой получается царапина заданной ширины (обычно  $b = 10$  мкм);
- 2) ширину царапины при заданной нагрузке;
- 3) величину, обратно пропорциональную ширине или квадрату ширины царапины при определенной нагрузке, например  $H_{ц} = 10000/b^2$  при  $P = 0,3$  Н. Наиболее правильно, по-видимому, оценивать число твердости царапанием как отношение вертикальной нагрузки  $P$  к проекции царапины на поверхности образца:  $H_{ц} = 4P/b^2$ .

В этом случае единица измерения  $H_{ц}$  получается такой же, как и других чисел твердости, определяемых при вдавливании индентора.

В качестве индентора используют либо конус с углом при вершине  $90^\circ$  (реже  $120^\circ$ ), либо трех- или четырехгранную пирамиду. Образцы перед испытанием полируют. Для измерения ширины царапины, не превышающей обычно несколько десятков микрометров, применяют измерительный микроскоп.

Твердость методом царапания определяют в условиях местного разрушения металла, а не в условиях упругого или пластического деформирования. При образовании царапины металл сначала пластически деформируется, а затем, когда напряжения достигают величины, соответствующей сопротивлению разрушению (путем среза), происходит разрыв. Так как для одного и того же металла истинное сопротивление разрыву  $S_k$  практически не зависит от степени предварительного наклепа, величина  $H_{ц}$  не связана со способом подготовки поверхности.

Из динамических методов определения твердости наиболее известен метод упругого отскока бойка (твердость по Шору). Твердость определяется при помощи бойка с алмазным наконечником, который падает на поверхность образца с фиксированной высоты. Энергия бойка расходуется на упругую и пластическую деформацию в месте удара и на последующее

поднятие бойка. Чем больше высота подъема бойка после удара, тем, следовательно, меньшая энергия израсходована на деформацию образца и тем больше должна быть его твердость. Число твердости по Шору HSD измеряют в условных единицах, соответствующих высоте подъема бойка, причем HSD = 100 принято для закаленной на мартенсит эвтектоидной инструментальной стали.

При комнатной температуре метод Шора используют для сравнения твердых металлических сплавов с близкими упругими характеристиками. Кратковременность соприкосновения бойка с образцом и простота метода делают его перспективным для оценки твердости при высоких температурах (>1400 К), когда существующие материалы инденторов уже не позволяют проводить статические испытания.

## **5. НЕПОЛНАЯ УПРУГОСТЬ ТВЕРДЫХ ТЕЛ И ВНУТРЕННЕЕ ТРЕНИЕ**

### **5.1. Понятие неупругости и внутреннего трения**

В области упругой деформации, где действует закон Гука, у металлов и сплавов наблюдается ряд отклонений от чисто упругого поведения. Одним из известных проявлений неполной упругости металлов является *упругое последствие*. Оно свидетельствует о том, что не вся обратимая деформация металла является чисто упругой. Возьмем образец и создадим в нем напряжение в пределах упругого участка кривой напряжение - деформация. После разгрузки такой образец будет иметь те же размеры, что и до нагружения. Проследим, как будет изменяться его удлинение во времени под действием приложенного напряжения и после разгрузки. Соответствующая диаграмма представлена на рис. 5.1. Оказывается, что наш образец деформируется чисто упруго, т. е. с очень большой скоростью лишь на величину  $OC$ , а затем удлиняется медленнее, по закону, близкому к параболическому. После разгрузки в точке  $K$  происходит очень быстрое снятие чисто упругой деформации

( $KM \approx OC$ ), а затем - относительно медленное - остальной деформации. Через какое-то время  $\delta = 0$  (в точке  $N$ ), образец имеет исходные размеры, но из рисунка видно, что далеко не вся обратимая деформация является чисто упругой.

Механизм упругого последействия может быть связан с перемещением точечных дефектов, например в металлах с о. ц. к. решеткой - атомов примесей внедрения. До нагружения эти атомы располагаются в междоузлиях, например на середине ребер кубической решетки, статистически равномерно (рис. 5.2, а). Под действием напряжения происходит постепенное перераспределение примесных атомов. Они стремятся занять междоузлия на ребрах вдоль оси нагружения (см. рис. 5.2, б), где вызывают наименьшие искажения решетки. В результате каждая элементарная ячейка и весь образец удлиняется вдоль направления действия нагрузки. Причем происходит это не мгновенно. Поскольку переход примесных атомов в новое положение требует диффузионных перескоков, он продолжается достаточно длительное время. После разгрузки происходит обратное перераспределение примесных атомов, и образец принимает исходные размеры (см. рис. 5.1, участок  $MN$ ).



Рис. 5.1. Схема изменения деформации при упругом последействии

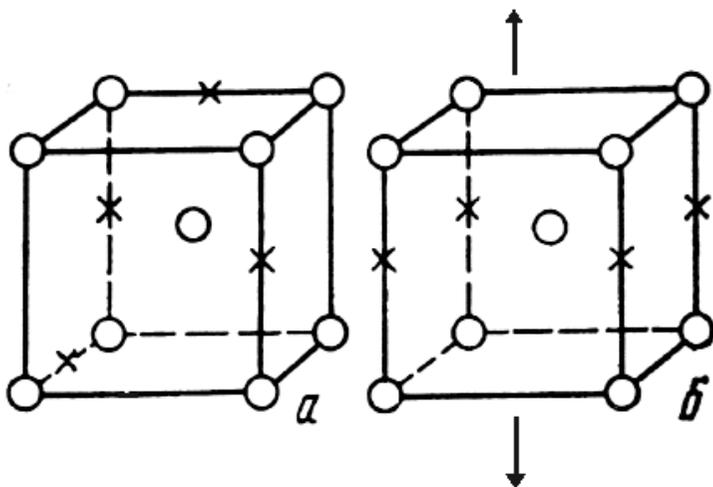


Рис. 5.2. Перераспределение примесных атомов внедрения в о.ц.к. решетке под действием напряжения до (а) и после нагружения (б)

Более общей причиной упругого последействия считается структурная и химическая неоднородность технических металлов и сплавов. Упругое последействие может в ряде случаев проявляться на практике. Например, из-за него после деформационной правки или после сварки может возникать поводка изделий. Упругое последействие вызывает нежелательное увеличение деформации пружин и мембран, работающих под нагрузкой в точных приборах.

Скорость упругого последействия, а также его величина зависят от состава, структуры материала и условий его испытания. Увеличение гетерогенности структуры, неоднородность пластической деформации, облегчение ее под воздействием различных факторов усиливают эффект упругого последействия. Например, повышение температуры резко увеличивает скорость последействия. Закалка стали и ее пластическая

деформация усиливают склонность к упругому последдействию вследствие увеличения неоднородности структуры.

Таким образом, в твердых телах еще до начала макропластической деформации (на упругом участке кривой напряжение - деформация) возможны неупругие явления, связанные с движением дислокаций, точечных дефектов, перемещением атомов в области границ зерен и т.д. Эти явления, сопровождающиеся местными пластическими деформациями, наблюдаются при низких напряжениях и имеют важное практическое значение.

Неупругие эффекты являются причиной возникновения так называемого *внутреннего трения*, характеризующего необратимые потери энергии внутри твердого тела при механических колебаниях. Линии диаграммы напряжение - деформация при нагрузке и разгрузке вследствие неполной упругости не совпадают (рис. 5.3), а образуют петлю гистерезиса. Ее площадь и характеризует энергию, рассеянную за один цикл нагружения.

Внутреннему трению в настоящее время уделяется большое внимание. Это связано с большим практическим значением способности конструкционных материалов к рассеиванию энергии при нагружении в упругой области. Знание величины внутреннего трения необходимо для грамотного выбора материала, работающего в определенных условиях. Например, демпфирующие материалы для разного рода амортизаторов, способные быстро гасить колебания, должны обладать высоким внутренним трением. Такие материалы обладают повышенным сопротивлением усталостному разрушению при возникновении резонансных колебаний в процессе эксплуатации.

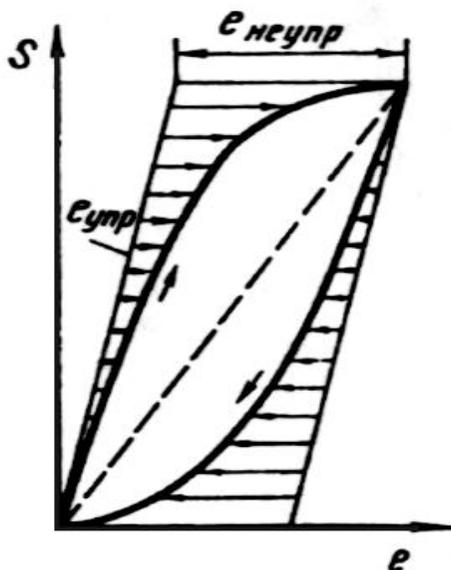


Рис. 5.3. Возникновение петли гистерезиса в результате неупругих явлений

Многие детали измерительных приборов, наоборот, не должны рассеивать упругую энергию, чтобы обеспечить малую инерционность и высокую точность измерений. Такие детали должны изготавливаться из материалов с малым внутренним трением.

Не меньший интерес вызывает внутреннее трение как метод исследования тонкой структуры твердых тел. Особенно ценную информацию этот метод дает о концентрации и подвижности точечных дефектов, дислокационной структуре, кинетике начальных стадий старения, в том числе деформационного и т. д.

## 5.2. Меры внутреннего трения

Механические колебания, вызванные в твердом теле, быстро затухают даже при отсутствии внешнего

сопротивления. Такое затухание принято объяснять наличием «сил внутреннего трения» или просто «внутреннего трения» в самом твердом теле. Под этим термином понимается способность твердого тела превращать необратимым образом энергию механических колебаний в тепло. Различные механизмы превращения упругой энергии в тепловую объединены под общим названием – внутреннее трение.

За меру внутреннего трения могут быть выбраны различные величины. Можно, например, в качестве меры взять энергию, рассеянную в единице объема за одну секунду, т.е. величину

$$\omega = \overline{\sigma \dot{\epsilon}} \text{ Дж/сек} \cdot \text{см}^3 . \quad (5.1)$$

Однако эта мера неудобна из-за трудностей измерения энергии и практически используется очень редко.

Наиболее употребительны относительные меры внутреннего трения. Так очень часто используется величина, называемая коэффициентом затухания

$$\psi = \frac{\Delta W}{W} , \quad (5.2)$$

где  $\Delta W = \frac{2\pi}{\omega} \int \overline{\sigma \dot{\epsilon}} dv$  - энергия, рассеянная во всем объеме  $V$  за один цикл колебаний;  $\omega$  - круговая частота;  $\overline{\sigma \dot{\epsilon}}$  - характеризует скорость рассеивания энергии в единице объема образца;  $W = \int \sigma_0 \epsilon_0 dv$  - энергия колебаний всего образца при амплитудных значениях деформации  $\epsilon_0$  и напряжения  $\sigma_0$ .

Добротность механической колебательной системы определяется следующим образом:

$$Q = \frac{2\pi W}{\Delta W} = \frac{2\pi}{\psi} . \quad (5.3)$$

Тогда величина, обратная добротности, обозначаемая через  $Q^{-1}$ , принимается за меру внутреннего трения.

Относительный коэффициент затухания можно определить по развертке свободных затухающих колебаний образца (см. рис. 5.4). В этом случае коэффициент  $\psi$  по определению (5.2) будет равен

$$\psi = - \int_t^{t+T} \frac{dW}{W} = - \ln W \Big|_{W_t}^{W_{t+T}} = \ln W_t - \ln W_{t+T}$$

$$\text{или } \psi = \ln \frac{W_t}{W_{t+T}} . \quad (5.4)$$

Если обозначить величину энергии системы в момент времени  $t$  через  $W_t = W_n$ , а энергию системы через период времени  $T$  как  $W_{t+T} = W_{n+1}$ , то выражение (5.4) можно записать в виде

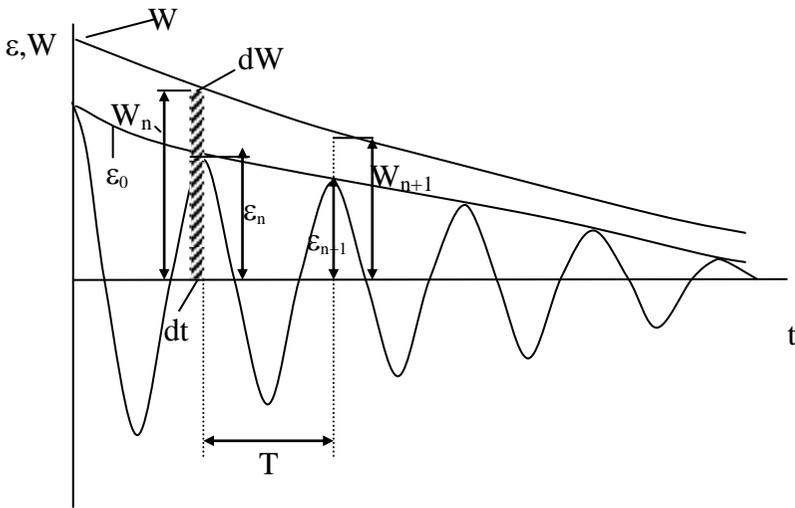


Рис. 5.4. Развертка затухающих колебаний образца и соответствующая ей кривая рассеяния энергии

$$\psi = \ln \frac{W_n}{W_{n+1}} .$$

Поскольку  $W = \frac{c\varepsilon^2}{2}$  (где  $c$  – жесткость колебательной системы, а  $\varepsilon$  – амплитуда деформации), то коэффициент затухания  $\psi$  за один цикл может быть представлен в виде

$$\psi = \ln \frac{\varepsilon_n^2}{\varepsilon_{n+1}^2} = 2 \ln \frac{\varepsilon_n}{\varepsilon_{n+1}} = 2\delta , \quad (5.5)$$

где  $\ln \frac{\varepsilon_n}{\varepsilon_{n+1}}$  – логарифмический декремент  $\delta$ .

Следовательно, между  $\psi$  и  $\delta$  существует простое соотношение

$$\psi = 2\delta . \quad (5.6)$$

Экспериментально наиболее просто логарифмический декремент можно определить по затуханию свободных колебаний образца. В этом случае логарифмический декремент вычисляется из развертки собственных колебаний образца по выражению (5.5). В том случае, когда рассеяние мало и, следовательно, трудно с достаточной степенью точности определить разницу между двумя последовательными амплитудами, декремент приходится усреднять и пользоваться выражением

$$\delta = \frac{1}{n} \ln \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}} , \quad (5.7)$$

где  $n$  – число колебаний, совершаемых системой за время уменьшения амплитуды от  $\varepsilon_1$  до  $\varepsilon_{n+1}$ . Внутреннее трение,

определяемое через  $Q^{-1}$ , и логарифмический декремент  $\delta$  (из (5.3), (5.5) и (5.7)) связаны между собой соотношением

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} . \quad (5.8)$$

Следовательно,

$$Q^{-1} = \frac{1}{\pi n} \ln \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}} . \quad (5.9)$$

Из последнего выражения следует, что если известно отношение амплитуд, то определение внутреннего трения сводится к измерению числа  $n$  и вычислению  $Q^{-1}$  по формуле (5.9). Как показывает опыт, выражения (5.7) и (5.9) наиболее часто используются отечественными и зарубежными исследователями в качестве меры внутреннего трения в твердых телах при возбуждении в них колебаний, лежащих в интервале частот от 0,1 до  $10^5$  Гц.

Логарифмические декременты при значениях  $\delta = 10^{-5}$  не поддаются измерению из-за потерь в аппаратуре. Если значения  $\delta \geq 0,3$ , то его также нельзя измерить, ибо в этом случае движение образца становится аperiodическим.

Следующий способ измерения внутреннего трения заключается в наблюдении амплитуды вынужденных колебаний твердого тела. При этом частота внешней вынуждающей силы медленно меняется, а её амплитуда поддерживается постоянной. Амплитуда колебаний образца достигает максимума, когда частота внешней силы равна резонансной частоте  $\nu_{рез}$  образца и резко падает, если частота внешней силы больше или меньше этой частоты. На рис. 5.5 представлен возможный вид кривой  $\varepsilon = f(\nu)$ .

За меру внутреннего трения в этом методе принимается величина

$$B = \frac{\Delta v}{v_{\text{рез}}}, \quad (5.10)$$

где  $\Delta v$  - полуширина резонансного максимума.

Этот метод дает хорошие результаты в том случае, когда внутреннее трение, определяемое величиной  $B$ , не менее  $10^{-5}$ , поскольку при очень малом внутреннем трении снятие (получение) резонансных кривых затруднительно из-за большой остроты резонанса.

Между этими двумя мерами внутреннего трения существует следующее соотношение

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} = \frac{\psi}{2\pi} = \frac{\Delta v}{v_{\text{рез}} \sqrt{3}} = \frac{B}{\sqrt{3}}. \quad (5.11)$$

В теории колебательных контуров величину  $\frac{\sqrt{3}}{B}$  называют добротностью и обозначают через  $Q$ . Обратная ей величина, т.е.  $Q^{-1}$  применяется для обозначения внутреннего трения.

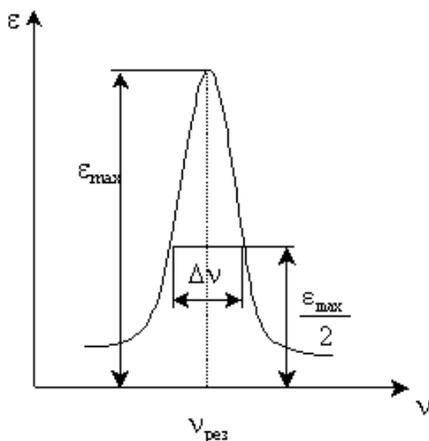


Рис. 5.5. Определение внутреннего трения по полуширине амплитудного резонансного максимума

Если используется высокочастотная методика, то в качестве меры внутреннего трения служит коэффициент поглощения  $\alpha$ . В этом случае по образцу пропускают звуковую волну (импульсная методика), наблюдая скорость её распространения  $V$  и коэффициент поглощения  $\alpha$ . Уравнение волны имеет вид:

$$\varepsilon = \varepsilon_0 e^{-\alpha x} \cos \omega \left( t - \frac{x}{v} \right), \quad (5.12)$$

где  $\varepsilon$ - амплитуда волны,  $\alpha$  - коэффициент поглощения,  $x$  – расстояние от конца образца, где вводилось возбуждение,  $v$  - скорость распространения звука,  $t$  – время,  $\omega$  - круговая частота. Потерю энергии за цикл колебаний можно подсчитать как разницу энергий, соответствующим двум ближайшим амплитудам. Поскольку энергия колебательного движения пропорциональна квадрату амплитуды деформации, то  $\Delta W \sim \varepsilon_x^2 - \varepsilon_{x+\lambda}^2$  и  $W \sim \varepsilon_x^2$ . Тогда

$$\frac{\Delta W}{W} = \frac{\varepsilon_x^2 - \varepsilon_{x+\lambda}^2}{\varepsilon_x^2} = 1 - e^{-2\alpha\lambda}. \quad (5.13)$$

При малых значениях  $\alpha$  и  $\lambda$  выражение  $e^{-2\alpha\lambda}$  разлагаем в ряд и берем только первые два члена:

$1 - e^{-2\alpha\lambda} \approx 1 - \frac{2\alpha\lambda}{1!} \approx 1 - 2\alpha\lambda$ , следовательно,  $1 - e^{-2\alpha\lambda} \approx 1 - (1 - 2\alpha\lambda) = 2\alpha\lambda$ , где  $\lambda$  - длина волны.

Таким образом,

$$\frac{\Delta W}{W} = 2\alpha\lambda = 4\alpha \frac{\pi v}{\omega}, \quad (5.14)$$

так как  $\lambda = vT = \frac{v}{\nu} = \frac{v2\pi}{\omega}$ .

Между рассмотренными мерами внутреннего трения существует следующая связь:

$$Q^{-1} = \frac{\delta}{\pi} = \frac{\psi}{2\pi} = \frac{B}{\sqrt{3}} = \frac{2\alpha\nu}{\omega} = \frac{\alpha\lambda}{\pi}. \quad (5.15)$$

Имея в виду эту связь, можно сравнивать между собой данные по внутреннему трению, полученные в различных экспериментах и при различных частотах, где использованы разные меры внутреннего трения.

### 5.3. Методы измерения внутреннего трения

К настоящему времени разработано большое число разнообразных методов измерения внутреннего трения в твердых телах в широком интервале частот. В большинстве случаев разработанные методы основаны на наблюдении крутильных, изгибных свободных колебаний стержней пластин, а также на изучении характера распространения звуковых и ультразвуковых упругих волн в твердых телах. С помощью этих методов удастся измерить внутреннее трение в области частот  $10^{-6}$ - $10^{11}$  Гц. Осуществить измерения внутреннего трения на частотах ниже  $10^{-6}$  Гц и выше  $10^{11}$  Гц очень трудно. Гиперзвук частот более чем  $10^{11}$  Гц искусственно возбудить не удастся. Заметим, что естественные тепловые колебания в кристаллах ограничены значением частот порядка  $10^{12}$ - $10^{13}$  Гц. При таких частотах длина волны гиперзвука оказывается сравнимой с межатомным расстоянием, что исключает возможность распространения упругой волны.

Значительные трудности возникают при измерении внутреннего трения в области низких частот. Если, например, взять частоту  $10^{-2}$  или  $10^{-3}$  Гц, то при низких значениях  $Q^{-1}$  одно измерение может продолжаться несколько часов и некоторые быстротекающие процессы не могут быть

замечены. Тем не менее, в области низких температур, где время протекания процессов увеличивается, необходимы измерения, выполненные на инфразвуковых частотах.

Условно существующие методы можно разделить на четыре группы: инфразвуковые ( $10^{-6}$  -  $10^1$  Гц), звуковые ( $10^1$  -  $10^4$  Гц), ультразвуковые ( $10^4$  -  $10^8$  Гц) и гиперзвуковые (более  $10^8$  -  $10^{11}$  Гц). Такая классификация условна, однако ею пользуются при характеристике методик.

### 5.3.1. Метод крутильного маятника

Старейшим, наиболее простым и удобным из всех инфразвуковых методов измерения внутреннего трения является метод крутильного маятника. Еще в 1837 г. Вебер использовал его для решения вопроса о неупругом поведении шелковых нитей, чем положил начало исследованиям внутреннего трения этим методом. Особенно широкое распространение этот метод получил после успешного его применения Кэ Тин-суем в 1947 г. для изучения вязкого поведения границ зерен в металлах. Затем крутильный маятник был усовершенствован В.С. Постниковым и Ю.В. Пигузовым. В настоящее время этот метод является наиболее распространенным в практике исследований релаксационных явлений в твердых телах.

Метод крутильных колебаний обладает многими достоинствами. Однако ему присущи и недостатки. Одним из недостатков является вес скручивающей системы, приводящей к постоянно действующей растягивающей нагрузке на образец. Хотя эта нагрузка и невелика ( $\sim 25$ - $50$  г/мм<sup>2</sup>), однако для пластичных материалов при высоких температурах она может оказывать значительное влияние. Тем не менее, как у нас в России, так и за рубежом этот метод пользуется благосклонностью среди исследователей. Крутильные колебания используются для изучения внутреннего трения в металлах, стеклах, полимерах и других твердых телах.

Мы рассмотрим основные узлы и конструкцию крутильного маятника, поскольку такие приборы не выпускаются промышленностью, и исследователи вынуждены каждый раз, исходя из своих целей, конструировать и изготавливать крутильный маятник. Основные узлы крутильного маятника представлены на рис. 5.6.

Обычно образец имеет длину 100 мм и диаметр 1-1,5 мм. Образец может быть и квадратного сечения. Указанная длина и толщина при нагрузке инерциальной полосы 25-30 г обеспечивает частоту колебаний 1-2 Гц. Цанговые зажимы обеспечивают надежное крепление образца. На инерциальную полосу крепится зеркальце с фокусным расстоянием, равным 25 см. В фокус помещается щелевой источник света. Изображение щели (светового зайчика) наблюдается на полупрозрачной шкале. Возбуждение крутильных колебаний производится с помощью электромагнитов. Демпфер служит для гашения продольных колебаний. Если измерения внутреннего трения проводятся в области температур 20-1000 °С, то изготавливают нагревательную печь, длина которой в 3-3,5 раза превышает размеры образца. Регулировку температуры в нагревателе удобно осуществлять с помощью мостовой схемы. С этой целью под бифилярно намотанную нагревательную спираль помещают датчик из платины. Датчик намотан из проволоки диаметром 0,1 мм с общим сопротивлением 50-100 Ом. Температуру измеряют хромель-алюмелевой термопарой.

При визуальном наблюдении крутильных колебаний, шкалу 8 относят от маятника на расстояние 500-600 см для того, чтобы работать в амплитудонезависимой области деформаций. Обычно это достигается, если относительная амплитуда деформации не превышает  $10^{-5}$ . Расчет относительной амплитуды деформации производят по выражению

$$\varepsilon = \frac{r}{\lambda} \varphi, \quad (5.16)$$

где  $r$  – радиус образца,  $\lambda$  – длина образца,  $\varphi$  – угол поворота при крутильных колебаниях, который рассчитывают как отношение амплитуды светового зайчика на шкале к расстоянию от крутильного маятника до шкалы.

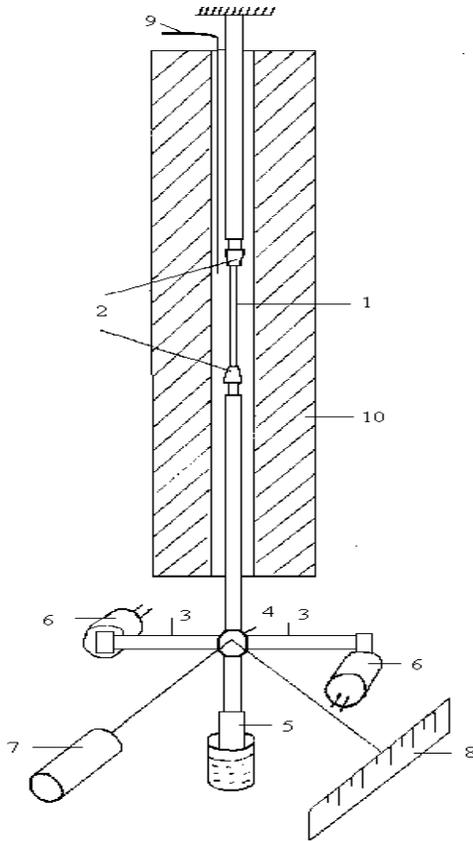


Рис. 5.6. Схема устройства крутильного маятника: 1 – образец; 2 – зажимные цанги; 3 – инерциальная полоса; 4 – зеркальце; 5 – демпфер; 6 – электромагниты для возбуждения крутильных колебаний; 7 – щелевой источник света; 8 – шкала для отсчета колебаний; 9 – термопара; 10 – нагревательная печь

В 1954 году Энгом и Вертом был предложен так называемый обратный крутильный маятник, который позволяет избежать нагрузки скручивающей системы на образец. Наиболее удачный вариант обратного («обращенного») крутильного маятника разработан Ю.В. Пигузовым (1966 г.). Один из вариантов такой установки был разработан В.С. Постниковым и А.А. Родионовым. Ими предложен обратный крутильный маятник, позволяющий измерять внутреннее трение и модуль сдвига в образцах круглого и квадратного сечения от 0,4 до 4 мм<sup>2</sup>, длиной 100 мм в интервале температур от 20 до 1000 °С. Амплитуда деформации может изменяться от 2·10<sup>-6</sup> до 2·10<sup>-4</sup>, а частота колебаний от 20 до 200 Гц.

Схема такого обратного маятника представлена на рис.5 7. В представленном приборе вес скручивающей системы уравнивается грузом и на образец не действует растягивающее напряжение. Колебания в образце возбуждаются с помощью звукового генератора путем подачи напряжения на рамку 3. Амплитуда колебаний отсчитывается по шкале 4. В момент резонанса вынужденных колебаний

$$Q^{-1} = c \frac{I}{\epsilon_0^2 v_p^2} . \quad (5.17)$$

Здесь  $c$  – постоянная прибора;  $I$  – величина тока в рамке;  $v_p$  – резонансная частота;  $\epsilon_0$  – резонансная амплитуда деформации конца образца. Если в момент нахождения образца с скручивающей системой в резонансе отключить ток в рамке, то будут наблюдаться обычные затухающие колебания и внутреннее трение определяется по выражению (5.9).

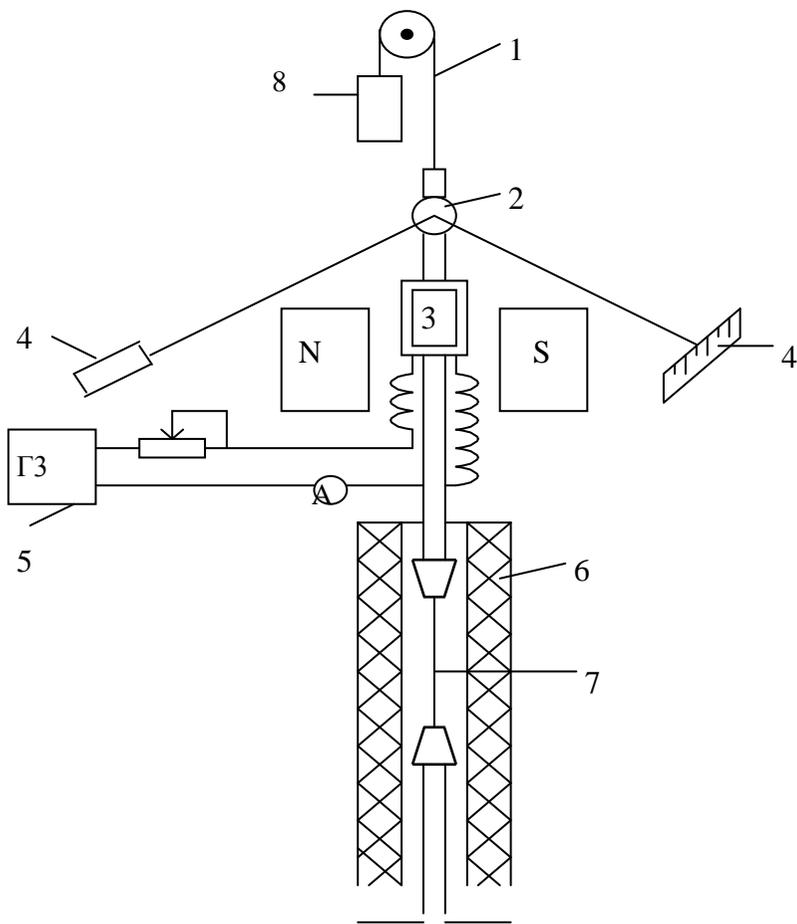


Рис. 5.7. Схема прибора для измерения  $Q^{-1}$  и  $G$  при свободных и вынужденных колебаниях:

1 – нить подвеса из нихрома, вольфрама или капрона; 2 – зеркальце; 3 – рамка, имеющая 100-200 витков и служащая для возбуждения колебаний в образце; 4 – оптическая система; 5 – звуковой генератор с плавной регулировкой; 6 – нагревательное или охлаждающее устройство; 7 – образец; 8 – груз, уравнивающий вес скручивающей системы

Эту же методику можно использовать для определения релаксации напряжений в исследуемом образце. Для этого в начальный момент опыта с помощью определенной величины тока, проходящего через рамку, задают деформацию, величину которой наблюдают на шкале. Оставляя амплитуду деформации образца постоянной, релаксацию напряжений с течением времени определяют при помощи фиксирования тока, проходящего через рамку. Величина тока служит мерой релаксации напряжения.

Модуль сдвига  $G$  может быть определен из формулы

$$G = \frac{4\pi^2 \lambda I_n}{I_p T^2}, \quad (5.18)$$

где  $\lambda$  - длина образца;  $I_n$  - момент инерции скручивающей инерциальной полосы;  $I_p$  - полярный момент инерции образца;  $T$  - период колебаний образца.

При крутильных колебаниях модуль сдвига исследуемого образца можно определить из выражения

$$G = G_0 \left( \frac{f}{f_0} \right)^2, \quad (5.19)$$

где  $G_0$  - модуль сдвига эталонного образца, определяемый при обычных статических испытаниях;  $f$  - частота колебаний исследуемого образца и  $f_0$  - частота колебаний эталонного образца.

### **5.3.2. Методика измерения внутреннего трения в тонких пленках и фольгах**

Стремление к микроминиатюризации приводит к необходимости проводить исследования материалов, находящихся в виде тонких пленок и фольг. В этой связи исследователи стали создавать различные методики измерения

внутреннего трения в тонких пленках. В 1963 году Вейсом и Смитом была предложена следующая методика: пластина плавленного кварца толщиной 1 мкм, шириной 2 мм и длиной 4 мм, с нанесенной на ней исследуемой пленкой, консольно закреплялась в держателе, установленном в нагревателе. Вся система помещалась в вакууме, свободный конец пластины отклонялся специальным кулачком, и возникающие при этом затухающие колебания с частотой порядка 100 Гц фиксировались с помощью оптического луча. Основная экспериментальная трудность заключается в получении достаточно тонкой кварцевой подложки с высокой механической добротностью. На полученную подложку в вакуумной камере с двух сторон (во избежание коробления подложки) наносилась исследуемая пленка, и проводились измерения внутреннего трения этого трехслойного образца. Для проверки методики было измерено внутреннее трение пленки железа с примесью углерода толщиной 5000 Å в интервале температур от 20 до 250 °С. Получен максимум  $Q^{-1}$ , соответствующий релаксации атомов углерода (релаксация Сноэка) в объемноцентрированной решетке железа. Однако, рассматриваемая методика не получила распространение из-за ряда существенных недостатков, присущих ей.

Эти недостатки таковы:

- 1) возможно взаимодействие пленки с подложкой, которое никак не учитывается;
- 2) двухстороннее напыление связано с экспериментальными трудностями получения с обеих сторон кварцевой пластины пленок с одинаковыми физико-механическими свойствами;
- 3) несовершенна система возбуждения механических колебаний;
- 4) вследствие неодинаковости коэффициентов линейного расширения подложки-кварца и напыляемой пленки при нагреве возможно отслаивание пленки от подложки.

Перечисленные недостатки не позволили этой методике найти широкое применение в практике исследований.

В 1972 году Юзими с сотрудниками предложил новую методику измерения скорости и затухания ультразвуковых волн на частоте 5 МГц в свободных от подложки пленках золота толщиной 1,7 мкм и размером 6 x 5 – 50 мм<sup>2</sup>. Схема такой методики приведена на рис. 5.8.

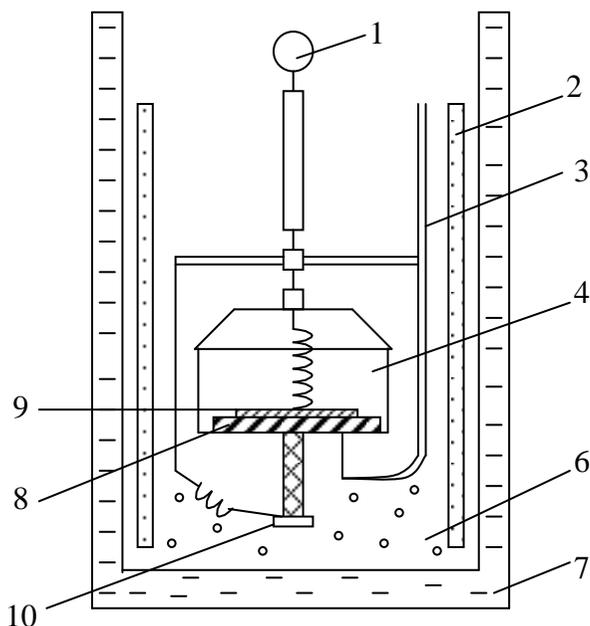


Рис. 5.8. Схема измерения скорости звука и затухания в тонких металлических пленках на частоте 5 МГц:

- 1 – возбуждатель и приемник импульсов; 2 – нагреватель;  
3 – терморпара; 5 – образец-пленка; 6 – газообразный гелий; 7 – жидкий гелий; 8 – кварц х- или у-среза;  
9 – серебряный электрод, 10 – кварц

Определяемая по этой методике величина внутреннего трения в пленках в области температур 4,2-300 К оказалась довольно высокой  $Q^{-1} = 10^{-3}$ . Основной недостаток этой методики – трудности осуществления контакта тонкого образца с возбудителем и приемником колебаний – кварцем. Эти трудности возрастают при уменьшении толщины пленки.

В Воронежском государственном техническом университете разработана и успешно применяется низкочастотная методика измерения внутреннего трения в тонких пленках и фольгах. Возбуждение поперечных механических колебаний в пленочном образце осуществляется с помощью электростатического метода. При этом способе возбуждения на один из концов консольно закрепленного образца (см. рис. 5.9, а) действует периодическая сила, возникающая вследствие электростатического притяжения между электропроводящей поверхностью образца и неподвижным электродом.

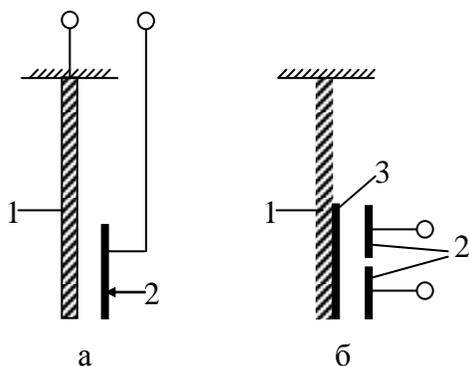


Рис. 5.9. Схема возбуждения механических колебаний электростатическим методом в проводящих (а) и непроводящих (б) пленках: 1 – образец; 2 – неподвижные электроды; 3 – тонкая проводящая пленка

Связь между механической и электрической системами при таком способе возбуждения весьма мала, так что влиянием параметров электрической цепи можно пренебречь. Это является существенным преимуществом метода.

Этот же способ применяется при исследовании непроводящих образцов, например диэлектриков или полупроводников. В этом случае на свободный конец образца

наносится тонкая металлическая пленка, неподвижный электрод разделен на две части (рис. 5.9, б). Между образцом и небольшим электродом, расположенным вблизи образца (0,01-0,1 мм), прикладывается переменное электрическое напряжение, частота которого подбирается таким образом, чтобы в образце возникли резонансные механические колебания. Образованный неподвижным электродом и образцом - пленкой конденсатор включается в цепь высокой частоты и используется для регистрации параметров амплитуды колебаний с помощью метода частотной модуляции.

Разработанная методика позволяет измерять внутреннее трение в пленках толщиной от 1000 Å до 100 мкм в частотном диапазоне  $10\text{-}10^4$  Гц и в интервале температур 4,2-1500 К. Относительная амплитуда деформации может меняться в пределах  $10^{-7}\text{-}10^{-3}$ .

На рис. 5.10 представлена структурная схема установки, которая состоит из возбуждающего генератора 1, электромеханического преобразователя 2, частотно-модулированного генератора 3 и комплекса электроизмерительной аппаратуры. Возбуждение изгибных колебаний в консольно-закрепленном образце осуществляется звуковым генератором 1 при помощи электромеханического преобразователя 2. Электромеханический преобразователь является универсальным узлом, выполняющим две функции: во взаимосвязи со звуковым генератором он преобразует электрический сигнал в механические колебания образца и является параметрическим элементом частотно-модулированного генератора 3. Последний модулируется по частоте при механических колебаниях образца-пленки.

Питание частотно-модулированного генератора по анодной и канальной цепям осуществляется от высокостабильного источника 4. Излучаемые генератором частотно-модулированные колебания принимаются измерительным приемником 5, в котором происходит

демодуляция принятого сигнала в электрический сигнал, соответствующий частоте и амплитуде механических колебаний образца. Этот сигнал одновременно подается для визуального наблюдения на осциллограф 6, электронный частотомер 7, регистрирующий частоту колебаний образца, и на амплитудно-дифференциальный дискриминатор 8. При отключении возбуждающего напряжения образец совершает свободно затухающие колебания. Дискриминатор «пропускает» лишь те колебания образца, максимальная амплитуда которых находится между выбранными порогами  $\varepsilon_1$  и  $\varepsilon_{n+1}$ . С выхода дискриминатора импульсы постоянной амплитуды подаются на электронный счетчик 9, который регистрирует число колебаний образца  $n$ , выбранных дискриминатором из свободно затухающих колебаний. Таким образом, зная число колебаний  $n$  и отношение  $\varepsilon_1$  и  $\varepsilon_{n+1}$ , можно определить величину внутреннего трения.

Выбранная для исследования пленка или тонкая фольга закрепляется консольно в цанговом зажиме или приклеивается к держателю высокотемпературным клеем (жидкое стекло 60 г, каолин 40 г, гидрат окиси натрия 2 г и растительное масло 1 г). При измерениях температурной зависимости внутреннего трения пленка вместе с датчиком помещается в трубчатый нагреватель сопротивления, выполненный из вольфрамовой проволоки диаметром 1 мм.

Во избежание окисления образцов и влияния воздушной среды на величину внутреннего трения образец вместе с частью установки помещается в камеру с остаточным давлением не выше, чем  $10^{-5}$  Торр. Минимальная степень давления в вакуумной камере, ниже которой не сказывается влияние воздушной среды на затухание колебаний, зависит от толщины образца. Экспериментально установлено, что при давлении ниже чем  $10^{-4}$  Торр остаточные газы не влияют на затухающие колебания пленок толщиной от 1000 Å до 100 мкм.

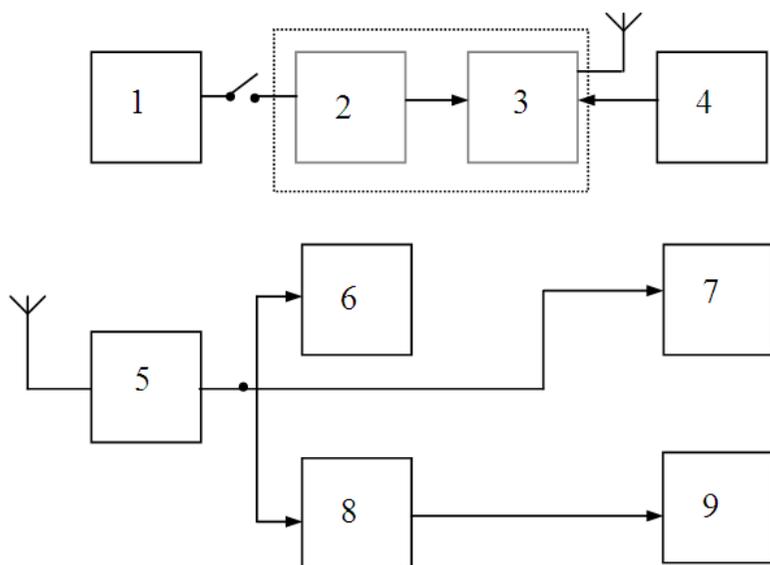


Рис. 5.10. Структурная схема установки для измерения внутреннего трения в тонких пленках и фольгах:  
 1- генератор для возбуждения колебаний; 2 – электромеханический преобразователь; 3 - частотно-модулированный генератор; 4 – источник питания; 5 – измерительный приемник; 6 – осциллограф для визуального наблюдения; 7 – электронный частотомер; 8 – амплитудный дискриминатор; 9 - счетчик

Проверку амплитудонезависимой области деформации можно проводить двумя способами. Один из них заключается в получении  $Q^{-1}(\varepsilon)$  и определении максимальной относительной деформации, ниже которой амплитудная зависимость  $Q^{-1}$  не наблюдается. Расчет величины относительной деформации производится по формуле для изгибных колебаний консольно закрепленного образца

$$\varepsilon = 1,76 \frac{\delta \cdot h}{\lambda^2}, \quad (5.20)$$

где  $\delta$  - максимальное отклонение свободного конца образца,  $h$  - толщина и  $\lambda$  - длина образца.

Измерение размеров образца и максимальное отклонение можно произвести с помощью оптического микроскопа. Для этой цели колеблющийся образец располагается в непосредственной близости от прозрачной стенки вакуумной камеры. Это дает возможность измерить амплитуду колебаний при помощи измерительного микроскопа с фокусным расстоянием 24 мм. Проверка показала, что относительная деформация ниже  $5 \cdot 10^{-6}$  обеспечивает измерение амплитудонезависимого внутреннего трения.

Второй способ проверки амплитудной независимости заключается в измерении  $Q^{-1}$  при минимальном ( $K = \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}} = 2$ )

и максимальном ( $K=8$ ) отношениях порогов дискриминатора (нижний порог для всех  $K$  один и тот же) и сравнении их друг с другом. Если значения  $Q^{-1}$  в обоих случаях отличаются друг от друга не более чем на 5 %, то считают, что измерения  $Q^{-1}$  ведутся в амплитудонезависимой области. Этот способ проверки основан на том, что при изменении  $K$  меняется амплитуда, при которой происходит измерение  $Q^{-1}$ . В амплитудозависимой области это ведет к изменению величины  $Q^{-1}$ , а в амплитудонезависимой области она остается неизменной или меняется очень мало (например, не более чем на 5 % при изменении амплитуды в 4-5 раз).

Первый способ используют для проверки амплитудной зависимости при комнатной температуре, а второй – во всем диапазоне температур.

Перейдем теперь к оценке погрешностей при измерении внутреннего трения в тонких пленках. Погрешности при измерении  $Q^{-1}$  могут быть обусловлены различными

причинами. Ю.В. Пигузов предложил следующее выражение для определения абсолютной погрешности:

$$\Delta Q^{-1} = \Delta Q_n^{-1} + \Delta Q_T^{-1} + \Delta Q_{\text{изм}}^{-1}, \quad (5.21)$$

где  $\Delta Q_n^{-1}$  - погрешность, обусловленная креплением образца в приборе. Эта погрешность особенно велика при больших амплитудах деформации. Кроме того, сюда же можно отнести погрешность за счет преодоления сопротивления воздуха при колебаниях образца;  $\Delta Q_T^{-1}$  - погрешность, связанная с температурной зависимостью внутреннего трения;  $\Delta Q_{\text{изм}}^{-1}$  - погрешность, допускаемая при измерениях.

Погрешностью  $\Delta Q_n^{-1}$  можно пренебречь, поскольку, во-первых, измерения проводятся в камере с остаточным давлением не выше, чем  $5 \cdot 10^{-5}$  Торр, во-вторых, масса образца в сотни и даже тысячи раз меньше массы держателя, что при жестком креплении исключает перекачку энергии колебаний образца, и, в-третьих, в системе отсутствуют трущиеся детали.

Для определения погрешности

$\Delta Q_{\text{изм}}^{-1}$  продифференцируем выражение  $Q^{-1} = \frac{1}{\pi n} \ln \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}}$  по  $\varepsilon_1$ ,

$\varepsilon_{n+1}$  и  $n$ . Тогда получим

$$\Delta Q_{\text{изм}}^{-1} = \frac{1}{\pi n} \left( \frac{\Delta \varepsilon_1}{\varepsilon_1} + \frac{\Delta \varepsilon_{n+1}}{\varepsilon_{n+1}} + \frac{\Delta n}{n} \ln \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}} \right)$$

или

$$\frac{\Delta Q_{\text{изм}}^{-1}}{Q_{\text{изм}}^{-1}} = \frac{\frac{\Delta \varepsilon_1}{\varepsilon_1} + \frac{\Delta \varepsilon_{n+1}}{\varepsilon_{n+1}}}{\ln \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}}} + \frac{\Delta n}{n}. \quad (5.22)$$

При высоких значениях внутреннего трения, когда  $n$  мало ( $n \sim 10-15$ ), измерения производятся 10 и более раз и берется среднее значение, тогда

$$\frac{\Delta Q_{\text{изм}}^{-1}}{Q_{\text{изм}}^{-1}} = \frac{\frac{\Delta \varepsilon_1}{\varepsilon_1} + \frac{\Delta \varepsilon_{n+1}}{\varepsilon_{n+1}}}{\ln \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}}} + \frac{\Delta n}{10n} . \quad (5.23)$$

Подставляя в (5.23) значения  $\varepsilon_1 = 400$  мВ,  $\varepsilon_{n+1} = 200$  мВ (то есть, когда  $\varepsilon_1/\varepsilon_{n+1} = 2$  – минимально),  $\Delta \varepsilon_1 = 1$  мВ,  $\Delta \varepsilon_{n+1} = 0,5$  мВ,  $n = 10$ ,  $\Delta n = 1$ , получим

$$\frac{\Delta Q_{\text{изм}}^{-1}}{Q_{\text{изм}}^{-1}} \cdot 100 \% = 1,9 \% .$$

Таким образом, при заведомо наихудших условиях и при высоких температурах относительная ошибка не превышает 3,6 %. При комнатной и низких температурах  $n = 200-300$ . Кроме того,  $Q^{-1}$  измеряется при значениях  $\varepsilon_1/\varepsilon_{n+1} = 4-8$ , что также приводит к уменьшению погрешности измерения. Учет этих и других погрешностей показывает, что общая погрешность измерения при комнатной температуре не превышает 1 %, а при гелиевых снижается до 0,5 %.

### 5.3.3. Методики измерения внутреннего трения в области частот $5 \cdot 10^2 - 5 \cdot 10^5$ Гц

Для этих методов характерно отсутствие специальной инерционной системы, связанной с образцом. Диапазон частот зависит от типа возбуждаемых колебаний, размера и формы образцов. В основном возбуждение и регистрация колебаний осуществляется двумя способами: пьезоэлектрическим и электромагнитным.

Пьезоэлектрическое возбуждение колебаний при измерении внутреннего трения впервые было использовано Куимби (1925 г.), а затем Захарьясом (1933 г.). Сущность метода состоит в том, что пьезоэлектрический преобразователь приклеивают к образцу в виде цилиндрического или прямоугольного стержня и полученную систему настраивают в резонанс (см. рис. 5.11).

Измеряют частоту, добротность системы, учитывают влияние преобразователя, определяют внутреннее трение образца. Этот метод получил широкое распространение в связи с тем, что обычно используемые кварцевые преобразователи обладают идеальными механическими свойствами и весьма малыми потерями.

Логарифмический декремент составного стержня можно определить по формуле

$$\delta = \frac{m_1 \delta_1 + m_2 \delta_2}{m_1 + m_2} = 2\pi \frac{f_a - f_p}{f_0} \sqrt{\frac{V_a}{V_p}}, \quad (5.24)$$

где  $f_0 = f_p + (f_a - f_p) \frac{V_a}{V_p - V_a}$ .

Здесь  $m_1$  и  $m_2$  – массы образца и кварца;  $f_0$  – резонансная частота составного стержня;  $f_a$ ,  $f_p$  – частоты на антирезонансе и резонансе соответственно цепи составного стержня;  $V_a$  и  $V_p$  – падение напряжения на сопротивлении  $\gamma$ , последовательно соединенном с составным стержнем, при антирезонансе и резонансе.

Опыт сначала проводят только для кварца ( $m_1=0$ ) и затем для составного стержня. Затем уже находят декремент колебаний образца.

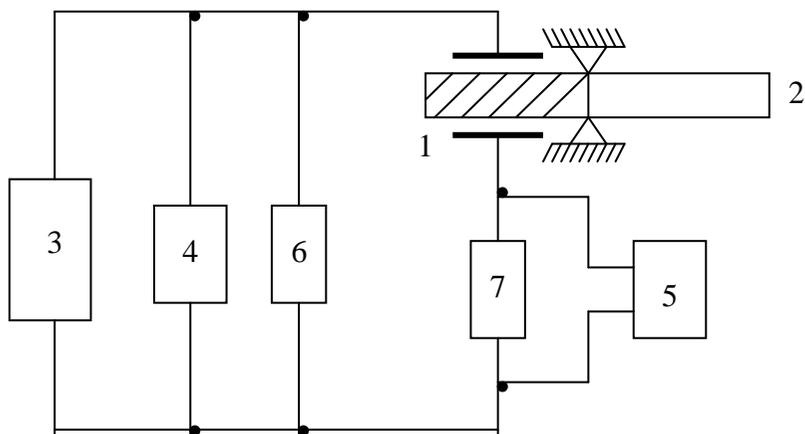


Рис. 5.11. Схема пьезоэлектрического возбуждения колебаний:  
 1 - пьезокварц; 2 – образец; 3 – генератор; 4, 5 – катодные  
 вольтметры; 6, 7 - сопротивления

В работе Маркса (1951 г.) было установлено, что на величину внутреннего трения влияют деформации в цементирующем слое вследствие различия коэффициентов линейного расширения кварца и образца. Влияние склейки будет мало, если образец и кварцевый стержень подобраны с близкими собственными частотами так, что в месте склейки получается узел колебаний. Отсюда также следует, что данный метод мало пригоден для изучения внутреннего трения в зависимости от температуры. Однако этот метод широко используется при измерениях в области гелиевых температур (1-30 К).

Многие исследователи используют электромагнитное возбуждение механических колебаний. В этом случае к каждому концу образца (если образец неферромагнитен) приклеивается специальным клеем диск из ферромагнитного материала. Расположенный около одного из концов образца

электромагнитный датчик 3 (см. рис. 5.12), питаемый от генератора 5, создает переменное магнитное поле, которое взаимодействует с ферромагнитным диском 2 и приводит в колебательное движение образец. Во второй катушке 4, служащей приемником, создается э.д.с., которая усиливается и регистрируется. Взаимное расположение датчика и дисков определяет тип колебаний. При расположении, показанном на рис. 5.12, а, возбуждаются продольные колебания. Могут они быть также изгибными и даже крутильными.

Для измерения малого внутреннего трения метод, представленный на рис. 5.12, а, мало пригоден. Ферромагнитные диски вносят дополнительный вклад в общий фон внутреннего трения. Кроме того, этот метод мало пригоден при измерениях в области высоких температур.

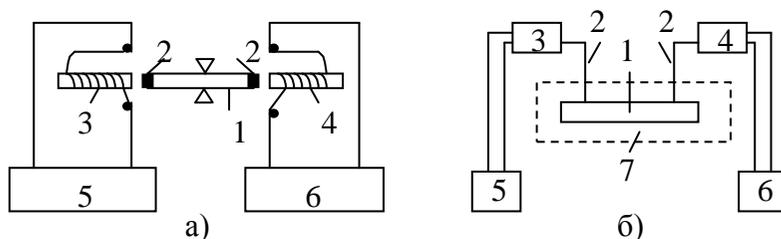


Рис. 5.12. Электромагнитный способ возбуждения колебаний:

Схема а: 1 – образец; 2 – ферромагнитные пластины; 3 – датчик; 4 – приемник; 5 – генератор; 6 – усилитель и осциллограф. Схема б: 1 – образец; 2 – упругий подвес; 3 – датчик; 4 – приемник; 5 – генератор; 6 – усилитель и осциллограф; 7 – печь или холодильник

Методика, представленная на рис. 5.12, б, была предложена Фёрстером (1937 г.). Колебания к образцу передаются через проволочный подвес. Через другой подвес

колебания передаются на регистрирующее устройство. Этот способ удобен для измерения внутреннего трения при высоких температурах: подвесы выводятся из нагревательного устройства, и вся электрическая часть находится в условиях комнатной температуры. Таким образом, эта методика позволяет измерять внутреннее трение материалов в интервале температур от 4 до 1000 К.

### 5.3.4. Измерение затухания в твердых телах в области частот $10^6$ - $10^9$ Гц

#### 5.3.4.1. Импульсный эхо-метод

Импульсная методика затухания ультразвука стала применяться сравнительно недавно. Суть этой методики заключается в следующем.

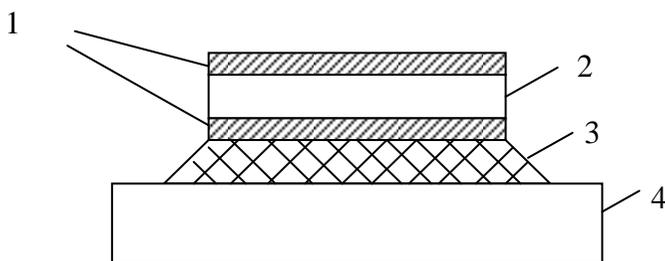


Рис. 5.13. Схематичное изображение образца, склейки и преобразователя с нанесенными на него электродами

Для измерения затухания в образец перпендикулярно его плоскопараллельным граням вводится достаточно короткий (по сравнению с временем прохождения звука по образцу) высокочастотный ультразвуковой импульс (рис. 5.13).

Наблюдая многократные отражения этого импульса от параллельных торцов образца, можно судить, как быстро в зависимости от времени и пройденного расстояния последовательно отражающиеся импульсы затухают по амплитуде. Для введения звукового импульса используется кварцевый преобразователь, который приклеивается к одному из плоскопараллельных торцов образца. Радиопульс от передатчика, работающего на основной частоте преобразователя, прикладывается к двум параллельным плоскостям пластинки преобразователя, и в ней в результате пьезоэлектрического эффекта возбуждается упругая волна, которая распространяется в образец. При работе на «отражение» такой одиночный преобразователь является одновременно и источником исходного импульса и приемником всех последовательных отражений зондирующего импульса. При работе «на прохождение» в качестве приемника нужно использовать второй преобразователь на противоположном торце образца. С помощью кварцевого преобразователя можно возбуждать как продольные, так и поперечные волны.

Исходный импульс, пройдя по образцу, почти полностью отражается от противоположной границы образец-воздух и возвращается к границе образец-преобразователь, откуда почти вся энергия колебания, за исключением лишь небольшой её части, снова отражается в образец. Малая часть энергии отраженного импульса с помощью преобразователя превращается обратно в электрический сигнал. Этот электрический сигнал усиливается и наблюдается на осциллографе. С каждым прохождением упругой волны по образцу часть её энергии поглощается и благодаря рассеянию уходит из звукового пучка. На экране осциллографа наблюдается серия отражений, убывающих по амплитуде.

Если энергия, теряемая в месте склеивания преобразователя с образцом, а также потери, связанные с дифракцией и рассеянием ультразвукового пучка, малы по

сравнению с потерями звуковой энергии в материале образца, то скорость спада амплитуд последовательных отражений может служить мерой затухания упругих волн в образце.

Рассеяние энергии может быть охарактеризовано коэффициентом затухания  $\alpha$ , если затухание характеризуется огибающей высокочастотной волны. В этом случае для определения  $\alpha$  можно воспользоваться соотношением

$$A(x) = A_0 e^{-\alpha x}, \quad (5.25)$$

$$\ln A(x) = \ln A_0 - \alpha x .$$

Составим разность таких выражений для двух различных точек  $x_1$  и  $x_2$  ( $x_1$  – координата начала образца и  $x_2$  – координата второго конца образца). Тогда  $x_1 < x_2$

$$\ln A(x_1) - \ln A(x_2) = \ln A_0 - \alpha x_1 - (\ln A_0 - \alpha x_2) = \ln A_0 - \ln A_0 - \alpha x_1 + \alpha x_2$$

Отсюда

$$\alpha = \frac{1}{x_2 - x_1} \ln \left[ \frac{A(x_1)}{A(x_2)} \right] \frac{\text{непер}}{\text{ед. длины}}, \quad (5.26)$$

где  $A(x_1)$  и  $A(x_2)$  – амплитуды импульсов в начальный и конечный момент измерения соответственно 1 непер – это такое затухание, когда амплитуда колебаний уменьшается в «е» раз. (1 дб/ед.длины = 8,68 непер/ед.длины).

Между коэффициентом затухания  $\alpha$  и логарифмическим декрементом  $\delta$  существует следующее соотношение:

$$\delta = \frac{\alpha(\text{нп/см}) \cdot v(\text{см/с})}{v(1/\text{с})}. \quad (5.27)$$

Для возбуждения (генерации) продольных волн применяют кварц х-среза, а для сдвиговых волн – кварц у-

среза. При работе обычно используют несколько гармоник кварцевой пластины. Так, имея кварцевую пластину с основной частотой 20 МГц, можно работать на частотах до 1000 МГц. Хотя конструкция такого типа сама по себе проста, необходимо обращать особое внимание на точность изготовления рабочих поверхностей образца, особенно при работе на частотах выше 100 МГц. Рабочие поверхности должны быть плоскими с точностью до  $100 \text{ \AA}$ , а отклонение от параллельности плоскостей не должно быть более  $10''$ .

Важную роль играет качество склейки датчика с образцом. Среди имеющихся сортов клея наилучшие результаты дают клеи на основе полистирола. Клей на основе полистирола пригоден как для продольных, так и для сдвиговых волн. Если в процессе измерения происходят значительные изменения температуры, то для склейки нужно применять другие материалы. При низких температурах пользуются кремнийорганическими жидкостями.

#### **5.3.4.2. Импульсный метод для измерения скорости звука и коэффициента поглощения**

Структурная схема высокочастотной импульсной установки представлена на рис. 5.14. Она предназначена для измерения скорости звука и коэффициента поглощения в образце. Принцип действия установки заключается в непрерывной регистрации разности времени прохождения акустического импульса через исследуемый образец и через эталонную акустическую линию задержки. Коэффициент поглощения  $\alpha$  определяют, сравнивая на экране осциллографа амплитуду импульса после однократного прохождения через образец с амплитудой импульса, прошедшего через образец  $n$  раз. Импульсы задающего генератора 4 поступают на излучающие пьезопреобразователи ( $3, 3'$ ) измерительной и эталонной линии, где они преобразуются в импульсы

ультразвуковых колебаний с частотой, равной резонансной частоте пьезопреобразователя.

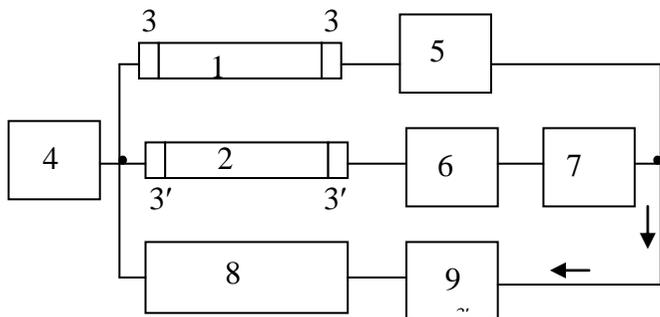


Рис. 5.14. Структурная схема высокочастотной импульсной установки:

- 1 – образец; 2 – эталонная акустическая линия задержки;  
 3, 3' – пьезокварцевые пластины; 4- генератор;  
 5, 6 – усилители; 7 – схема формирования;  
 8 – схема электронной задержки; 9 – осциллограф

Одновременно импульс генератора подается на схему электронной задержки 8, предназначенную для запуска развертки осциллографа 9, незадолго до прихода импульсов с измерительной и эталонной линий. Импульсы, прошедшие через измерительную и эталонную линии, преобразуются приемными преобразователями и поступают на усилители 5,6. Импульсы измерительной линии после прохождения усилителя 5 и эталонной линии после прохождения усилителя 6 и схемы формирования подаются на осциллограф, где просматриваются на его экране в виде вертикальных всплесков. Разность времени между приходом импульсов эталонной и измерительной линий фиксируется визуально.

Таким образом, окончательную продолжительность прохождения акустического импульса через измеряемый образец определяют суммированием времени прохождения

через эталонную линию и отрезка времени на линии развертки между передними фронтами эталонного и измерительного импульсов. Датчик с исследуемым образцом контактирует через слой кремнийорганического или трансформаторного масла.

Формула для определения скорости звука имеет вид

$$C = C_{\text{эт}} \left( 1 - \frac{\text{tn}C_{\text{эт}}}{\lambda_0} \right), \quad (5.28)$$

где  $C_{\text{эт}}$  – скорость звука в эталонной линии;  $\lambda_0$  - длина образца;  $t$  – период следования калибровочных меток;  $n$  – число периодов калибровочного напряжения, отсчитанных между принятыми сигналами.

Коэффициент затухания можно определить по следующему выражению:

$$\alpha = \frac{1}{2\pi\lambda_0} \ln \frac{U_0}{U_n} + \frac{1}{\lambda_0} \ln \frac{(\rho c)_{\text{эт}} - (\rho c)_{\text{об}}}{(\rho c)_{\text{эт}} + (\rho c)_{\text{об}}}, \quad (5.29)$$

где  $U_n$ - амплитуда импульса, прошедшего  $n$  раз двойную длину  $\lambda_0$  образца;  $(\rho c)_{\text{эт}}$ ,  $(\rho c)_{\text{об}}$  - акустические сопротивления преобразователей измерительной линии и исследуемой среды.

Импульсный метод применяется часто. Если используются частоты выше 5-10 МГц, то для измерения могут использоваться образцы малых размеров, что имеет определенные преимущества. К сожалению, при этом не всегда можно пренебречь дифракционными потерями. Это особенно относится к измерениям затухания звука в материале с малым коэффициентом затухания.

### **5.3.5. Выбор методики и оценка ошибок при измерении внутреннего трения**

При изучении внутреннего трения в конкретном материале чрезвычайно важным является выбор методики измерения, так как от выбора зависит надежность и достоверность экспериментальных данных. Выбор метода и конструкция установки определяется характером поставленной задачи, природой изучаемого материала и физического явления.

Например, использование низкочастотного крутильного маятника оправдано, если проводится исследование термически активируемых процессов. Этот метод позволяет получать непрерывный спектр внутреннего трения в зависимости от температуры в интервале температур от 4,2 до 1500 К. Таким образом, процессы, активируемые температурой, проявляют себя и появляется возможность их наблюдать и изучать, не нарушая внутренней структуры объекта. Достоинством этого метода является также то, что имеется возможность производить измерения при больших амплитудах деформации, т.е. активировать некоторые процессы с помощью большого поля напряжений.

Высокочастотные методы в большинстве своем не позволяют получать температурный спектр затухания упругих колебаний, однако позволяют получать сведения о взаимодействии фононов с электромагнитным полем электронов и ионов, взаимодействие звуковых волн с магнитными моментами атомов, спинами магнитных моментов электронов и т.д.

Свойства материала оказывают решающее влияние на выбор методики. В самом деле, бесполезно применять высокочастотные методы к исследованию пористых, мелкозернистых материалов. Затухание в них настолько велико, что сигнал любой мощности быстро рассеивается. В то же время вряд ли имеет смысл использовать низкочастотную

методику для изучения процессов с длительностью изменения  $10^{-9}$ - $10^{-10}$  сек.

Для получения надежных данных  $Q^{-1}$  следует обратить особое внимание на конструкцию и исполнение установки для измерения затухания. Нужно полностью исключить или свести к минимуму потери энергии, не связанные с рассеянием энергии в материале образца. Это, прежде всего, потери, обусловленные проскальзыванием образца в зажимах; энергия, рассеиваемая в местах крепления датчиков (пьезодатчики, проволочные подвесы и т.д.), а также потери за счет демпфирования окружающей средой. Система крепления образца должна быть достаточно жесткой, исключая сухое трение в сочленениях. Для уменьшения акустических потерь колеблющуюся систему нужно помещать в вакуум с давлением не выше  $10^{-4}$  Торр.

При любом методе измерений величина  $Q^{-1}$  не является точной. Ошибка измерения  $\Delta Q^{-1}$  складывается из систематической ошибки, обусловленной погрешностями измерительных приборов, и случайной ошибки, связанной с неконтролируемыми изменениями окружающих условий и субъективными особенностями экспериментатора.

Вполне понятно, что систематическая ошибка измерения различна для разных установок на основе одного и того же метода. Так, например, при измерении декремента затухания крутильного маятника можно пользоваться визуальным отсчетом «зайчика» на полупрозрачной шкале, а также использовать дискриминатор и электромеханический счетчик числа колебаний. Период колебаний крутильного маятника можно измерять секундомером или электронным частотомером. Погрешность измерений будет различной.

Предельная относительная ошибка может быть найдена по следующей формуле

$$\frac{\Delta Q^{-1}}{Q^{-1}} = \frac{\Delta \varepsilon_1}{\varepsilon_1 \ln \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}}} + \frac{\Delta \varepsilon_{n+1}}{\varepsilon_{n+1} \ln \frac{\varepsilon_1}{\varepsilon_{n+1}}} + \frac{\Delta n}{n}. \quad (5.30)$$

Видно, что величина ошибки зависит от значения измеряемого внутреннего трения. При увеличении  $Q^{-1}$  уменьшается число колебаний  $N$  между фиксированными уровнями  $\varepsilon_1$  и  $\varepsilon_2$  и ошибка возрастает (см. рис. 5.15).

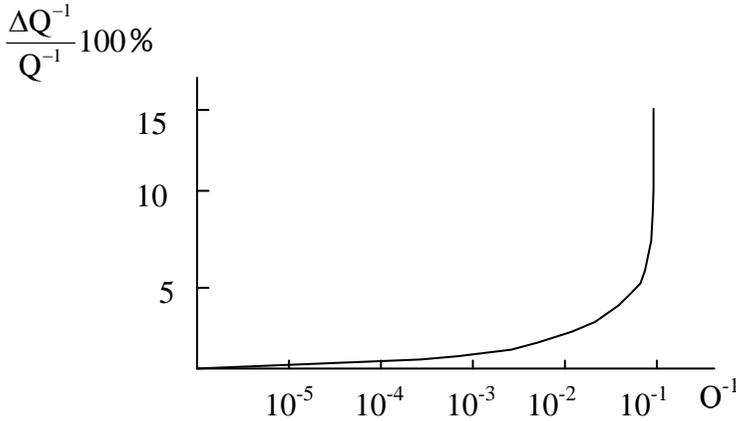


Рис. 5.15. Зависимость относительной погрешности измерений  $\Delta Q^{-1}/Q^{-1}$  от величины внутреннего трения

Ошибка определения  $Q^{-1}$  по методу затухающих колебаний зависит от отношения амплитуд и уменьшается с увеличением этого отношения. При  $Q^{-1} \approx 0,1$  ошибка становится слишком большой и измерения этим методом теряет смысл.

В заключение следует отметить необходимость развития работ, связанных с разработкой высокочастотных методик на частотах  $10^{10}$ - $10^{12}$  Гц. Наиболее целесообразно использование для генерации гиперзвука тонких пленочных пьезоэлектрических преобразователей.

## 5.4. Применение метода ВТ для исследования твердых тел

### 5.4.1. Феноменологическое описание релаксационных процессов

Приложенное к твердому телу напряжение вызывает релаксационные процессы. Рассмотрим феноменологические основы тех процессов, которые возникают при упругом деформировании. Пусть мы имеем твердое тело, к которому в момент времени  $t = 0$  прикладывается  $\sigma$  и поддерживается постоянным в течение некоторого периода времени. Деформация, отвечающая приложенному напряжению, возникает не сразу. Мгновенно возникает упругая компонента деформации  $\varepsilon_y$ , а конечное значение деформации  $\varepsilon_k$  достигается через некоторое время. Скорость приближения к равновесной деформации  $\varepsilon_k$  тем больше, чем значительнее отклонение от равновесного состояния, т.е.

$$\dot{\varepsilon} = \frac{1}{\tau_\sigma} (\varepsilon_k - \varepsilon_y). \quad (5.31)$$

Из выражения (5.31) выявляется смысл  $\tau_\sigma$ . Оно представляет собой время, необходимое для достижения равновесного значения деформации при постоянном напряжении. На рис. 5.16 представлена зависимость деформации от времени при постоянном  $\sigma$ .

На рис. 5.17 приведен график зависимости  $\sigma - \varepsilon$  в процессе нагружения и разгрузки образца. Некоторое время при деформировании образец остается под постоянной нагрузкой. Тангенс угла наклона линии  $OM_n$  дает модуль упругости материала образца, в котором ещё не успела произойти полная деформация. Этот модуль отвечает адиабатическому процессу формирования, при котором релаксация не успела осуществиться. Модуль называется адиабатическим или нерелаксированным модулем упругости ( $M_n$ ). Затем напряжение не снимаем, а оставляем постоянным.

В этот период времени деформация растёт и достигает своего конечного значения  $\epsilon_k$ .

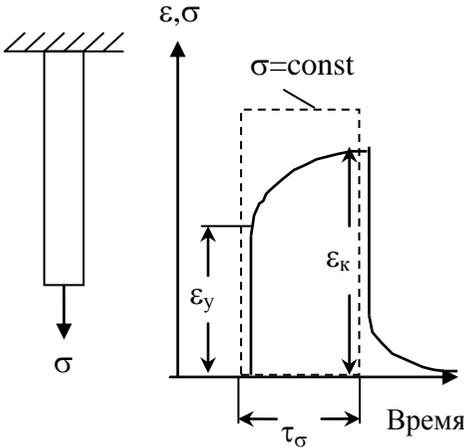


Рис. 5.16. Зависимость деформации от времени для релаксационного процесса

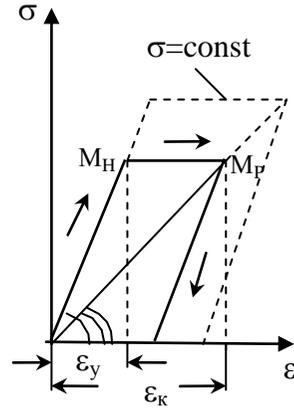


Рис. 5.17. Зависимость  $\sigma - \epsilon$  при постоянном напряжении  $\sigma$

Наклон линии  $OM_p$  даёт значение модуля упругости материала образца, в котором деформация достигла своего равновесного значения в связи с окончанием релаксационного процесса. Если проводить деформирование очень медленно, т.е. так, чтобы время деформирования было значительно больше времени протекания релаксационного процесса, то величина модуля упругости  $M_p$  меньше, чем  $M_n$ . Модуль  $M_p$  называют релаксированным или изотермическим модулем упругости. В области упругих деформаций конечное значение модуля всегда соответствует релаксированному модулю упругости  $M_p$ .

Возможна и обратная постановка опыта. Создадим в какой-то момент времени деформацию  $\epsilon_k$  и будем её

поддерживать постоянной (рис. 5.18). Для того, чтобы поддерживать деформацию неизменной, т.е. иметь  $\varepsilon = \text{const}$ , в процессе опыта необходимо снижать напряжение. Скорость уменьшения напряжения будет тем больше, чем больше приложенное напряжение отличается от равновесного значения  $\sigma_k$ . Этот процесс можно записать следующим образом:

$$\dot{\sigma} = -\frac{1}{\tau_\varepsilon} (\sigma_y - \sigma_k). \quad (5.32)$$

Посмотрим, какие изменения происходят с напряжением  $\sigma$  и деформацией  $\varepsilon$  в процессе достижения равновесного значения, т.е. релаксации.

Здесь  $\tau_\varepsilon$ , имеющая размерность времени, называется временем релаксации напряжения при постоянной деформации. Зависимость между напряжением и деформацией дается диаграммой на рис. 5.19. Видно, что и в данном случае следует различать два модуля упругости – релаксированный и нерелаксированный.

Учитывая, что конечные значения напряжения и деформации пропорциональны друг другу, можно записать обычный закон Гука

$$\sigma_k = M_p \varepsilon_k. \quad (5.33)$$

Из уравнения (5.31) и (5.32) выражаем  $\varepsilon_k$  и  $\sigma_k$ :

$$\begin{aligned} \dot{\sigma}_\sigma &= \varepsilon_k - \varepsilon_y, & \varepsilon_k &= \varepsilon_y + \dot{\sigma}_\sigma \\ \dot{\sigma}_\varepsilon &= -(\sigma_y - \sigma_k), & \sigma_k &= \sigma_y + \dot{\sigma}_\varepsilon \end{aligned}$$

Подставляя значения  $\varepsilon_k$  и  $\sigma_k$  в уравнение (5.33), получаем уравнение релаксации

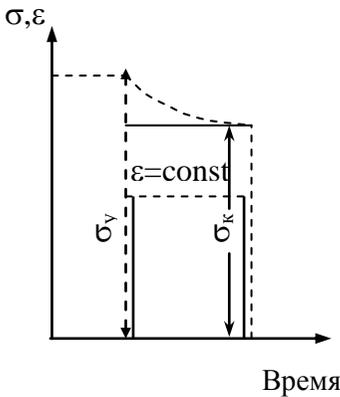


Рис. 5.18. Зависимость  $\epsilon$ - $\sigma$  от времени для релаксационного процесса

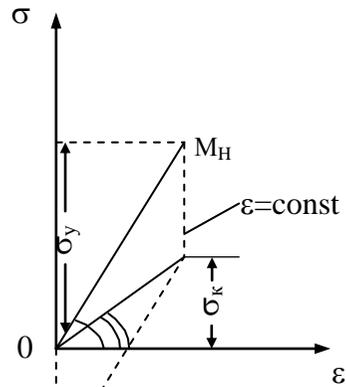


Рис. 5.19. Диаграмма зависимости между напряжением и деформацией

$$\sigma + \tau_{\epsilon} \dot{\epsilon} = M_p (\epsilon + \tau_{\sigma} \dot{\sigma}) . \quad (5.34)$$

Это линейное и однородное уравнение связывает напряжение, деформацию и их первые производные по времени. Производные характеризуют скорость протекания релаксационных процессов. Твердые тела, поведение которых подчиняется уравнению (5.34), называют стандартными линейными твердыми телами.

Практическое изучение тех деформаций, которые возникают при действии постоянных малых упругих напряжений, затруднено вследствие малости и краткости времен релаксаций. Поэтому прибегают к динамическим методам изучения релаксационных процессов, накладывая синусоидальную нагрузку на образец. Наличие релаксационного процесса приводит к тому, что кривая деформации сдвинута по фазе на угол  $\phi$  по отношению к

кривой напряжения (см. рис.5.20, а). За период колебания кривая напряжение-деформация описывает некоторую петлю (рис. 5.20, б).

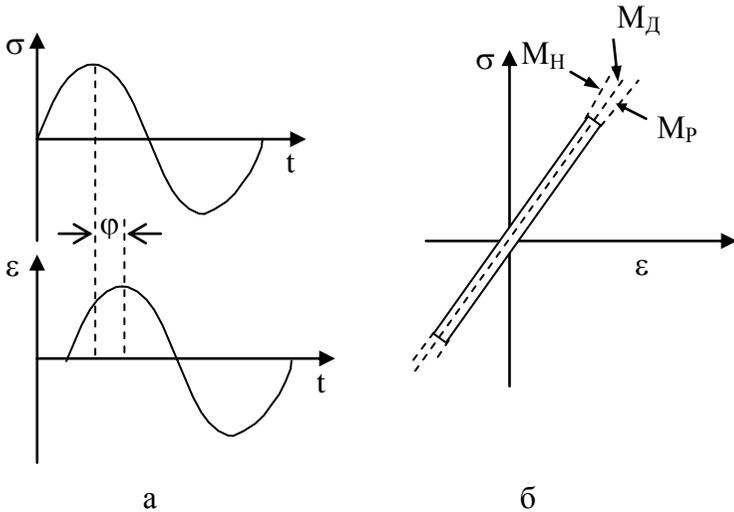


Рис. 5.20. а - графическое изображение кривых напряжения и деформации в зависимости от времени при наличии релаксационного процесса;  
 б - петля гистерезиса, возникающая при циклическом нагружении твердого тела

Поведение материала при действии переменной нагрузки характеризуют две величины: угол сдвига фаз  $\varphi$  между напряжением и деформацией и средний наклон оси петли  $\sigma - \epsilon$ , отвечающий динамическому модулю упругости ( $M_D$ ). Угол сдвига фаз  $\varphi$  непосредственно связан с потерей энергии при деформировании за цикл, т.е. с площадью петли  $\sigma$ - $\epsilon$ .

В зависимости от частоты деформирования угол сдвига фаз между напряжением и деформацией будет меняться. При малой частоте релаксационный процесс успевает пройти (изотермический случай) и потери энергии за цикл окажутся незначительными. Динамический модуль в этом случае приближается к релаксированному.

При высоких частотах приложенных колебаний, когда времена релаксации значительно больше, чем период колебания циклического напряжения (адиабатический случай), дополнительная деформация не успевает возникнуть и динамический модуль стремится к нерелаксированному. При совпадении периода колебаний со временем протекания релаксационного процесса наблюдается максимальная площадь петли механического гистерезиса и возникают наибольшие потери.

Аналогичные закономерности можно получить аналитически. Будем считать, что напряжение и деформация являются периодическими функциями времени, т.е.

$$\sigma(t) = \sigma e^{i\omega t} \quad \text{и} \quad \varepsilon(t) = \varepsilon e^{i\omega t}. \quad (5.35)$$

Подставим выражение (5.35) в уравнение (5.34)

$$\sigma e^{i\omega t} + \tau_{\varepsilon} i \omega \sigma e^{i\omega t} = M_p (\varepsilon e^{i\omega t} + \tau_{\sigma} i \omega \varepsilon e^{i\omega t}),$$

отсюда

$$\sigma(1 + i\omega\tau_{\varepsilon}) = M_p \varepsilon(1 + i\omega\tau_{\sigma}), \quad (5.36)$$

находим комплексный модуль  $M_k$

$$M_k = \frac{\sigma}{\varepsilon} = M_p \frac{1 + i\omega\tau_{\sigma}}{1 + i\omega\tau_{\varepsilon}}. \quad (5.37)$$

Внутреннее трение и динамический модуль можно найти следующим образом. Тангенс угла сдвига фаз между напряжением и деформацией определяется отношением мнимой и вещественной частей комплексного модуля. Для этого комплексный модуль нужно выразить таким образом, чтобы выделить вещественную и мнимую часть. С этой целью выражение для комплексного модуля умножим и разделим на сопряженное число  $(1 + i\tau_\varepsilon \omega)$ :

$$M_\kappa = M_p \frac{(1 + i\tau_\sigma \omega)}{(1 + i\tau_\varepsilon \omega)} \left( \frac{(1 - i\tau_\varepsilon \omega)}{(1 - i\tau_\varepsilon \omega)} \right) = M_p \frac{1 + \omega^2 \tau_\varepsilon \tau_\sigma}{1 + \tau_\varepsilon^2 \omega^2} + iM_p \frac{\omega(\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 + \tau_\varepsilon^2 \omega^2}.$$

Отсюда

$$\operatorname{tg} \varphi = \frac{\omega(\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 + \omega^2 \tau_\sigma \tau_\varepsilon} = Q^{-1}. \quad (5.38)$$

Динамический модуль  $M_d$  можно получить путем умножения и деления величины комплексного модуля на сопряженное число  $(1 - i\tau_\sigma \omega)$ :

$$M_d = M_p \frac{(1 + i\tau_\sigma \omega)}{(1 + i\tau_\varepsilon \omega)} \left( \frac{(1 - i\tau_\sigma \omega)}{(1 - i\tau_\sigma \omega)} \right) = M_p \frac{1 + \tau_\sigma^2 \omega^2}{1 + \tau_\sigma \tau_\varepsilon \omega^2}. \quad (5.39)$$

Если  $\omega \rightarrow 0$ , то  $M_d = M_p$ .

Если  $\omega \rightarrow \infty$ , то  $M_d = M_H = M_p \frac{\tau_\sigma}{\tau_\varepsilon}$ , так как

$$M_p \frac{1 + \tau_\sigma^2 \omega^2}{1 + \tau_\varepsilon \tau_\sigma \omega^2} = M_p \frac{\tau_\sigma^2 \left( \frac{1}{\tau_\sigma^2} + \omega^2 \right)}{\tau_\varepsilon \tau_\sigma \left( \frac{1}{\tau_\varepsilon \tau_\sigma} + \omega^2 \right)} = M_p \frac{\tau_\sigma}{\tau_\varepsilon}; \quad (5.40)$$

считая  $\frac{1}{\tau_\sigma^2} + \omega^2 \rightarrow \infty$ , из (5.38) находим

$$tg \varphi = \frac{\omega(\tau_\sigma - \tau_\varepsilon)}{1 + \omega^2 \tau_\varepsilon \tau_\sigma} = \frac{\omega \left( \frac{M_H \tau_\varepsilon}{M_p} - \tau_\varepsilon \right)}{1 + \tau_\sigma \tau_\varepsilon \omega^2} = \frac{\omega \tau_\varepsilon \left( \frac{M_H - M_p}{M_p} \right)}{(1 + \tau_\sigma \tau_\varepsilon \omega^2)}.$$

Учитывая, что  $\tau = \sqrt{\tau_\varepsilon \tau_\sigma}$  и  $\Delta = \frac{M_H - M_p}{M_p}$  - степень релаксации

или дефект модуля

$$tg \varphi = Q^{-1} = \Delta \frac{\omega \tau}{1 + \omega^2 \tau^2}. \quad (5.41)$$

При  $\omega \tau = 1$   $Q^{-1} = \frac{\Delta}{2}$ , т.е. внутреннее трение максимально.

Уравнение (5.41) дает теоретическую кривую внутреннего трения, определяемую одним релаксационным процессом и единственным временем релаксации  $\tau$ . Для реального твердого тела, даже при наличии одного релаксационного процесса, форма максимума может существенно отличаться от теоретической вследствие флуктуаций времени релаксации в различных точках исследуемого объекта. Эти флуктуации определяются конкретным движением атомов и связаны с неоднородностью структуры, состава, дефектностью и т.д. Поэтому при данной температуре и частоте колебаний максимум внутреннего трения будет складываться из ряда максимумов, смещенных друг относительно друга по оси абсцисс. Кроме того, в определенной области частот (или температур) могут действовать одновременно два релаксационных процесса или несколько, которые характеризуются различными механизмами поглощения энергии колебаний. В этом случае значительно меняется не только ширина, но и форма максимумов.

Таким образом, в реальных твердых телах частотная зависимость внутреннего трения характеризуется наложением

(суперпозицией) релаксационных процессов и представляет собой релаксационный спектр (см. рис. 5.22).

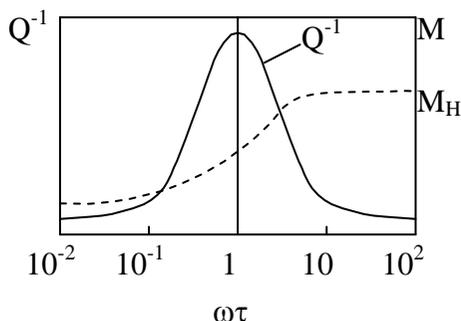


Рис. 5.21. Зависимость затухания механических колебаний (внутреннего трения) и динамического модуля от  $\omega\tau$

. Возможен и более сложный случай, когда один механизм релаксации влияет на другой. Взаимодействие релаксационных процессов может вызвать значительно более сильное искажение формы кривой внутреннего трения, чем простое наложение релаксаций. Например, при изучении внутреннего трения сильно деформированного металла или сплава с большим количеством выделений второй фазы наблюдается весьма сложная форма кривых затухания, свидетельствующая о взаимодействии релаксационных процессов.

На рис. 5.22 представлен рассчитанный Зинером релаксационный спектр затухания механических колебаний в металлах при  $20^\circ\text{C}$ . Различные механизмы дают свой вклад в общий спектр затухания. Если изменить, например, температуру опыта, то, следовательно, и изменится вид спектра затухания. Один вид затухания может исчезнуть, а другой возникнуть. Сложная форма механического спектра затухания обуславливает трудности при интерпретации полученных результатов. Картина спектра усложняется также за счет воз-

действия других видов полей: магнитного, электромагнитного, гравитационного, температурного и т.д.

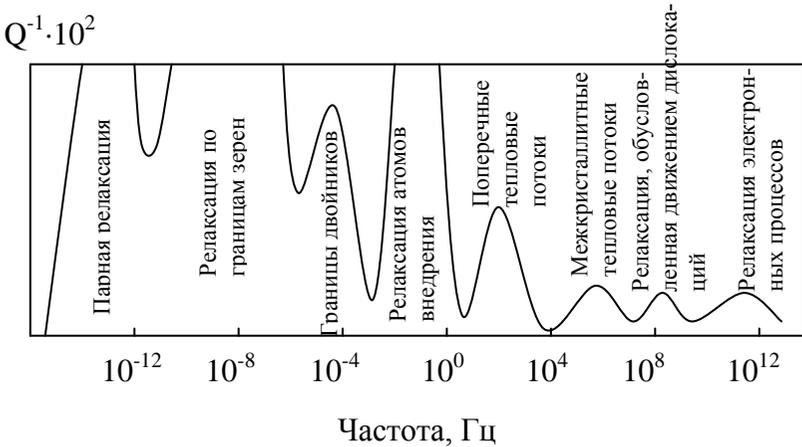


Рис. 5.22. Релаксационный спектр затухания металлов при  $20^{\circ}\text{C}$ , обусловленный различными видами механизмов затухания

К сожалению, экспериментальное получение механических спектров затухания очень трудно, и до сих пор полной картины мы не имеем даже для чистых металлов. Однако развитие методов внутреннего трения позволяет надеяться на успех в этом деле.

### 5.4.2. Определение энергии активации релаксационных процессов

Релаксационные явления в твердых телах вызываются различного рода процессами, которые проявляются под действием знакопеременных напряжений. Времена релаксации связаны с природой материала и его состоянием. Зинер теоретически рассчитал времена релаксации для ряда

процессов, которые возможны в твердом теле. Делалось это из условия

$$\omega\tau = 1, \quad (5.42)$$

где  $\omega$  - круговая частота и  $\tau$  - время релаксации. Если  $\omega\tau = 1$ , то согласно (5.41) величина внутреннего трения должна быть максимальна. Если мы имеем экспериментальную кривую внутреннего трения с максимумом, то время релаксации, связанное с протеканием этого процесса, достаточно просто найти, зная частоту колебаний образца.

Для релаксационных явлений, связанных с атомной или молекулярной перестройкой, время релаксации зависит от температуры по экспоненциальному закону, т.е.

$$\tau = \tau_0 \exp(H/RT), \quad (5.43)$$

где  $H$  - энергия активации рассматриваемого процесса;  $\tau_0$  - некоторый временной параметр;  $T$  - температура, К. Условие появления максимума  $Q^{-1}(T)$  согласно (5.42) и (5.43) имеет вид

$$\omega\tau_0 \exp(H/RT) = 1, \quad (5.44)$$

$R$  - универсальная газовая постоянная.

Из этой формулы вытекает несколько способов определения энергии активации релаксационных процессов, вызывающих появление пиков на кривой  $Q^{-1}(T)$ .

#### **5.4.2.1. Определение энергии активации по смещению положения максимума**

В случае частотного сдвига пика внутреннего трения сначала измеряют внутреннее трение в зависимости от температуры на какой-то вполне определенной частоте. Изменение температуры приводит к изменению времени  $\tau$

согласно уравнению (5.43). Проходя весь интервал температур на одной и той же частоте, можно обнаружить ряд релаксационных максимумов, которые удовлетворяют условию (5.42). Затем изменяют частоту колебаний образца в 5-10 или более раз и вновь измеряют температурную зависимость внутреннего трения. Экспериментально получают две кривые  $Q^{-1}(T)$ , которые расположены так, как показано на рис. 5.23. Вследствие изменения частоты максимум смещается по шкале температур на интервал  $\Delta T = T_2 - T_1$ , где  $T_1$  и  $T_2$  температурное положение максимумов, соответствующее частотам  $\omega_1$  и  $\omega_2$ . Соотношение (5.44) для двух разных частот можно записать следующим образом:

$$\omega_1 \tau_0 \exp(H/RT_1) = 1,$$

$$\omega_2 \tau_0 \exp(H/RT_2) = 1,$$

или

$$\omega_1 \exp(H/RT_1) = \omega_2 \exp(H/RT_2),$$

$$H(1/RT_1 - 1/RT_2) = \ln \omega_2 / \omega_1.$$

Отсюда

$$H = \frac{RT_1 T_2}{T_2 - T_1} \ln \frac{\omega_2}{\omega_1}. \quad (5.45)$$

Если известны  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $\omega_1$  и  $\omega_2$  можно легко определить и  $\tau_0$  по формуле

$$\ln \tau_0 = \frac{1}{2} \frac{H}{R} \left( \frac{T_1 + T_2}{T_1 T_2} \right) - \frac{1}{2} \ln \frac{\omega_1}{\omega_2} \quad (5.46)$$

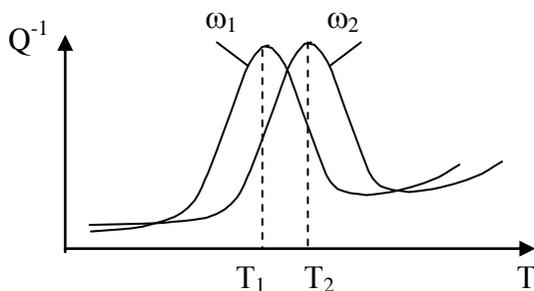


Рис. 5.23. Максимумы внутреннего трения, полученные на частотах  $\omega_1$  и  $\omega_2$

Для вычисления энергии активации  $H$  по (5.45) с достаточной точностью необходимо изменять частоту на несколько порядков. Поскольку измерения проводятся на одной установке, то изменить частоту более чем на порядок бывает затруднительно. Поэтому величина  $\Delta T$  оказывается довольно малой ( $\sim 20$ - $30$  К). Вследствие неопределенности определения температуры максимума величина ошибки при определении  $H$  может достигать 20 и более %. Повысить точность измерения  $H$  можно при ее определении по тангенсу угла наклона зависимости частоты от обратной температуры положения максимума в координатах  $\ln\omega=f(1/T)$  (полученных на различных частотах) или определяя  $\Delta T$  как сдвиг максимума. Этому, однако, мешают два обстоятельства. Изменение частоты приводит к расширению реального максимума на кривой  $Q^{-1}$ . Кроме того, часто уменьшается высота максимума, что связано с зависимостью степени релаксации  $\Delta$  от температуры, а также с наличием спектра времен релаксации. Для более точного определения температуры максимума их строят за вычетом фона внутреннего трения (см. рис. 5.24).

Если имеется спектр времен релаксации, вычисление  $H$  по выражению (5.45) дает усредненную энергию активации.

Построение максимумов внутреннего трения за вычетом фона дает возможность установить, имеется ли спектр энергий активаций или нет. Если изменение частоты не приводит к изменению формы максимума на кривой  $Q^{-1}(T)$ , то процесс характеризуется одной энергией активации. В противном случае имеется спектр энергий  $H_i$ .

Если релаксационный процесс определяется одним временем релаксации, то полуширина максимума  $\Delta_n(1/T)$  определяется по выражению

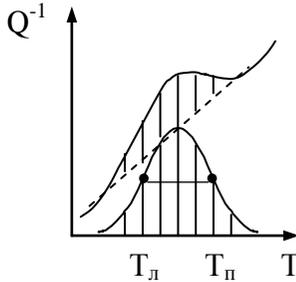


Рис. 5.24. Построение максимума за вычетом фона из кривой температурной зависимости  $Q^{-1}$

$$\Delta_n \left( \frac{1}{T} \right)_{теор} = \frac{R}{H} \ln \frac{2 + \sqrt{3}}{2 - \sqrt{3}} . \quad (5.47)$$

Сравнивая экспериментальную полуширину максимума  $Q^{-1}$  с теоретической, определяемой по выражению (5.47), оценивают уширение пика внутреннего трения. Экспериментальная полуширина максимума определяется по выражению

$$\Delta_n \left( \frac{1}{T} \right)_{экс} = \frac{1}{T_l} - \frac{1}{T_n} , \quad (5.48)$$

где  $T_{л}$  и  $T_{п}$  – температуры, соответствующие точкам на полуширине максимума внутреннего трения с левой и правой стороны.

#### 5.4.2.2. Определение энергии активации по форме максимума внутреннего трения

Этот способ определения  $H$  заключается в использовании низкотемпературной или высокотемпературной ветви (за вычетом фона) пика  $Q^{-1}(T)$ . Действительно, из формул  $Q_{\max}^{-1} = \frac{1}{2} \Delta$  и  $Q^{-1} = \Delta \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}$  можно записать

$$Q^{-1} = \frac{2Q_{\max}^{-1}\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2}. \quad (5.49)$$

Тогда из формул (5.43) и (5.49) следует для низкотемпературной ветви пика ( $\omega\tau \gg 1$ )

$$Q^{-1} \sim \exp\left(+\frac{H}{RT}\right), \quad (5.50)$$

для высокотемпературной ветви пика ( $\omega\tau \ll 1$ )

$$Q^{-1} \sim \exp\left(-\frac{H}{RT}\right). \quad (5.51)$$

Из формул (5.50) и (5.51) следует, что  $H$  можно определить по углу наклона низкотемпературной или высокотемпературной ветви пика  $Q^{-1}(T)$  в координатах  $\ln Q^{-1} - 1/T$ . Этот способ определения  $H$  следует применять только для хорошо выраженных узких пиков.

### 5.4.2.3. Определение энергии активации по полувысоте релаксационного максимума

Этот способ вычисления  $H$  основан на определении полувысоты пика  $\frac{1}{2} Q_{\max}^{-1} = \frac{\Delta}{4}$ . Тогда, учитывая (5.43), можно записать

$$\frac{\Delta}{4} = \Delta \frac{\omega \tau_0 \exp(H/RT_{1/2})}{1 + \omega^2 \tau_0^2 \exp(2H/RT_{1/2})}, \text{ или}$$

$$\frac{1}{4} = \frac{\omega \tau_0 \exp(H/RT_{1/2})}{1 + [\omega \tau_0 \exp(H/RT_{1/2})]^2}. \quad (5.52)$$

Здесь  $T_{1/2}$  - температура на половине высоты максимума со стороны низких температур (рис. 5.25).

С другой стороны, из выражения

$$\omega \tau_0 \exp(H/RT_{\max}) = 1$$

имеем

$$\omega \tau_0 = \exp(-H/RT_{\max}). \quad (5.53)$$

Подставим (5.53) в (5.52), получим

$$\frac{1}{4} = \frac{\exp\left[\frac{H}{R}\left(\frac{1}{T_{1/2}} - \frac{1}{T_{\text{макс}}}\right)\right]}{1 + \exp\left[\frac{2H}{R}\left(\frac{1}{T_{1/2}} - \frac{1}{T_{\text{макс}}}\right)\right]}.$$

Решим это уравнение относительно  $\exp\left[\frac{H}{R}\left(\frac{1}{T_{1/2}} - \frac{1}{T_{\text{макс}}}\right)\right] = y$ .

Имеем  $\frac{1}{4} = \frac{y}{1+y^2}$  или  $y^2 - 4y + 1 = 0$ ;  $y_{1,2} = 2 \pm \sqrt{3}$ .

$$\exp\left[\frac{2H}{R}\left(\frac{1}{T_{1/2}} - \frac{1}{T_{\text{макс}}}\right)\right] = 2 \pm \sqrt{3},$$

или

$$\frac{H}{R} \frac{T_{\text{макс}} - T_{1/2}}{T_{1/2} T_{\text{макс}}} = \ln(2 \pm \sqrt{3}).$$

Отсюда

$$H = \frac{RT_{1/2}T_{\text{макс}}}{T_{\text{макс}} - T_{1/2}} 1,31. \quad (5.54)$$

Если брать температуры  $T_1$  и  $T_2$  на полувывсоте максимума, то выражение для определения энергии активации приобретает вид

$$H = \frac{2,62RT_1T_2}{T_2 - T_1}. \quad (5.55)$$

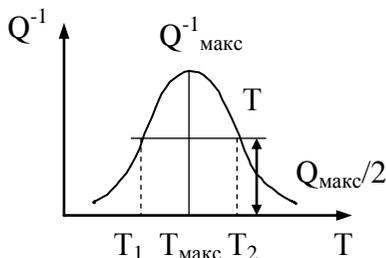


Рис. 5.25. К определению энергии активации по полувысоте максимума внутреннего трения

Вычисленная по выражениям (5.54) и (5.55) энергия активации дает правильный результат, если процесс характеризуется одним временем релаксации.

#### 5.4.2.4. Определение энергии активации по температурному положению максимума внутреннего трения

Если имеются трудности, не позволяющие изменить частоту колебаний на 1,5-2 порядка, экспериментаторы очень часто для определения энергии активации используют способ, предложенный Марксом и Вертом в 1953 году.

Рассматривая энергию активации, связанную с диффузионными процессами в различных системах, Верт и Маркс пришли к выводу о том, что в координатах  $H$  и  $T$  все экспериментальные точки, полученные на одной частоте, ложатся на одну прямую. В качестве основы для получения выражения, по которому можно было определять энергию активации, использовались закономерности диффузии внедренных атомов в ОЦК решетке. Среднее время жизни  $\tau$  внедренного атома в данном положении определяется выражением

$$\frac{1}{\tau} = \frac{n\nu \exp(\Delta S / R)}{\exp(H / RT)}, \quad \tau = \frac{\exp(H / RT)}{n\nu \exp(\Delta S / R)}. \quad (5.56)$$

Здесь число  $n$  – число элементарных диффузионных путей в выбранном случае. Для ОЦК решетки  $n = 4$ ;  $\nu$  – частота колебаний внедренного атома;  $\Delta S$  – энтропия активации и  $H$  – энергия активации диффузионного процесса. Частота  $\nu$  может различаться в разных системах, но не более чем в два раза. Обычно берется средняя величина  $\nu \approx 1,2 \cdot 10^{13}$  Гц.

Среднее время жизни атомов в данном положении  $\tau$  связано с временем релаксации  $\tau_p$  по следующему выражению:

$$\tau = \frac{3}{2} \tau_p = \frac{3}{2} \frac{1}{2\pi f_m} = \frac{1}{4f_m}, \quad (5.57)$$

где  $f_m$  – частота колебаний образца. Тогда

$$\exp(H / RT) = n\nu \exp(\Delta S / R), \quad \text{или} \quad H / RT = \ln \frac{n\nu}{4f_m} + \frac{\Delta S}{R}.$$

Поскольку  $n = 4$ ,  $H = RT \ln(\nu / f_m) + \Delta T / S$ .

Считая, что  $\nu = \kappa T / h$ , получаем окончательное выражение для определения энергии активации методом Верта-Маркса

$$H = RT_{\max} \ln \frac{\kappa T_{\max}}{hf_{\max}} + T\Delta S, \quad (5.58)$$

где  $T_{\max}$  – температура максимума  $Q^{-1}$ .

Выражение (5.58) очень часто применяют для нахождения  $H$  вследствие его простоты. Однако при использовании этой формулы следует иметь в виду её ограниченность некоторыми специальными видами релаксации. Применяя эту формулу, мы заранее предполагаем,

что предэкспоненциальный множитель  $\tau_0$  практически одинаков для всех релаксационных процессов и по порядку величины равен  $10^{-13}$  сек. В то же время имеется ряд механизмов внутреннего трения, когда  $\tau_0$  на несколько порядков отличается от указанной величины (термически активированное преодоление дислокациями барьеров Пайерлса, взаимодействие дислокаций и границ доменов с подвижными точечными дефектами, диффузионное перераспределение точечных дефектов в неоднородном поле напряжений и др.). Следовательно, формулу (5.58) можно использовать лишь в случае, если процесс релаксации связан с термически активированным перемещением атомов на расстояние порядка межатомного.

#### 5.4.3. Исследование коэффициента диффузии методом внутреннего трения

Диффузия определяется движением атомов в твердом теле, причем атомы проходят макроскопические расстояния (около 1 мкм и более). Движение атомов состоит из большого числа скачков каждого атома, преодолевающего некоторое расстояние. Для установления связи между расстоянием, пройденным диффундирующим атомом, и затраченным на это временем в основном используется уравнение Эйнштейна или какая-либо его модификация

$$\bar{x}^{-2} = 2Dt . \quad (5.59)$$

Здесь  $\bar{x}^{-2}$  - средняя величина квадрата расстояния, пройденного диффундирующим атомом в данном направлении;  $D$  – коэффициент диффузии;  $t$  – время.

Если рассматривать диффузию как задачу о беспорядочном движении, то её можно определить с помощью микроскопических данных, которые описывают скачки

отдельных атомов. Пусть  $f$  – частота, с которой атом движется от одного узла кристалла к другому узлу, а  $d$  – расстояние, которое он проходит при каждом скачке. Если скачки случайны по направлению, то средняя величина квадрата расстояния, на которое продвигается атом в направлении  $x$  за время  $t$ , равна

$$\overline{x^2} = \frac{fd^2}{3}t. \quad (5.60)$$

Сравнивая (5.59) и (5.60), имеем

$$D = \frac{fd^2}{6}. \quad (5.61)$$

Выражение (5.61) применимо для ОЦК, ГЦК и простой кубической решетки.

Величина  $f$  часто заменяется в этом выражении на среднее время «оседлой жизни» атома в данном узлет, определяемое как  $\tau = 1/f$ .

Тогда

$$D = \frac{d^2}{6\tau}. \quad (5.62)$$

При измерении коэффициента диффузии  $D$  химическим или радиоактивным методом  $\tau$  не определяется. Если же для измерения  $D$  пользоваться методами внутреннего трения, то возникает возможность непосредственного определения времени  $\tau$ .

Проявление релаксационного процесса, связанного с диффузией, выражается в том, что при определенной частоте колебаний образца на кривой  $Q^{-1}(T)$  или  $Q^{-1}(f)$  возникает максимум при выполнении условия  $\omega\tau_p = 1$ . Здесь  $\tau_p$  – время релаксации. Для тех релаксационных процессов, которые

обусловлены движением атомов, время неупругой релаксации  $\tau_p$  и среднее время скачка  $\tau$  считаются пропорциональными друг другу, т.е.

$$\tau = \alpha \tau_p . \quad (5.63)$$

Коэффициент пропорциональности  $\alpha$  в общем случае определяется выражением

$$\alpha = \frac{N(n - n')}{(N - N')n} . \quad (5.64)$$

Здесь  $N$  – число эквивалентных положений диффундирующего атома в решетке в отсутствие напряжения  $\sigma$ ;  $N'$  – число предпочтительных положений, возникающих в связи с приложением к образцу напряжения  $\sigma$ ;  $n$  – число эквивалентных ближайших позиций в отсутствие напряжения;  $n'$  – число выгодных ближайших позиций при наличии напряжения.

Выражение (5.64) применимо только в тех случаях, когда напряжение  $\sigma$  вызывает различную заселенность двух конфигураций.

Формулу (5.62) с учетом (5.63) можно записать в виде

$$D = \frac{1}{6} \frac{d^2}{\alpha \tau_p} . \quad (5.65)$$

Если  $\tau_p$  зависит от температуры как

$$\tau_p = \tau_{p0} \exp(H_p / RT),$$

то

$$D = \frac{d^2 \exp(-H/RT)}{6\alpha\tau_{p0}} . \quad (5.66)$$

Если принять, что  $D$  описывается выражением

$D = D_0 \exp(-H/RT)$  и  $H_p = H$ , то

$$D_0 = \frac{d^2}{6\alpha\tau_{p0}} . \quad (5.67)$$

Наиболее хорошо изученной является релаксация Сноэка, связанная с диффузией N, H, C и O. Считается, что эти атомы в ОЦК кристаллах находятся в октаэдрических междоузлиях и диффундируют по межузельному механизму. В этом случае  $\alpha = 3/2$ ,  $d = a/2$  и коэффициент диффузии

$$D = \frac{a^2}{36\tau_p} , \quad (5.68)$$

где  $a$  – период решетки.

В случае диффузии атомов кислорода в решетке типа алмаза  $\alpha = 4/3$ ,  $d = (\sqrt{2}/4)a$  и

$$D = \frac{a^2}{64\tau_p} . \quad (5.69)$$

При диффузии атомов внедрения в ГЦК решетке  $\alpha = 3/2$ ,  $d = (\sqrt{2}/4)a$  и

$$D = \frac{a^2}{72\tau_p} . \quad (5.70)$$

Таким образом, проблема установления связи между процессом релаксации и диффузией состоит из двух частей: нужно, во-первых, показать, что энергии активации равны

(при помощи эксперимента) и, во-вторых, нужно найти коэффициент  $\alpha$ , чтобы можно было точно вычислить  $D_0$ .

Следует, однако, иметь ввиду, что в модели случайных блужданий вероятности атомных скачков не зависят от направления предшествующих перемещений точечного дефекта.

В действительности точечный дефект совершает не случайные блуждания, а коррелированные, т.е. между последовательными его скачками имеется определенная связь. Поэтому действительная величина среднеквадратичного смещения дефекта, а также действительная частота скачков меньше в  $f$  раз соответствующих значений, полученных в рамках модели независимых переменных. Величина корреляционного фактора зависит от типа решетки и механизма диффузии. Например, для самодиффузии по вакансионному механизму величина  $f$  лежит в интервале между 0,78 (для ГЦК решетки) и 0,5 (для решетки типа алмаза). Знание корреляционного фактора  $f$  позволяет более точно рассчитать истинные значения коэффициентов диффузии по измеренным временам релаксации  $\tau$ . Заметим, что другие известные методы определения  $D$  дают лишь эффективное значение коэффициента диффузии, связанное с потоком вещества.

#### **5.4.4. Определение параметров самодиффузии твердых тел из фона внутреннего трения**

Внутреннее трение в твердых телах обусловлено действием различных механизмов затухания, каждый из которых зависит от внешних условий (деформации  $\epsilon$ , частоты периодических колебаний  $\omega$ , температуры  $T$  и т.д.). При независимом действии механизмов общее затухание можно представить в виде суммы вкладов, вносимым каждым механизмом в отдельности

$$Q^{-1} = \sum_{i=1}^n Q_i^{-1}(\varepsilon, \omega, T, P...). \quad (5.71)$$

Поскольку проявление многих механизмов затухания зависит от температуры, то экспериментально удобнее получать температурную зависимость внутреннего трения, которую называют температурным спектром затухания, а уровень внутреннего трения за вычетом пиков – фоном. Как показали многочисленные эксперименты, кривые температурного спектра, полученные на хорошо отожденных совершенных металлических монокристаллах, представляет собой монотонно возрастающий фон с низким уровнем внутреннего трения. Почти линейное возрастание продолжается до температур 0,7-0,8  $T_S$  ( $T_S$  – температура плавления). Выше этой температуры часто наблюдается почти экспоненциальная зависимость  $Q^{-1}(T)$ .

В связи с таким экспериментальным фактом в работах Б.Я. Пинеса, Ниблетта и Уилкса температурная зависимость при высоких температурах приближенно была представлена эмпирической зависимостью вида

$$Q_1^{-1} = A \exp(-H/RT), \quad (5.72)$$

где  $A$  – константа.

Энергия активации  $H$ , вычисленная по выражению (5.72), во многих случаях оказывалась в несколько раз меньше энергии активации самодиффузии, что заставляет предлагать сложные механизмы затухания, объясняющие этот процесс. Поэтому в работе Шоека и Бизогни предложено рассматривать фон  $Q^{-1}$ , как обусловленный движением дислокаций, которые взаимодействуют с точечными дефектами при высоких температурах, и таким образом, движущихся вязким образом. Детально механизм затухания при этом не разбирается, однако

авторы предложили выражение, описывающее фон внутреннего трения:

$$Q_1^{-1} = A[\omega \exp(-H_\phi / RT)]^{-n}, \quad (5.73)$$

где  $A$  и  $n$  – постоянные в определенной области температур;  $H_\phi$  – истинная энергия активации процесса переползания дислокаций. Постоянная  $n$  может быть определена из исследований частотной зависимости внутреннего трения как

$$n = \frac{\ln[Q^{-1}(\omega_1)/Q^{-1}(\omega_2)]}{\ln(\omega_1/\omega_2)}. \quad (5.74)$$

Согласно (5.73) и (5.74) кажущаяся энергия активации  $H = nH_\phi$ , в несколько раз меньше истинной.

При крутильных колебаниях Пинес и Кармазин (1966 г.) определили  $H$ ,  $H_\phi$  и  $n$  для десяти различных металлов. Полученные данные показывают, что величина  $H_\phi$  во всех случаях близка к значению энергии активации самодиффузии;  $n$  для большинства исследованных металлов принимает значение, примерно равное 0,25 и только для свинца 0,33. Примеси не оказывают значительного влияния на величину  $H_\phi$ , что указывает на постоянство контролирующего механизма, обуславливающего высокотемпературный фон.

Высокотемпературный фон внутреннего трения был предметом исследования теоретических работ. Рассматривалось, в частности, внутреннее трение монокристаллов, связанное с неконсервативным движением взаимодействующих дислокаций, образующих плоские дислокационные сетки. Таким образом, большинство исследователей склоняется к мнению, что высокотемпературный фон внутреннего трения в

монокристаллах связан с неконсервативным движением дислокаций.

Большое практическое значение должна представлять экспериментальная задача определения фона внутреннего трения при низких температурах для некоторых веществ. Материалы с низким фоном  $Q^{-1}$  можно было бы использовать в качестве линий задержки упругих звуковых колебаний на определенной частоте, что важно для уменьшения шума при работе микроэлектронных приборов.

В 1995 г. Золотухин И.В. и Калинин Ю.Е. предложили считать, что фон  $Q^{-1}$  обусловлен движением вакансий и описывается соотношением

$$Q^{-1} \sim n l \sim n \sqrt{Dt} \sim \frac{n}{\omega^{1/2}} \exp\left(-\frac{E_m}{2kT}\right), \quad (5.75)$$

где  $\lambda$  - средняя длина миграции;  $D$  - коэффициент диффузии;  $E_m$  - энергия активации миграции дефекта;  $\omega$  - круговая частота;  $n$  - концентрация дефектов, зависящая от температуры:

$$n = n_0 \exp(-U_0 / kT), \quad (5.76)$$

где  $U_0$  - энергия образования вакансий. С учетом соотношений (5.75) и (5.76) появляется возможность по результатам исследования высокотемпературного фона  $Q^{-1}$  определить энергии активации миграции и образования точечных дефектов кристаллической решетки. При этом на низкотемпературном участке фона внутреннего трения энергия фона определяется энергией активации миграции, а на высокотемпературном участке энергия активации фона состоит из двух составляющих - энергии образования и энергии миграции дефектов точечного типа.

### **5.4.5. Физические основы демпфирующей способности твердых тел**

Затухание механических колебаний (демпфирование) является важным свойством вещества, с которым приходится часто считаться при изготовлении различных изделий и устройств. Величина затухания (внутреннего трения) является существенным фактором, который определяет напряжения, возникающие в различных изделиях под действием внешних вибрационных сил, близких по частоте к резонансным. Чем больше демпфирование, тем ниже действующие напряжения. Наибольшая стойкость к усталости наблюдается у тех материалов, которые имеют высокую демпфирующую способность.

Значительное число деталей машин и различных устройств постоянно или в какой-то период времени испытывают действие возмущающих сил. Под действием этих сил могут возникать резонансные колебания, которые нарушают стабильность работы и в некоторых случаях могут привести к разрушению отдельных узлов или всей конструкции. В последнее время большое внимание уделяется изучению воздействия вибрации и ударов на радиоэлектронную аппаратуру. Обусловлено это, во-первых, тем, что вибрации могут вызвать дефекты и неисправности радиоэлектронной аппаратуры, во-вторых, повышением механических нагрузок вследствие увеличения мощности двигателей и скоростей движения объектов, на которых устанавливается радиоэлектронная аппаратура.

С целью устранения нежелательных вибраций отдельные узлы (или вся конструкция) изолируется от источников возмущения при помощи прокладок, амортизационных пружин, динамических поглотителей и т.д. В некоторых случаях гашение осуществляется за счет сухого трения (конструкционное демпфирование). Однако наилучший эффект гашения колебаний достигается тогда, когда сам

материал по своей физической природе способен демпфировать действие внешних возмущающих сил. Поэтому важнейшей физической характеристикой любого конструкционного материала, определяющей пригодность его в условиях действия вибрационных сил и нагрузок, является демпфирующая способность. В ряде случаев, если имеется выбор при изготовлении некоторых элементов конструкций, нужно отдавать предпочтение материалу, обладающему более высокими демпфирующими свойствами.

К сожалению, конструкторы и технологи только сейчас стали обращать внимание на демпфирующие свойства материала. Справедливости ради надо заметить, что «отсутствие должного внимания конструкторов и технологов к столь важному свойству материалов обусловлено, прежде всего, малым количеством надежных данных о демпфирующих свойствах различных конструкционных материалов».

Демпфирующая способность выражается через внутреннее трение простым соотношением

$$\psi = [1 - \exp(-2\pi Q^{-1})] \cdot 100 \%. \quad (5.77)$$

При  $\psi < 10 \%$ , демпфирующую способность можно определить по формуле

$$\psi = 2\pi Q^{-1} \cdot 100 \%. \quad (5.78)$$

При характеристике демпфирующих свойств материалов удобно придерживаться классификации предложенной В.С. Постниковым и В.С. Беленьким. Материалы, демпфирующая способность  $\psi$  которых лежит в пределах 0,001-1 %, считаются низкодемпфирующими, имеющие  $\psi$  от 1 до 10 % - среднедемпфирующими и

материалы, для которых  $\psi$  изменяется от 10 до 100 % - высокодемпфирующими.

Рассмотрим влияние различных внутренних физических факторов структуры на уровень внутреннего трения (демпфирования) в твердых телах. Сюда можно отнести наличие в твердом теле дислокаций, двойников, дефектов упаковки, границ зерен и границ раздела фаз, наличие ферромагнитных доменов и т.д.

Таким образом, большое затухание может быть обусловлено рядом причин. Таких причин больше всего в ферромагнитных веществах, и поэтому затухание в них часто значительно выше, чем в неферромагнитных веществах. В частности, высокое затухание в сталях, содержащих 12 % Cr, является одной из причин использования её как материала для изготовления лопаток паровых турбин. Высокое затухание механических колебаний в этой стали известно уже более 50 лет, однако только 30 лет тому назад была выяснена физическая природа затухания. Выяснение физической сущности явления, приводящего к затуханию, позволило Кочарду разработать новый сплав для лопаток паровых турбин. Этот сплав называется Нивко-10. По своей прочности и пластичности он является замечательным материалом. В таблице приведены сравнительные данные механических свойств сплава «Нивко-10» и стали X12H. Сплав «Нивко-10» обладает значительно более высокой прочностью, чем сталь X12H. При 650 °С критическое напряжение в сплаве Нивко-10 в 8 раз превышает соответствующую величину в стали X12H. Кроме того, он обладает одним из наиболее высоких значений затухания, которое когда-либо наблюдалось у металлов.

Существуют и другие примеры высокодемпфирующих сплавов, которые находят практическое применение в качестве конструкционных материалов.

Сравнительные данные механических свойств сплава  
«Нивко-10» и стали X12H

Материал	Предел текучести $\sigma_{0,2}$ , кг/мм <sup>2</sup>	Предел прочности $\sigma_B$ , кг/мм <sup>2</sup>	Относи- тельное удл. $\epsilon$ , %	
«Нивко-10»	при $T = 20^{\circ}C$	77	112	30
	$T = 650^{\circ}C$	56	70	18
Сталь X12H	при $T = 20^{\circ}C$	56	70	30
	$T = 650^{\circ}C$	6,3	8,4	40

### ЧАСТЬ III. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

#### 6. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ

##### 6.1. Основные параметры, характеризующие магнитные материалы

Основным показателем свойств магнитных материалов является их *относительная магнитная проницаемость*, которая определяется выражением

$$\mu_r = B / \mu_0 H, \quad (6.1)$$

где  $B$  - магнитная индукция;  $H$  - напряженность магнитного поля;  $\mu_0$  - магнитная постоянная, равная  $4\pi \cdot 10^{-7}$  Гн/м.

Другим важным показателем физических свойств магнитных материалов является *магнитная восприимчивость*  $\chi$ , которая связана с относительной магнитной проницаемостью выражением

$$\chi = \mu_r - 1. \quad (6.2)$$

Важным показателем свойств является *температура Кюри*, при нагреве до которой магнитные материалы переходят в парамагнитное состояние.

Магнитное насыщение характеризуется *индукцией насыщения*  $B_s$ . Часто этот параметр определяется как значение магнитной индукции, после которой при увеличении напряженности поля в 2 раза прирост индукции соответствует не более 5 %.

*Остаточная индукция*  $B_r$  - это магнитная индукция при нулевой напряженности внешнего магнитного поля после предшествующего намагничивания до индукции насыщения.

*Коэрцитивная сила по магнитной индукции*  $H_c$  - это напряженность магнитного поля, которая необходима, чтобы после

предшествующего намагничивания до насыщения магнитная индукция стала нулевой.

Остаточная индукция и коэрцитивная сила определяются по предельной петле гистерезиса. Эти показатели свойств указываются как для магнитомягких, так и для магнитотвердых материалов. Кроме них для определенных групп материалов приводят другие показатели свойств, которые характеризуют возможности их использования в определенном рабочем режиме.

Кроме того, разумеется, важны и такие показатели свойств, как плотность, температура плавления и т. п.

У магнитных материалов специального назначения к основным показателям свойств относятся и некоторые специальные показатели, например *коэффициент магнито-стрикции* у магнито-стрикционных материалов или коэффициент прямоугольности петли гистерезиса у материалов для магнитных запоминающих устройств. У материалов, предназначенных для изготовления постоянных магнитов, главным показателем свойств является произведение  $(BH)_{max}$ , т. е. максимальное значение произведения магнитной индукции и напряженности магнитного поля на кривой размагничивания образца материала. Это произведение равно удвоенному значению максимальной удельной магнитной энергии материала. От этого показателя зависит объем магнита, необходимого для создания магнитного поля в заданном воздушном зазоре. Чем больше это произведение  $(BH)_{max}$ , тем меньше объем, а следовательно, и масса магнита. Энергия магнитного поля постоянного магнита, характеризуемая произведением  $(BH)_{max}$ , называется также *энергетическим произведением*.

Ряд специальных параметров применяется для магнитных материалов, работающих в переменных магнитных полях. Так, вследствие нелинейной зависимости магнитной индукции в магнитных материалах от напряженности магнитного поля возникает необходимость введения различных определений

относительной магнитной проницаемости для переменного магнитного поля.

Для материалов, которые работают в области самых слабых магнитных полей, важнейшим показателем свойств является *начальная относительная магнитная проницаемость* – частный случай проницаемости, которая определяется выражением

$$\mu_{rn} = \frac{1}{\mu_0} \frac{dB}{dH}, \text{ при } H \rightarrow 0. \quad (6.3)$$

Другой частный случай проницаемости - *максимальная относительная проницаемость*, она определяется как наибольшее значение относительной магнитной проницаемости на зависимости  $\mu_r - f(H)$ .

*Амплитудная относительная магнитная проницаемость* определяется выражением

$$\bar{\mu}_{ra} = \frac{1}{\mu_0} \frac{B_{\max}}{H_{\max}}, \quad (6.4)$$

где  $B_{\max}$  - максимальное значение магнитной индукции в течение периода;  $H_{\max}$  - максимальное значение напряженности магнитного поля в течение периода.

*Дифференциальная относительная магнитная проницаемость* определяется выражением

$$\mu_{rd} = \frac{1}{\mu_0} \frac{dB}{dH}. \quad (6.5)$$

*Комплексная относительная магнитная проницаемость* выражается формулой

$$\tilde{\mu}_r = \mu_r' + i\mu_r'' \quad (6.6)$$

и определяется как отношение комплексной магнитной индукции к комплексной напряженности магнитного поля в материале, деленное на магнитную постоянную  $\mu_0$ .

Модуль комплексной относительной магнитной проницаемости определяется как

$$|\tilde{\mu}_r| = \sqrt{\mu_r'^2 + \mu_r''^2}. \quad (6.7)$$

Отношение значения мнимой части к значению действительной части комплексной относительной магнитной проницаемости дает *тангенс угла магнитных потерь*

$$\operatorname{tg} \delta = \mu_r'' / \mu_r', \quad (6.8)$$

где  $\delta$  - угол магнитных потерь.

Комплексная магнитная проницаемость определяется обычно для первых гармонических индукции и напряженности магнитного поля.

Отдельно определяются относительная магнитная проницаемость магнитных материалов, предназначенных для работы при одновременном действии переменного и постоянного магнитных полей (*обратимая относительная магнитная проницаемость*) и в импульсном режиме (*импульсная относительная магнитная проницаемость*).

Важным показателем свойств магнитных материалов при работе в переменном магнитном поле являются *удельные магнитные потери*  $p_m$ , определяемые выражением

$$p_m = P_m / m, \quad (6.9)$$

где  $P_m$  - магнитные потери;  $m$  - масса материала. При обозначении удельных магнитных потерь обычно указывается маг-

нитная индукция, при которой потери были определены, чаще всего  $B = 1,0$  или  $B = 1,5$  Тл.

*Граничная частота* определяется как максимальная частота, при которой начальная магнитная проницаемость уменьшается до 0,7 от ее значения в постоянном магнитном поле. Граничная частота тесно связана с удельным электротрическим сопротивлением, которое также является важным показателем свойств магнитных материалов.

## **6.2. Основные методы исследования магнитных свойств вещества**

В настоящее время разработано большое количество экспериментальных методов исследований и разнообразной специальной аппаратуры, позволяющей исследовать магнитные свойства ферромагнитных, парамагнитных и диамагнитных веществ в различных внешних условиях. Для исследования слабомагнитных веществ используются методы, основанные на измерении сил, действующих на тела, помещенные в неоднородное магнитное поле. Фарадей М. первым предложил этот метод. Позже этот метод неоднократно усовершенствовался, он с успехом применяется и в настоящее время. Укажем также на высокочувствительный магнитометрический метод, состоящий в измерении вращательных моментов, возникающих при взаимодействии магнитных моментов измеряемого образца и магнитной стрелки, закрепленной на упругом подвесе магнитометра.

Наиболее известный метод исследования магнетиков с большой восприимчивостью, явившийся прародителем многих последующих, - баллистический метод, в котором используется явление электромагнитной индукции. Столетов А.Г. был одним из первых теоретически обосновавшим и применившим этот метод для измерений магнитных свойств железа (кривая намагничивания и петля гистерезиса).

Известны и другие методы магнитных исследований и измерений. Они классифицируются по различным принципам.

Например, возможна классификационная схема, в которой магнитоизмерительные приборы делятся по виду измеряемых параметров и величин с добавлением названия первичного преобразователя: фотогальванический веберметр, магнитоэлектрический коэрцитиметр, магнитометр и т.д. Однако такая схема не вполне последовательна, так как коэрцитиметр может быть магнитоэлектрическим или магнитооптическим, магнитометр – магнитомеханическим, магнитооптическим, вибрационным и т.д. В то же время коэрцитиметр может быть, например, гальваноманитным, т.е. по существу, магнитоэлектрическим, магнитометр – ферроиндукционным (феррозондовым), т.е. тоже магнитоэлектрическим.

Поэтому с учетом сложившейся терминологии методы измерения магнитных характеристик классифицируются по физическому явлению и роду входной и выходной величины. При этом основными методами измерений магнитных параметров целесообразно считать такие, которые находят использование в серийно изготавливаемых измерительных установках, либо в установках, для которых может быть установлен порядок метрологического обслуживания. К ним относятся магнитоэлектрический, магнитооптический, магнитомеханический, магниторезонансный, получившие наибольшее распространение в производственных условиях. В научных исследованиях они дополняются гальваноманитным, магнитопорошковым и другими методами. Метрологическое обеспечение данной области измерений базируется на применении магнитооптического (нормальный эффект Фарадея, меридиональный и полярный эффекты Керра) метода.

В последние годы большинство методов измерений автоматизировано. Высокая степень автоматизации измерительных установок существенно повышает их эффективность, повышает точность измерений и упрощает эксплуатацию. При этом усложнение конструкции установки касается главным образом каналов обработки сигнала первичного преобразователя.

### 6.3. Методы измерения напряженности магнитного поля

При различных исследованиях физических свойств необходимо точно знать напряженность магнитного поля, которая создается при помощи различных катушек и электромагнитов. В большинстве случаев напряженность магнитного поля определяют экспериментальным путем. Для этих целей используют различные методы измерения, к наиболее важным из которых относят: баллистический, магнитных зондов, электродинамический, магнитных потенциалметров, метод, основанный на эффекте Холла и др. Рассмотрим некоторые из них.

#### 6.3.1. Использование датчика Холла

В последнее время основным методом измерения напряженности магнитного поля стал метод, основанный на применении датчиков э. д. с. Холла. Датчиками э.д.с. Холла можно измерять как постоянные, так и переменные магнитные поля.

Эффект Холла состоит в том, что на боковых гранях образца, через который пропускают постоянный ток, при наличии внешнего магнитного поля возникает поперечная разность потенциалов. Для образца, сделанного из полупроводника в форме параллелепипеда, эта разность потенциалов определяется уравнением

$$U_y = R \frac{i_x H_z}{d}, \quad (6.10)$$

где  $R$  – коэффициент Холла,  $i_x$  – сила тока в образце,  $H_z$  – напряженность магнитного поля,  $d$  – толщина образца.

Таким образом, при пропускании постоянного тока через образец в нем возникает разность потенциалов, которая будет пропорциональна напряженности магнитного поля. У датчиков э.д.с. Холла пропорциональность между  $U$  и  $H$  соблюдается с точностью до нескольких процентов для напряженности

магнитного поля  $16 \cdot 10^5$  А/м. В настоящее время для изготовления датчиков применяют элементарные полупроводники Si, Ge, а также некоторые бинарные соединения со структурой цинковой обманки: HgSe, HgTe, InAs, InSb, PbSe, PbTe, т.е. полупроводниковые материалы, обладающие высокой подвижностью носителей заряда и наивысшим значением коэффициента Холла.

Интервал рабочих температур для элементов Холла, изготовленных из германия, составляет от  $-60$  до  $+70$  °С, из кремния – от  $-60$  до  $+120$  °С. Предельная рабочая температура для элементов Холла из арсенида галлия составляет  $250-300$  °С. Датчики Холла из InSb и InAs могут применяться при температурах  $4.2-300$  К.

При использовании датчиков Холла возникает необходимость компенсации остаточного напряжения, для чего применяют специальные схемы питания. В простейшем случае для этих целей используют дополнительный переменный резистор, который включают в различных вариантах исполнения (рис. 6.1).

Чувствительность отожженных датчиков в течение одного года изменяется только на  $2-3$  %. Для предохранения датчиков

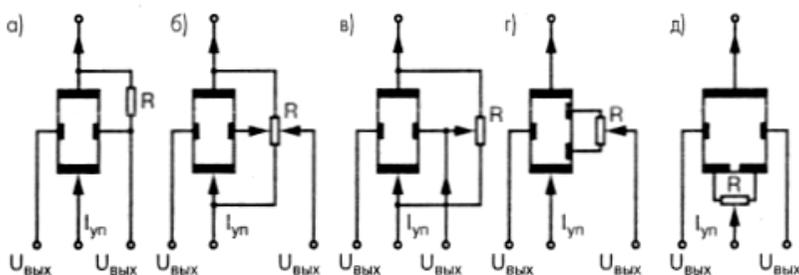


Рис. 6.1. Схемы компенсации остаточного напряжения датчиков Холла

от различных механических повреждений пленки полупроводника покрываются тонким слоем клея БФ2. При изготовлении датчиков э. д. с. Холла большое внимание уделяют получению хорошего электрического контакта с полупроводником.

### **6.3.2. Другие методы измерения напряженности магнитного поля**

В последние годы разработаны различные варианты магнитных датчиков, позволяющих с высокой точностью измерять напряженность магнитного поля. Примерами таких датчиков могут служить магниторезисторы, феррозондовые датчики, датчики Виганда и др.

Наиболее простым датчиком магнитного поля может быть магниторезистор – электронный компонент, действие которого основано на изменении электрического сопротивления при воздействии на него магнитного поля. Выделяют две большие группы магниторезисторов, которые условно можно разделить на «монолитные» и «пленочные».

Действие «монолитных» магниторезисторов основано на эффекте Гаусса, который характеризуется возрастанием электрического сопротивления проводника (или полупроводника) при помещении его в магнитное поле. Такой магниторезистор представляет собой магниточувствительный элемент, размещенный на подложке (рис. 6.2). В качестве магниточувствительного элемента обычно используют сплав  $\text{InSb-NiSb}$ , легированный теллуром. Зависимость электрического сопротивления от напряженности магнитного поля такого датчика в области слабых полей близка к квадратичной, а в области сильных полей – практически линейна. Наиболее известным отечественным магниторезистором является СМ4-1, устойчиво работающий в интервале температур – 60 - + 85 °С.

Действие «пленочных» магниторезисторов, получивших распространение в последние годы, основано на анизотропном магниторезистивном эффекте. Такие датчики изго-

тавливают из тонких одно- и многослойных ферромагнитных пленок никель-кобальтовых, никель-железных и других сплавов. В качестве подложек применяют стекло, ситалл или кремний. Для тонкопленочных магниторезисторов на основе ферромагнитных пленок (см. рис. 6.3) электрическое сопротивление  $r$  магниточувствительного элемента в зависимости от угла  $\theta$  между направлением электрического тока и направлением напряженности магнитного поля выражается следующей формулой Фойгта-Томпсона

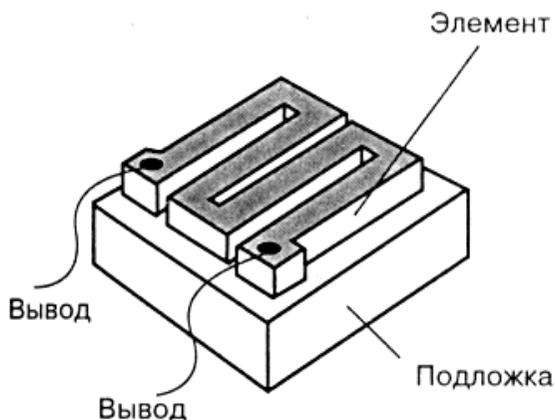


Рис. 6.2. Конструкция монолитного магниторезистора

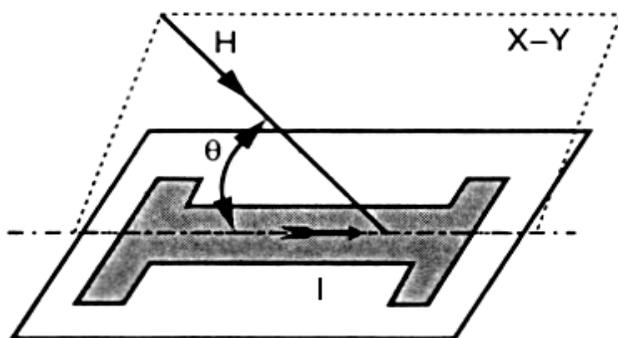


Рис. 6.3. Схема работы тонкопленочного магниторезистора

$$r = r_0 \cdot \sin^2 \theta + r_{90} \cdot \sin^2 \theta, \quad (6.11)$$

где  $r_0$  – электрическое сопротивление магниточувствительного элемента при  $\theta = 0^\circ$ ;  $r_{90}$  – электрическое сопротивление магниточувствительного элемента при  $\theta = 90^\circ$ .

Наибольшую известность получили тонкопленочные магниторезисторы серии KMZ10, выпуск которых освоен зарубежными фирмами.

В последние годы разработана новая серия тонкопленочных магниторезисторов, принцип работы которых основан на спин-вентильном эффекте, и получивших название «гигантских» магниторезисторов. Магниточувствительный слой таких резисторов представляет собой многослойную тонкопленочную структуру с нанометровой толщиной (рис. 6.4). Величина электрического сопротивления таких датчиков зависит от напряженности магнитного поля и ориентации поля в плоскости датчика (рис. 6.5).

«Монолитные» магниторезисторы целесообразно использовать при измерении напряженности «сильных» магнитных

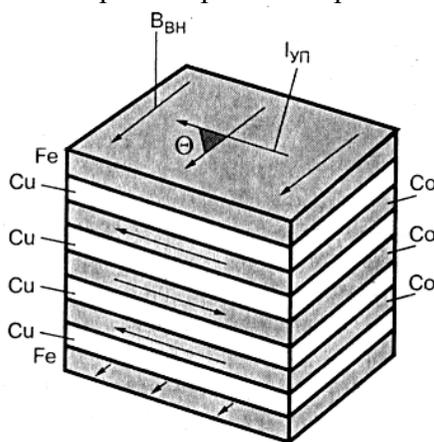


Рис. 6.4. Структура магниторезистора на спинвентильном эффекте

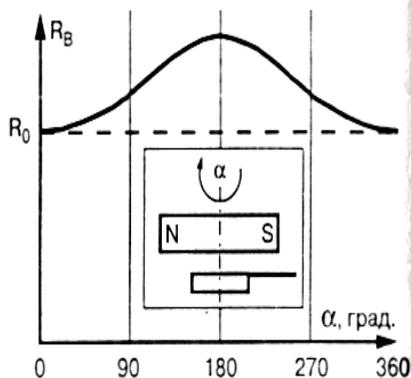


Рис. 6.5. Ориентационная характеристика магниторезистора

полей ( $10^5$ - $10^7$  А/м), в то время как тонкопленочные магниторезисторы больше подходят для регистрации слабых магнитных полей.

## 6.4. Методы измерения парамагнитной и диамагнитной восприимчивости

### 6.4.1. Диамагнетизм и парамагнетизм

К диамагнетикам относятся все инертные газы, многие металлы (медь, серебро, цинк и др.) и некоторые металлоиды (кремний, фосфор и др.). Атомная магнитная восприимчивость диамагнетиков отрицательна, по абсолютной величине очень мала и практически не зависит от температуры.

Согласно классической теории диамагнитные свойства слабозаимодействующих атомов и молекул появляются в результате того, что электронная оболочка их начинает прецессировать вокруг направления постоянного магнитного поля с некоторой угловой скоростью. В результате этого появляется дополнительный магнитный момент, направленный против поля. Атомная диамагнитная восприимчивость в этом случае определяется по формуле

$$\chi_a = -\left(ze^2\bar{a}^2N/(6mc^2)\right), \quad (6.12)$$

где  $z$  - число электронов данного атома,  $N$  - число Авогадро,  $m$  - масса электрона,  $e$  - заряд электрона и  $\bar{a}^2$  - среднее расстояние электронов от ядра,  $c$  – скорость света.

Парамагнитными свойствами обладают те вещества, атомы которых имеют постоянный магнитный момент независимо от наличия внешнего магнитного поля. Тепловое движение мешает ориентации этих магнитных моментов. Поэтому намагниченность у парамагнетиков возникает только при действии внешнего магнитного поля, при этом  $\chi$  линейно зависит от  $H$ . Порядок величины восприимчивости парамагнетиков  $\chi = 10^{-3}$  -  $10^{-6}$ .

Классическая и квантовомеханическая теория парамагнетизма приводят к одному и тому же выражению для парамагнитной восприимчивости, которая подчиняется закону Кюри:

$$\chi = \frac{c}{T}, \quad c = \frac{N}{3} \cdot \frac{(j+1)(g\mu_j)^2}{jk}, \quad (6.13)$$

где  $g$  - фактор Ланде,  $N$  – число магнитных моментов в единице объема,  $\mu$  - магнетон Бора,  $k$  - постоянная Больцмана,  $j$  - квантовое число, равное векторной сумме орбитального квантового числа  $l$  и спинового квантового числа  $s$ .

#### 6.4.2. Методы измерения магнитной восприимчивости

Методы измерения магнитной восприимчивости слабомагнитных веществ могут быть разбиты на две группы. К первой группе относят методы, основанные на измерении механической силы, которая действует на образец, помещенный в неоднородное магнитное поле. В этом случае на тело с магнитным моментом  $M$  в неоднородном магнитном поле действует сила, составляющая которой по оси  $\alpha$  ( $\alpha = x, y, z$ ) равна

$$f_\alpha = M \frac{dH}{d\alpha}. \quad (6.14)$$

Так как магнитный момент определяется формулой

$$M = VI = V\chi H \quad (6.15)$$

или

$$M = \sigma m = \sigma\chi H, \quad (6.16)$$

где  $m$  - масса образца,  $\sigma$  - удельная намагниченность, то соотношение (6.14) при  $\alpha = Z$  можно записать в виде

$$f_z = M \cdot dH/dZ = m \chi H dH/dZ. \quad (6.17)$$

Таким образом, измерив величину силы  $f_z$  и зная  $mHdH/dZ$ , можно найти значение магнитной восприимчивости исследуемого образца.

В методе Фарадея исследуемый образец помещается непосредственно в область максимального градиента поля и размер образца выбирается таким, чтобы в его объеме градиент поля существенно не изменялся. В настоящее время имеются различные модификации метода Фарадея, которые отличаются только способом измерения силы, действующей на образец.

Относительные измерения можно проводить без определения величин  $mHdH/dZ$ . В этом случае используется вещество с известной магнитной восприимчивостью, тогда

$$\chi_i = \chi_s \frac{m_i}{m_s}, \quad (6.18)$$

где  $\chi_i$  и  $\chi_s$  - соответственно удельная восприимчивость исследуемого вещества и эталона,  $m_i$  и  $m_s$  - масса исследуемого вещества и эталона. При проведении относительных измерений следует помнить, что исследуемое вещество и эталонный образец всегда должны помещаться в одну и ту же область поля с заданным значением  $dH/dZ$ .

Если нельзя пренебречь напряженностью поля у внешнего конца образца и восприимчивостью окружающей среды, то вместо формулы (6.17) следует пользоваться более точной формулой, а именно

$$f_z = M \cdot dH/dZ = (\chi_i - \chi_2) m H dH/dZ, \quad (6.19)$$

где  $\chi_1$  и  $\chi_2$  - объемная восприимчивость образца и окружающей среды.

В методе Гуи длинный цилиндрический образец подвешивают между полюсами электромагнита таким образом, что один его конец находится вне электромагнита, где напряженность поля очень мала, а другой располагается в области центра с максимальной напряженностью. На образец будет действовать сила, направленная вдоль длины его в сторону увеличения магнитного поля. Эта сила равна

$$f = \frac{1}{2} \chi H^2 S. \quad (6.20)$$

Если нельзя пренебречь напряженностью поля у внешнего конца образца и восприимчивостью окружающей среды, то вместо (6.20) следует пользоваться более точной формулой

$$f_z = (\chi_1 - \chi_2) (H_1^2 - H_2^2) S, \quad (6.21)$$

где  $\chi_1$  и  $\chi_2$  - объемная восприимчивость образца и окружающей среды,  $H_1$  и  $H_2$  - значения напряженности магнитного поля соответственно в точках  $l = 0$  и  $l = L$  ( $L$  - длина образца).

При измерении восприимчивости методом Гуи используют цилиндрические образцы. Если нужно измерить восприимчивость порошкообразных образцов, применяют стеклянные ампулы, заполненные исследуемым веществом. Точность измерения порошкообразных образцов составляет около 1 %. Для определения восприимчивостей жидкостей также можно пользоваться стандартными стеклянными ампулами длиной приблизительно 15 см и диаметром 2 - 3 см. Обычно берут ампулы, размеры которых соответствуют расстоянию между полюсами электромагнита. Для прецизионных измерений часть ампулы заполняют исследуемым веществом, а в другую

часть, отделенную от первой стеклянной перегородкой, помещают эталонный образец. Эта ампула располагается между полюсами электромагнита так, что граница между двумя веществами находится в максимальном магнитном поле, а концы ампулы - в том месте, где поле пренебрежимо мало. Если измерения проводят при различных температурах, то нижняя часть ампулы должна иметь небольшой балластный объем.

Для определения силы, действующей на исследуемое вещество, можно использовать обычные аналитические или демпферные микровесы. Сила в методе Гуи может достигать величины порядка  $10^{-2}$ - $10^{-3}$  Н.

## **6.5. Методы измерения параметров ферромагнитных веществ**

### **6.5.1. Магнитометрический метод**

Магнитометрический метод измерения магнитных свойств вещества основан на магнитном взаимодействии намагниченного образца и подвижной магнитной стрелки. Намагниченность образца определяют по углу отклонения магнитной стрелки от своего первоначального положения. При этом образец и магнитная стрелка должны быть расположены определенным образом по отношению друг к другу. В экспериментальной практике магнитных измерений наибольшее распространение получили два способа взаимного расположения магнитов, которые называются первым и вторым гауссовыми положениями.

При первом гауссовом положении образец и магнитная стрелка расположены так, что центр стрелки лежит на продолжении оси образца. При втором гауссовом положении образец и стрелка располагаются так, чтобы ось образца была перпендикулярна к линии, соединяющей его центр с магнитной стрелкой. На практике наибольшее применение получили измерения магнитных свойств с помощью астатического и вибрационного магнитометра.

### 6.5.1.1. Астатический магнитометр

Подвижная часть астатического магнитометра состоит из двух магнитов (стрелок) одинакового размера с равными магнитными моментами. Чтобы общий магнитный момент системы был равен нулю, эти стрелки располагают так, что их полюсы направлены в противоположные стороны. Подобная система называется астатической.

По бокам подвижной системы на одинаковом расстоянии от нее расположены две вертикальные катушки одного и того же размера. Одна из катушек - намагничивающая, другая катушка компенсирует действие первой на магнитную систему. В намагничивающую катушку помещают исследуемый образец так, что его середина находится на одном уровне с центром магнитной системы. Астатическую систему помещают в специальный футляр с отверстием для светового зайчика. Катушки имеют две степени свободы. Это дает возможность точно уравновесить действие катушек на подвижную систему и фиксировать только то отклонение, которое обусловлено намагниченностью образца.

Для того чтобы исключить действие вертикальной составляющей земного поля на образец, катушки имеют дополнительные обмотки, через которые пропускается постоянный ток определенной величины. Магнитное поле этого тока компенсирует вертикальную составляющую поля Земли. Рассмотренная нами астатическая система в однородном магнитном поле находится в равновесии.

В случае действия на астатическую систему неоднородного магнитного поля, например внешнего магнитного поля намагничивающего образца, появится вращающий момент. Вращающий момент возникает только от действия горизонтальной составляющей неоднородного магнитного поля образца. Этот момент будет максимальным в том случае, если угол между направлением этой составляющей и направлением оси стрелок равен  $90^\circ$ . Вращающий момент будет увеличиваться с рос-

том намагниченности образца и будет тем больше, чем меньше расстояние между системой и образцом по сравнению с расстоянием между полюсами образца. При увеличении этого расстояния значение горизонтальной составляющей магнитного поля образца уменьшается и вместе с этим уменьшается вращающий момент, действующий на подвижную систему.

Как мы уже отмечали, магнитное поле Земли на астатическую систему не действует, поэтому начальное положение стрелок астатического магнитометра может быть произвольным. Определение намагниченности при помощи астатического магнитометра осуществляется нулевым методом, т. е. измеряется не угол поворота системы, а сила тока во вспомогательной катушке, при помощи которого достигается возвращение подвижной системы, отклонившейся под действием поля образца, в исходное состояние.

На рис. 6.7 показана принципиальная схема магнитометрической установки. Прежде чем начать измерения на астатическом магнитометре, следует убедиться, что намагничивающая и компенсирующая катушки установлены правильно, т. е. их магнитные поля взаимно компенсируются. Для этого в намагничивающую цепь этих катушек включают ток максимальной величины и замечают отклонение подвижной системы магнитометра. Если это отклонение превышает 2-3 мм, то смещением компенсирующей катушки добиваются по возможности минимального отклонения. После этого через катушки  $W_1$  и  $W_2$  пропускают ток определенной величины, чтобы вертикальная составляющая напряженности магнитного поля Земли была скомпенсирована. Для проверки в катушку помещают измеряемый образец и производят размагничивание образца при включенных катушках  $W_1$  и  $W_2$ .

Если после размагничивания подвижная система магнитометра возвращается в первоначальное положение, то направление и сила тока в катушках  $W_1$  и  $W_2$  выбраны пра-

вильно. В противном случае нужно откорректировать ток в катушках  $W_1$  и  $W_2$  или изменить его направление.

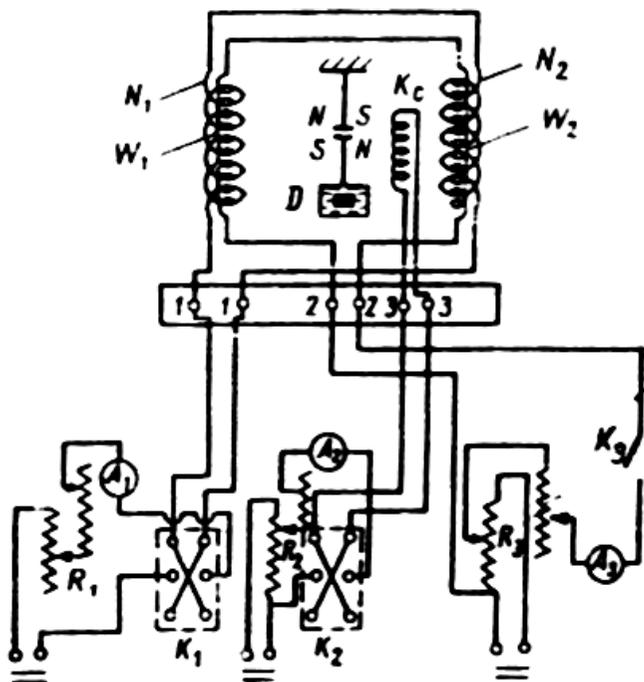


Рис. 6.6. Принципиальная схема магнитометрической установки:  $N_1$  - намагничивающая катушка магнитометра;  $N_2$  - катушка, которая компенсирует действие намагничивающей катушки на подвижную систему;  $W_1$  и  $W_2$  - катушки для компенсации вертикальной составляющей земного поля;  $K_1$  - переключатель в намагничивающей цепи;  $R_1$  - реостаты в цепи катушек  $N_1$  и  $N_2$ ;  $A_1$  - амперметр в намагничивающей цепи;  $K_c$  — компенсирующая катушка;  $K_2$  - переключатель в цепи катушки  $K_c$ ;  $A_2$  — амперметр в цепи катушки  $K_c$ ;  $R_2$  — реостат в цепи катушки  $K_c$ ;  $K_3$  - ключ в цепи катушек  $W_1$  и  $W_2$ ;  $A_3$  — амперметр в цепи катушек  $W_1$  и  $W_2$ ;  $R_3$  — реостат в цепи катушек  $W_1$  и  $W_2$ ;  $D$  — демпфер

При определении намагниченности образца для каждого значения намагничивающего поля требуется проводить магнитную стабилизацию. Для этой цели магнитное поле в катушке несколько раз меняется по направлению при помощи ключа  $K_1$ . Только после этого можно начать измерения намагниченности при данном значении поля. Для каждого значения намагничивающего поля измерение проводят для двух направлений и не менее двух раз.

Для получения намагниченности образца нужно отградуировать аstaticкий магнитометр. Градуировка магнитометра выполняется вспомогательной катушкой, которая должна давать точно такое же распределение магнитного поля в пространстве, как и исследуемый образец. Иногда градуировку выполняют другим способом. Для этого предварительно определяют каким-либо точным методом кривую намагничивания образца, которую дают в качестве эталона. Этот образец, имеющий ту же длину и тот же диаметр, как и измеряемый, помещают в намагничивающую катушку образца. Пропуская ток через компенсирующий соленоид, сводят отклонение подвижной системы магнитометра к нулю, при этом фиксируют значение тока при данном положении подвижной системы. По графику кривой намагниченности эталона находят значение намагниченности  $J_H$ , соответствующее данному магнитному полю  $H$  намагничивающей катушки, и определяют градуировочный коэффициент магнитометра

$$J = k \cdot i_k. \quad (6.22)$$

Для большей точности следует провести измерения при нескольких значениях тока. Зная градуировочный коэффициент  $k$  и ток  $i_k$  в компенсирующем соленоиде, можно по формуле (6.44) определить кривую намагниченности исследуемого образца.

Для определения кривой намагничивания исследуемого образца градуировочную катушку вынимают из намагничиваю-

шего соленоида и на ее место помещают образец. Ключом  $K_1$  включают в катушках  $W_1$  и  $W_2$  ток такой величины и такого направления, чтобы вертикальная составляющая напряженности земного поля была скомпенсирована. Затем приступают к размагничиванию образца. Если после размагничивания образца подвижная система магнитометра вернется в первоначальное положение, то можно приступить к измерению. В случае невыполнения этого условия размагничивание образца следует повторить еще раз. После этого включением тока в обмотку катушки  $N_1$  создается небольшое магнитное поле  $H_1$ . В результате этого образец намагничивается, и подвижная система астатического магнитометра отклоняется на некоторый угол  $\alpha$ . Пропуская ток через компенсирующий соленоид, добиваются возвращения подвижной системы в нулевое положение.

Значение тока, при котором отклонение системы будет равно нулю, измеряется прибором  $A_2$ . Зная ранее определенные значения градуировочного коэффициента  $k$  и тока  $i_c$ , по формуле  $M = ki_c$  находят величину магнитного момента  $M_1$  образца при магнитном поле  $H_1$ . Затем увеличивают ток в намагничивающей катушке и измеряют магнитный момент при значении поля  $H_2$ .

### 6.5.1.2. Вибрационный магнитометр

Для измерения магнитных свойств ферромагнитных и слабомагнитных веществ в виде тонких пленок часто используют вибрационный магнитометр, структурная схема которого приведена на рис. 6.8.

Образец, закрепленный на штоке (10), располагается между двумя катушками (7), которые находятся в зазоре электромагнита (5). От генератора (6) гармонический сигнал частотой 67 Гц и амплитудой 10 вольт подается на электромагнит (1), который возбуждает вертикальные гармонические колебания образца, с частотой задаваемой генератором. Колебания штока контролируются с помощью

осциллографа (3), для чего на штоке располагается катушка (14), находящаяся между неподвижными постоянными магнитами (2) и (13). С помощью электромагнита (5) создается внешнее магнитное поле, которое намагничивает образец (4).

Принцип работы магнитометра основан на возникновении ЭДС в неподвижных катушках при колебании магнитного образца в подмагничивающем магнитном поле. Ферромагнитный образец (4) размером  $5 \times 3 \text{ мм}^2$  закрепляется на штоке (10), жестко связанным с эластичной пластиной электромагнита (1), предназначенного для возбуждения механических колебаний образца в магнитном поле электромагнита (5). ЭДС, возникающая в катушках, пропорциональна намагниченности образца. В выносном усилителе (8) сигнал с катушек предварительно усиливается в 10 раз и подается на канал "а" усилителя-преобразователя УПИ-2.

Опорный сигнал на канал "b" УПИ-2 подается от генератора (6) с той же частотой, с которой совершает колебания шток. Вид усиливаемого сигнала контролируется на канале 2 осциллографа (3). Сигнал, пропорциональный намагниченности образца, снимается с канала "d" УПИ-2 и подается на канал "Y" самописца (12) (АЦП). Напряжение с датчика Холла (11), пропорциональное напряженности магнитного поля, подается на канал "X" самописца (12) (АЦП). Для определения абсолютных значений намагниченности исследуемых образцов магнитометр предварительно калибруется. Для этого проводится измерение сигнала от эталонного материала с известной намагниченностью. В качестве эталонного образца обычно используется фольга Ni, намагниченность насыщения которой равна 0,61 Тл. Относительно этого значения осуществляется пересчет намагниченности исследуемых материалов. Намагниченность исследуемого образца вычисляется по следующей формуле:

$$I_X = \sigma_{Ni} \cdot \rho_{Ni} \cdot \frac{V_{Ni}}{\alpha_{Ni}} \cdot \frac{\alpha_X}{V_X} = K \cdot \frac{\alpha_X}{V_X}, \quad (6.23)$$

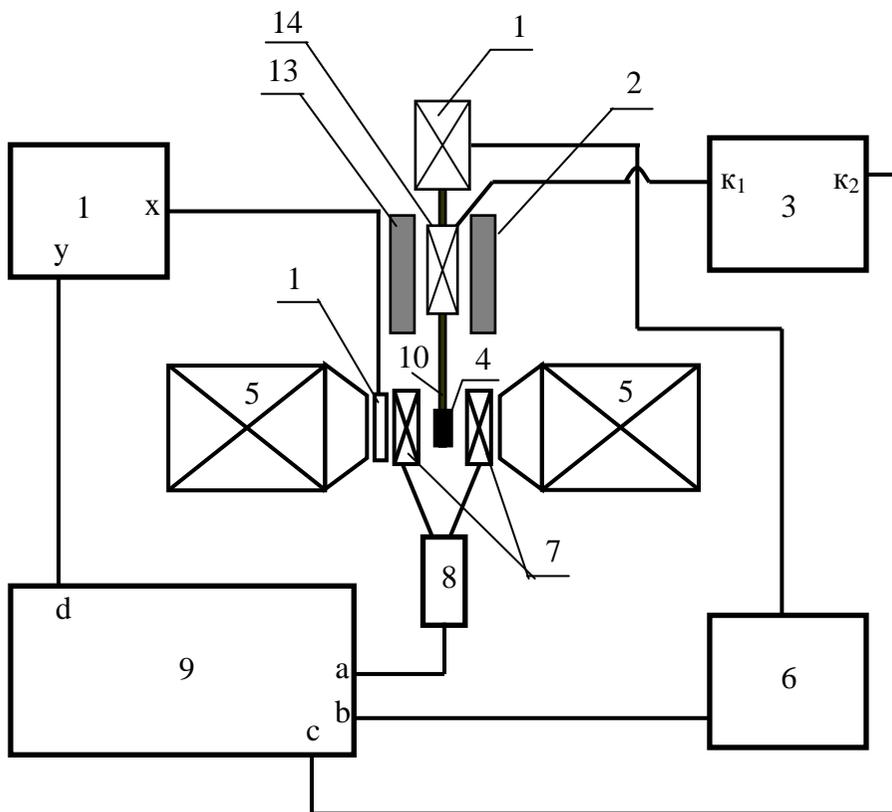


Рис. 6.7. Структурная схема вибрационного магнитометра:  
 1 – электромагнит с эластичной пластиной; 2,13 – постоянные магниты; 3 – осциллограф; 4 – образец; 5 – намагничивающий электромагнит; 6 – генератор сигналов специальной формы Г6-26; 7 – катушки; 8 – усилитель выносной; 9 – усилитель-преобразователь УПИ-2; 10 – штوك; 11 – датчик Холла; 12 – самописец; 14 – катушка

где  $I_X$  – искомая намагниченность,  $\sigma_{Ni}$  – удельная намагниченность Ni,  $V_{Ni}$  – объем Ni,  $V_X$  – объем исследуемой пленки,  $\alpha_{Ni}$  –

значение максимального сигнала от Ni,  $\alpha_X$  – значение максимального сигнала исследуемой пленки,  $\rho_{Ni}$  – плотность Ni.

Вибрационный магнитометр позволяет производить исследование магнитных свойств в зависимости от напряженности магнитного поля и температуры. Для проведения измерений при различных температурах исследуемый образец помещают в нагревательную печь или в криогенное устройство.

### 6.5.2. Методы измерения в переменных магнитных полях

Магнитные характеристики ферромагнитных веществ в переменных полях зависят не только от физических свойств материала, но и от формы и размеров образцов, частоты и вида кривой  $H(t)$  переменного поля. Если глубина проникновения магнитного поля меньше толщины образца, то говорят о действующих или средних значениях индукции и проницаемости. Поэтому, когда определяют магнитные характеристики в переменном магнитном поле, фиксируют условия, при которых они были определены. Большинство используемых в настоящее время схем основано на индукционном методе измерения характеристик в переменных полях. С помощью этих схем, как правило, определяют электрические величины, по значениям которых рассчитывают магнитные характеристики.

Напряженность магнитного поля находят по действующему значению тока в намагничивающей обмотке

$$H_{дейст} = \frac{ni}{R}, \quad (6.24)$$

где  $n$  - число витков намагничивающей обмотки,  $R$  — радиус кольца ( $m$ ),  $i$  — действующее значение тока (A).

Для расчета амплитудной магнитной проницаемости используют формулу

$$\bar{\mu} = \frac{B_m}{\mu_0 H_{дейст} \sqrt{2}}, \quad (6.25)$$

где  $B_m$  – максимальная магнитная индукция.

Иногда для вычисления амплитудной магнитной проницаемости определяют индуктивность образца

$$L = \frac{U}{\omega \cdot i}, \quad (6.26)$$

где  $U$  и  $i$  — действующие значения напряжения и силы тока,  $\omega$  - круговая частота.

Магнитную проницаемость рассчитывают по соотношению

$$\bar{\mu} = \frac{Ll}{\mu_0 n^2 S}, \quad (6.27)$$

где  $l$  - длина образца (м),  $S$  - сечение образца ( $\text{м}^2$ ),  $n$  - число витков намагничивающей обмотки.

Кривую индукции в переменных полях можно определять методом амперметра и вольтметра, потенциометрическими и мостовыми методами.

### 6.5.2.1. Метод вольтметра и амперметра

Магнитные характеристики в переменных полях промышленной частоты можно определить с помощью простейшего метода вольтметра и амперметра. Образец при этом методе используют в форме тороида или рамки, которую собирают из тонких пластин исследуемого вещества. На исследуемый образец  $O$  наматывают измерительную обмотку  $W_2$  и намагничивающую обмотку  $W_1$ . Ток в цепи обмотки  $W_1$  можно измерять при помощи амперметра, а э.д.с. в обмотке  $W_2$  измеряют цифровым вольтметром (рис. 6.8).

Для регулировки тока в намагничивающей обмотке рекомендуют использовать лабораторный автотрансформатор, который не искажает синусоидальной формы кривой тока  $i(t)$ . Расчет магнитной индукции образца производят по формуле

$$B_m = \frac{E_{cp}}{4fw_2S}, \quad (6.28)$$

где  $E_{cp}$  – среднее значение ЭДС во вторичной обмотке,  $w_2$  – число витков вторичной обмотки,  $f$  – частота тока,  $S$  – сечение образца.

Максимальное значение напряженности намагничивающего поля в замкнутой цепи определяется по формуле

$$H_m = \frac{w_1 i \sqrt{2}}{l}, \quad (6.29)$$

где  $i$  – действующее значение намагничивающего тока,  $w_1$  – число витков намагничивающей обмотки,  $l$  – средняя длина магнитной цепи.

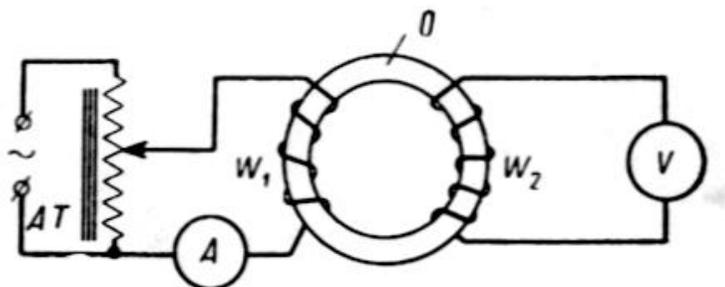


Рис. 6.8. Схема измерения кривой индукции методом амперметра и вольтметра:

O – исследуемый образец;  $w_1$  – намагничивающая обмотка;  
 $w_2$  – измерительная обмотка; AT – автотрансформатор

Пропуская через намагничивающую цепь определенные значения тока и измеряя при помощи вольтметра э.д.с. во вторичной обмотке, можно по формулам (6.48) и (6.49) рассчитать магнитную индукцию и напряженность магнитного поля, по-

строив зависимость  $B - (H)$ . Амплитудные значения проницаемости определяют по формуле (6.47).

Метод вольтметра и амперметра не дает возможности определять потери в образце и обладает большой погрешностью измерения индукции порядка 10 – 15 %. Несмотря на отмеченные недостатки, этот метод находит широкое распространение для определения кривой индукции магнитомягких веществ, так как он отличается простотой и может быть создан в любых лабораторных условиях.

### 6.5.2.2. Мостовые методы измерения магнитных характеристик

Мостовые методы определения магнитных характеристик в переменных магнитных полях в большинстве случаев используют для исследования магнитомягких материалов. Мостовые методы измерения получили большое распространение в лабораторной практике по той причине, что они могут быть быстро созданы и не требуют сложной физической аппаратуры.

Рассмотрим принципиальную схему моста, которая показана на рис. 6.9. В плечи моста переменного тока включают активное  $r_n$  и реактивные сопротивления  $C_n$  и  $L_n$ , где  $n = 1, 2, 3, 4$ , а в диагонали моста имеется прибор  $I$  переменного тока, который выполняет роль индикатора. Когда мост находится в равновесии, то в диагонали моста  $CD$  тока нет. В этот момент потенциалы в точках  $C$  и  $D$  равны между собой и падение напряжения на участках моста одинаковое. Обозначим комплексное значение силы тока в плечах  $z_1$  и  $z_2$  через  $\dot{I}_1$ , а в плечах  $z_3$  и  $z_4$  - через  $\dot{I}_2$ . Тогда можно записать, что

$$\begin{aligned} \dot{I}_{z_1} &= \dot{I}_{z_4}, \\ \dot{I}_{z_2} &= \dot{I}_{z_3}, \end{aligned} \quad (6.30)$$

где  $z_1, z_2, z_3$  и  $z_4$  – полные сопротивления плеч моста в комплексной форме.

Из последних равенств при равновесии моста имеем

$$z_1 z_3 = z_2 z_4. \quad (6.31)$$

Поскольку полное сопротивление каждого плеча в отдельности в комплексной форме записывается в виде

$$z = r + jx, \quad (6.32)$$

то, согласно (6.31) после соответствующих преобразований из соотношения получаем

$$r_1 r_3 - r_2 r_4 + j(x_1 r_3 + r_1 x_3) = x_1 x_3 - x_2 x_4 + j(x_2 r_4 + r_2 x_4). \quad (6.33)$$

Чтобы выполнялось последнее равенство, вещественные и мнимые части должны быть порознь равны друг другу, т. е.

$$\begin{aligned} r_1 r_3 - r_2 r_4 &= x_1 x_3 - x_2 x_4, \\ x_1 r_3 + r_1 x_3 &= x_2 r_4 + r_2 x_4. \end{aligned} \quad (6.34)$$

Уравнения (6.34) показывают, при каких условиях мост находится в равновесии. На практике для удобства применяют такие мостовые схемы, у которых условия равновесия имеют более простой вид, а именно

$$\begin{aligned} r_1 r_3 - r_2 r_4 &= 0, \\ x_1 x_3 - x_2 x_4 &= 0. \end{aligned} \quad (6.35)$$

Таким образом, как видно из соотношений (6.35), для получения равновесия моста переменного тока достаточно

уравновесить в отдельности активные и реактивные составляющие сопротивлений плеч моста.

### Мост с переменной индуктивностью

Принципиальная схема моста, в одном плече которого имеется переменная индуктивность, показана на рис. 6.10. Мост переменной индуктивности состоит из четырех плеч: два плеча обладают только активными сопротивлениями  $r_1$  и  $r_2$ , при этом сопротивление  $r_2$  является переменным. Третье плечо  $AD$  имеет переменную индуктивность  $L_x$ , активное

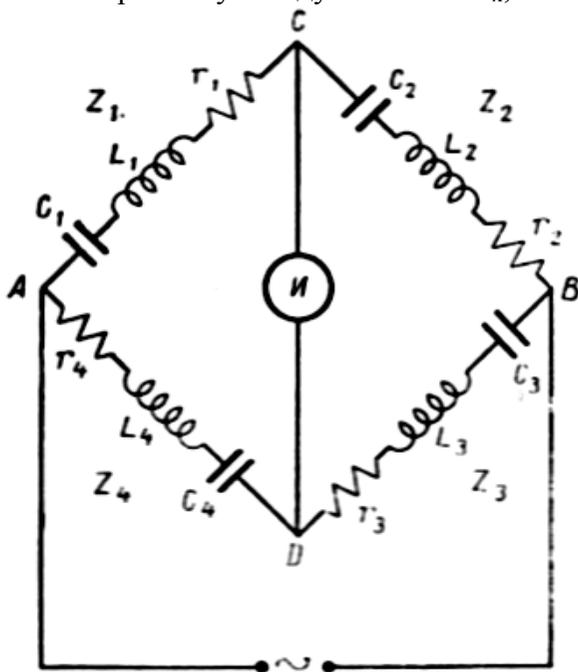


Рис. 6.9. Принципиальная схема моста переменного тока

сопротивление которого обозначается через  $r_x$ . В плече  $AB$  имеется исследуемый образец с обмоткой. Мост подключают к генератору  $\Gamma$ . В процессе измерения определяют значения индуктивности  $L_x$  и активного сопротивления  $r_x$ . По этим вели-

чинам рассчитывают магнитные характеристики вещества. Переменные сопротивления  $r$  включают между плечами  $AD$  и  $AB$ , которые имеют также реактивные сопротивления. Из рис. 6.10 видно, что сопротивление  $r$  может быть включено при помощи ключа  $K$  в любое из этих плеч. Запишем сопротивления плеч моста в комплексной форме:

$$\begin{aligned} \text{плеча } AB \quad z_x &= r + r_x + j\omega L_x, \\ z_N &= r_N + j\omega L_N, \\ \ll CB \quad z_1 &= r_1, \\ \ll CD \quad z_2 &= r_2. \end{aligned} \quad (6.36)$$

Равновесие моста согласно формуле (6.31) будет наблюдаться в том случае, если выполняется равенство

$$z_x z_3 = z_N z_1. \quad (6.37)$$

Т.е.

$$(r + r_x)r_2 + j\omega L_x r_2 = r_N r_1 + j\omega L_x r_1. \quad (6.38)$$

Неизвестные величины  $L_x$  и  $r_x$  легко определить из последних равенств. Для этого нужно приравнять действительные и мнимые части. Тогда окончательно получим

$$\begin{aligned} r_x &= r_N \frac{r_1}{r_2} - r, \\ L_x &= L_N \frac{r_1}{r_2}. \end{aligned} \quad (6.39)$$

Для более точного определения величин  $L_x$  и  $r_x$  измерения следует производить при нескольких значениях напряжений, подаваемых на мост. Амплитудную проницаемость образца рассчитывают по формуле

$$\bar{\mu} = \frac{L \pi d_{cp}}{\mu_0 n^2 S}, \quad (6.40)$$

где  $d_{cp}$  - средний диаметр тороида. Для того чтобы определить магнитную индукцию исследуемого образца и напряженность магнитного поля, нужно найти значение тока в намагничивающей обмотке образца. Полный ток в этой обмотке в комплексной форме записывается в виде

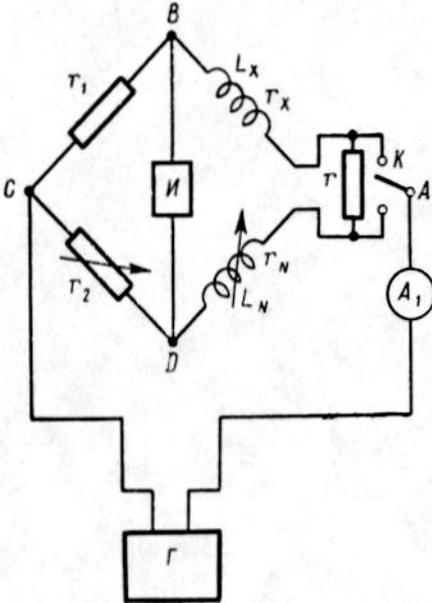


Рис. 6.10. Принципиальная схема моста с переменной индуктивностью

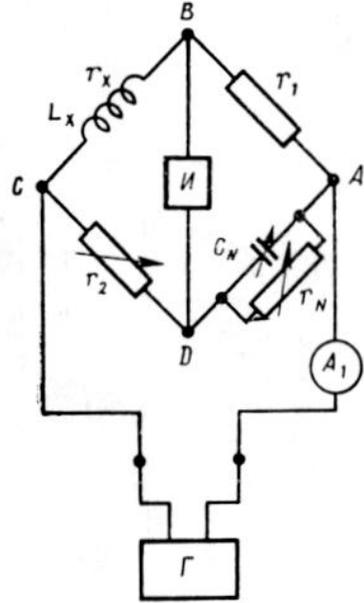


Рис. 6.11. Принципиальная схема моста с переменной емкостью

$$\bar{I} = \frac{U \bar{I}}{(r + r_x + j\omega L_x) + r_1}. \quad (6.41)$$

Подставив в эту формулу значения  $r_x$  и  $L_x$ , согласно формуле (6.36) получим выражение для модуля тока

$$i = \frac{U}{\sqrt{\left(r_N \frac{r_1}{r_2} + r_1\right) + \omega L_N^2 \frac{r_1}{r_2}}}. \quad (6.42)$$

Тогда максимальные значения магнитной индукции и напряженности намагничивающего поля можно рассчитать по следующим формулам:

$$B_m = \frac{iL_x \sqrt{2}}{S\omega}, \quad (6.43)$$

$$H_m = \frac{wi\sqrt{2}}{\pi \cdot d_{cp}}, \quad (6.44)$$

Рассмотренная нами схема моста с переменной индуктивностью дает небольшие ошибки измерения только в том случае, если индуктивности, включенные в плечи моста, имеют значение не меньше 10 *МГн*.

**Схема моста с переменной емкостью.** Схема этого моста показана на рис. 6.11. Два противоположных плеча моста имеют только активные сопротивления  $r_1$  и  $r_2$ . Два других плеча моста *CB* и *AD* обладают реактивными и активными сопротивлениями.

Проводя преобразования, аналогичные случаю, рассмотренному выше, получим формулы для определения  $r_x$  и  $L_x$ :

$$\begin{aligned} r_x &= \frac{r_1 r_2}{r_N}, \\ L_x &= C_N r_1 r_2. \end{aligned} \quad (6.45)$$

Рассмотренные мостовые схемы применяют для определения магнитных характеристик в магнитных полях промышлен-

ной частоты. Погрешность измерений мостовых схем составляет около 3 %.

### 6.5.2.3. Потенциометрический метод измерения магнитных характеристик в переменных полях

Точным и простым методом измерения магнитных характеристик в магнитных полях промышленной частоты является потенциометрический метод, который основывается на измерениях ЭДС во вторичной обмотке образца и тока в намагничивающей цепи. Принципиальная схема установки для измерения магнитной индукции с потенциометром переменного тока показана на рис. 6.12. На образце  $O$  есть две обмотки: намагничивающая  $W_1$  и измерительная  $W_2$ . Ток в обмотке  $W_1$  регулируют автотрансформатором  $AT$ , на который подается напряжение с разделительного трансформатора  $T$ , имеющего три обмотки. Одна из этих обмоток (I) служит для включения трансформатора в сеть питания, вторая (II) подает напряжение на потенциометр  $\Pi$  и третья (III) используется для намагничивания образца. Для определения точек основной кривой индукции нужно знать падение напряжения  $U_1$  на эталонном сопротивлении  $R_0$  и ЭДС  $E_2$  в измерительной обмотке  $W_2$ , причем эти величины следует определять при нескольких значениях тока в намагничивающей цепи. Значение величин  $U_1$  и  $R_0$  дает возможность рассчитать величину силы тока в намагничивающей обмотке  $W_1$ . По полученным значениям  $E_2$  во вторичной цепи и значениям тока в намагничивающей обмотке образца рассчитывают индукцию образца, напряженность магнитного поля, магнитную проницаемость и потери.

Если вторичная обмотка образца незамкнута, то реактивная составляющая полного тока будет находиться в фазе с магнитным потоком, который существует в исследуемом образце, при этом вектор потока сдвинут на  $90^\circ$  по отношению к вектору ЭДС вторичной обмотки цепи. Реактивную составляющую  $i_\mu$  полного тока определяют как его проекцию на направление

вектора магнитного потока, а активную составляющую  $i_a$  полного тока выражают через проекцию его на направление, противоположное э.д.с. во вторичной цепи  $E_2$ . Магнитную индукцию исследуемого образца рассчитывают по формуле (6.38). Так как напряженность магнитного поля представляется в комплексном виде, то действительную и мнимую части вектора напряженности магнитного поля записывают в виде

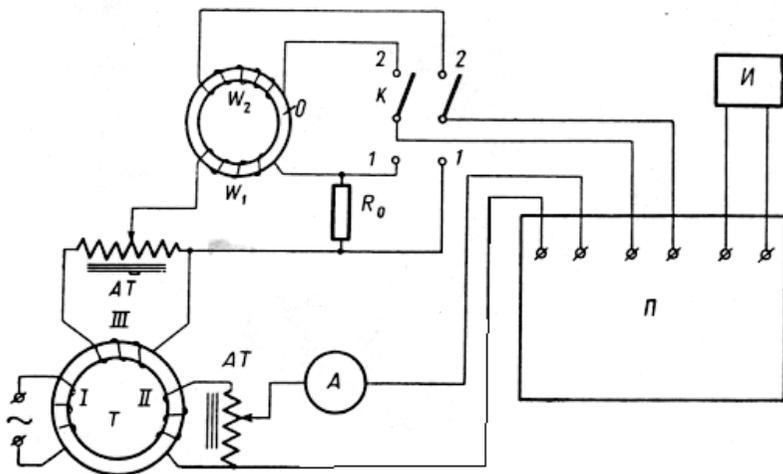


Рис. 6.12. Схема установки с потенциометром переменного тока:

О – исследуемый образец;  $W_1$  – намагничивающая обмотка;  $W_2$  – измерительная обмотка; Т – трансформатор; I, II, III – обмотки трансформатора тока; АТ – автотрансформатор

$$H_o = \frac{w_1 i_\mu \sqrt{2}}{l}, \quad (6.46)$$

$$H_{\&M} = \frac{w_1 i_a \sqrt{2}}{l}, \quad (6.47)$$

где  $l$  - длина средней магнитной линии образца,  $i_\mu$  - реактивная составляющая полного тока,  $i_a$  - активная составляющая полного тока.

Комплексную магнитную проницаемость определяют по формуле

$$\mu_k = \mu_1 - j\mu_2 = \frac{B_m}{\mu_0(H_\delta + jH_{\text{мн}})}. \quad (6.48)$$

Составляющие комплексной магнитной проницаемости имеют вид

$$\mu_1 = \frac{B_m}{\mu_0(H_\delta^2 + H_{\text{мн}}^2)} H_\delta, \quad (6.49)$$

$$\mu_2 = \frac{B_m}{\mu_0(H_\delta^2 + H_{\text{мн}}^2)} H_{\text{мн}}. \quad (6.50)$$

Амплитудная магнитная проницаемость равна

$$\bar{\mu} = \frac{B_m}{\mu_0 \sqrt{H_\delta^2 + H_{\text{мн}}^2}}. \quad (6.51)$$

Ошибки при определении магнитных характеристик потенциометрическим методом составляют около 3 %.

#### **6.5.2.4. Измерение магнитной проницаемости и потерь на частотах 50 кГц — 10 МГц**

В области высоких частот для измерения магнитной проницаемости используют резонансный метод, принципиальная схема которого изображена на рис. 6.13.

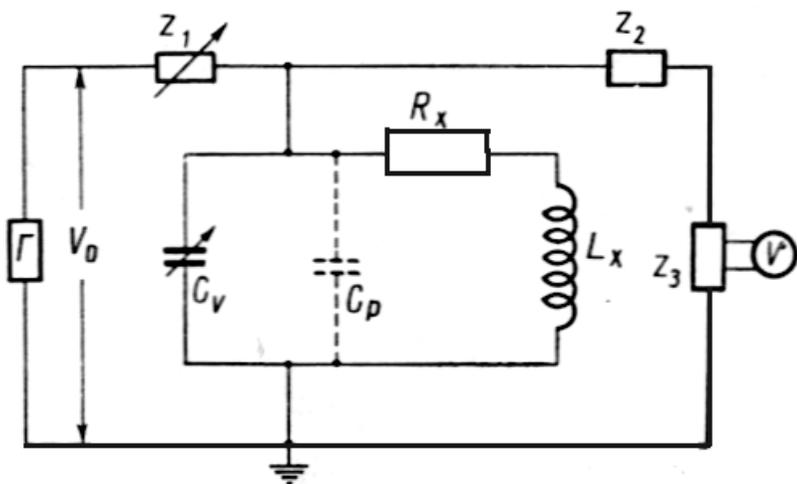


Рис. 6.13. Схема резонансного метода для определения комплексной магнитной проницаемости в слабых полях:  $\Gamma$  - генератор,  $C_v$  - переменная емкость для настройки в резонанс,  $L_x$  - индуктивность катушки образца,  $R_x$  - эквивалентное сопротивление,  $V$  - вольтметр,  $C_p$  - собственная емкость катушки,  $Z_1, Z_2, Z_3$  - реактивные сопротивления

На исследуемый образец, который имеет форму тороида или рамки, наматывают несколько витков медной проволоки. Колебательный контур связан с генератором  $\Gamma$  через большое реактивное сопротивление  $Z_1$ . При помощи этого сопротивления достигается слабая связь между колебательным контуром и генератором. Для измерения напряжения на конденсаторе используют электронный вольтметр  $V$ . Второе реактивное сопротивление  $Z_2$  служит для развязки контура от цепи этого вольтметра. В колебательный контур входят: исследуемый образец с обмоткой, обладающей индуктивностью  $L_x$  и сопротивлением  $R_x$ , переменная емкость  $C_v$  для настройки контура в резонанс и собственная емкость  $C_p$  катушки и соеди-

нительных проводов. Определение действительной и мнимой частей комплексной магнитной проницаемости основывается на связи этих величин с индуктивностью  $L_x$  и сопротивлением  $R_x$ . Расчетные формулы имеют вид

$$\mu_1 = \frac{L_x l}{n^2 S}, \quad (6.52)$$

$$\mu_2 = \frac{R_x l}{\omega n^2 S}, \quad (6.53)$$

где  $\omega$  - угловая частота переменного поля,  $n$  - число витков обмотки,  $S$  - сечение образца,  $l$  - длина образца по средней линии.

Таким образом, измерив величины  $L_x$  и  $R_x$ , можно по формулам (6.52), (6.53) найти значение величин  $\mu_1$  и  $\mu_2$ . Индуктивность  $L_x$  определяют по резонансной емкости  $C'_v$  в тот момент, когда напряжение на колебательном контуре будет максимальным. Для этого применяется формула

$$L_x = \frac{1}{\omega^2 (C'_v + C_p)}. \quad (6.54)$$

Тангенс угла потерь рассчитывается так:

$$\operatorname{tg} \delta = \frac{\Delta C_v}{2(C'_v + C_p)}, \quad (6.55)$$

где  $\Delta C_v$  называется резонансной шириной. Эта величина определяется при двух значениях  $C_v$ , для которых общее сопротивление настроенной цепи в  $1/\sqrt{2}$  раз меньше максимальной величины.

При осуществлении этого метода следует иметь в виду источники ошибок, которые зависят от следующих факторов. Прежде всего следует измерить или рассчитать собственную емкость  $C_p$ . В противном случае возникнет значительная ошибка в

измеряемой величине индуктивности  $L_x$ . Наличие собственной емкости  $C_p$  позволяет применять рассматриваемый метод только для определенных значений частот. Кроме того, этот метод может быть применен для исследования материалов с небольшими потерями, чтобы резонансная кривая не была плоской. Следует также иметь в виду, что на результаты измерения влияет собственная самоиндукция катушки и соединительных проводов.

## **6.6. Магнитооптические методы исследования ферромагнетиков**

Каждая из представленных выше методик обладает не только определенным преимуществом, но и конкретными недостатками, которые не дают сведений об электронной структуре исследуемых магнитоупорядоченных материалов. Указанными недостатками не страдают магнитооптические методы (МО). Более того, МО методы будто бы "придуманы" для исследований физических свойств таких материалов.

Современная магнитооптика - раздел физики, сформированный на стыке двух наук: физической оптики и физики магнитных явлений, изучающий взаимодействие света с намагниченным или магнитоупорядоченным веществом. В результате спектральных, полевых и температурных зависимостей МО исследований решаются фундаментальные задачи, касающиеся связи магнитоупорядоченного твердого тела с оптическими явлениями, и конкретнее, определения природы и механизмов поглощения света магнитоконцентрированными кристаллами, анизотропии оптических свойств кристалла, помещенного во внешнее магнитное поле; восстанавливаются спектры электронных энергетических состояний в ферромагнетиках, связывающие энергию квазичастиц с их импульсом; выявляются виды магнитных взаимодействий и типы магнитных структур, а также магнитных фазовых превращений "поверхностного" магнетизма и т.д.

Решение этих вопросов, а также многих неназванных, важны не только в чисто научном плане. В них заключена также научная основа для практических приложений и, в первую очередь, для конструирования материалов с заданными магнитными и МО параметрами, для разнообразных применений материалов в современных элементах магнитной памяти и интегральной оптики, в качестве управляющих элементов оптических трактов и магнитооптических устройств, в лазерной технике и т.п.

Оптические и МО методы являются наиболее простыми, эффективными и информативными. МО методы обладают рядом достоинств, главное из которых состоит в том, что в отличие от оптических они чувствительны к знаку спина, что позволяет выделить: к какой спиновой зоне относится данный оптический переход. Большие возможности магнитооптической спектроскопии связаны с тем, что наиболее важные межзонные интервалы, интервалы между отдельными уровнями и их компонентами, энергии обменного и спин-орбитального расщепления энергетических зон ферромагнетика попадают в оптическую область спектра. МО методам присуща уникальная особенность - это, в принципе, динамические методики, которые несут отклик электронной системы на модуляцию вектора спонтанной намагниченности, что обеспечивает высокую чувствительность, характерную для всех дифференциальных методик. Эти методы, несмотря на долгую жизнь, продолжают совершенствоваться как в методическом отношении, так и в чисто научном плане. В подавляющем большинстве случаев, однако, целенаправленно проводимые эксперименты в идейном отношении не являются принципиально новыми, но их широкое использование в исследованиях, а также быстрый рост числа соответствующих публикаций свидетельствует о том, что МО методы и основанные на их принципах устройства, установки и приборы стали неотъемлемыми рабочими инструментами физики твердого тела.

### 6.6.1. Электромагнитные волны в среде

Рассмотрение магнитооптических явлений в веществе начнем с необходимых напоминаний, касающихся природы и свойств электромагнитного излучения оптического диапазона длин волн. Этот диапазон с условными границами от частот  $\nu = 3 \cdot 10^{12}$  Гц до  $\nu = 3 \cdot 10^{18}$  Гц включает три более коротких интервала: инфракрасное излучение в диапазоне длин волн  $\lambda \approx 10^3 \div 0,76$  мкм, видимое излучение (собственно свет)  $\lambda \approx 0,76 \div 0,4$  мкм, или  $\nu = 10^{12} \div 10^{16}$  Гц, ( $h\nu \approx 1,5 \div 3$  эВ), ультрафиолетовое излучение  $\lambda \approx 0,4 \div 0,1$  мкм.

В дальнейшем нас будут интересовать главным образом световые электромагнитные волны, и поэтому характеристики интервалов их "существования" представлены и в длинах волн, и в частотах, и в энергиях. Взятое в кавычки слово существование следует понимать не только в смысле указания их интервалов, но и в том, что электромагнитные волны существуют как самоподдерживающийся процесс возникновения и распространения в пространстве быстропеременных электрического и магнитного полей, являющихся функцией частоты:

$$\begin{aligned} \vec{E}(\vec{r}, t) &= \vec{E}_0 e^{i(k\vec{r} - \omega t)} \\ \vec{B}(\vec{r}, t) &= \vec{B}_0 e^{i(k\vec{r} - \omega t)} \end{aligned} \quad (6.56)$$

Здесь  $\vec{k} = \frac{\omega}{c} \vec{n}$  – волновой вектор, определяющий распространение волны,  $\vec{n}$  – вектор рефракции,  $\omega = 2\pi\nu$ ,  $c$  — скорость света в вакууме.

О частотной зависимости векторов  $\vec{E}$  и  $\vec{B}$  световой волны говорят, как о цвете; квадраты  $E^2$  и  $B^2$  дают энергию

волны; интенсивность волны определяется средним по времени значением плотности потока энергии  $\sim \langle \overset{\rho}{E} \cdot \overset{\rho}{B} \rangle_t$ .

Система уравнений электромагнитного поля, источниками которого являются заряды объемной плотности  $\rho$  и тока проводимости плотности  $\overset{j}{j}$

$$\operatorname{div} \overset{\rho}{E} = \frac{\rho}{\varepsilon_0}, \quad (6.57, a)$$

$$\operatorname{rot} \overset{\rho}{E} = -\frac{\partial \overset{\rho}{B}}{\partial t}, \quad (6.57, b)$$

$$\operatorname{div} \overset{j}{B} = 0, \quad (6.57, c)$$

$$c^2 \operatorname{rot} \overset{j}{B} = \frac{\overset{j}{j}}{\varepsilon_0} + \frac{\partial \overset{j}{E}}{\partial t}, \quad (6.57, d)$$

дополненная материальными уравнениями, учитывающими соотношения между векторами  $\overset{\rho}{E}, \overset{\rho}{D}, \overset{j}{B}, \overset{j}{H}$  и  $\overset{j}{j}$

$$\begin{aligned} \overset{\rho}{D} &= [\varepsilon] \overset{\rho}{E} \\ \overset{j}{B} &= [\mu] \overset{j}{H} \\ \overset{j}{j} &= [\sigma] \overset{j}{E} \end{aligned} \quad (6.58)$$

и граничными условиями, — это система уравнений Максвелла для материальных сред.  $\overset{\rho}{D}$  — вектор электрического смещения, среды,  $\sigma$  — электропроводность.

Уравнения Максвелла описывают все свойства самой волны и ее взаимодействие с веществом. Из формул 6.57,a и 6.57,b следует, что электромагнитное поле векторов  $\vec{E}$  и  $\vec{B}$  распространяется в веществе в виде  $\vec{H}$  — вектор напряженности магнитного поля, которые учитывают диэлектрические и магнитные (но не сегнетоэлектрические и ферромагнитные) свойства среды;  $\epsilon, \epsilon_0$  — диэлектрические проницаемости вакуума и среды,  $\mu$  — магнитная проницаемость волны, скорость которой  $u = \frac{c}{n}$

определяется показателем преломления среды  $n = \sqrt{\epsilon\mu}$ . Именно этими параметрами связываются оптические свойства вещества с его электрическими свойствами. (Обычно для большинства прозрачных сред и магнетиков  $\mu \approx 1$ , и поэтому можно записать  $n = \sqrt{\epsilon}$ ). Из формул 6.57,c и 6.57,d видно, что плоские электромагнитные волны (6.56) поперечны, т.е. векторы  $\vec{E}$  и  $\vec{B}$  перпендикулярны вектору  $\vec{k}$  и ортогональны друг другу. Таким образом,  $\vec{E}$  и  $\vec{B}$  в каждой точке и в каждый момент времени образуют с волновым вектором  $\vec{k}$  правую тройку векторов. Это позволяет упростить дальнейшие рассмотрения свойств электромагнитных волн, говоря только об одном векторе — электрическом векторе световой волны  $\vec{E}$ , который иногда, кстати сказать, некорректно называют действующим.

Существует важная характеристика электромагнитной волны — поляризация, которая в отличие от интенсивности и

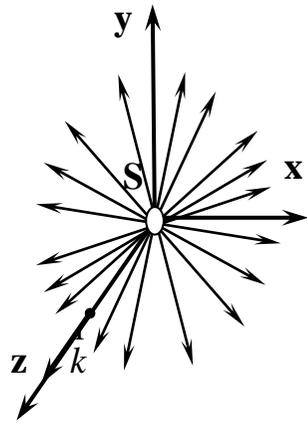


Рис. 6.14. Естественный свет с хаотическим направлением векторов электрической компоненты  $\vec{E}$

окраски световой волны не может быть распознана органами чувств, а исследуется специальными приборами - поляризаторами.

Излучение обычных источников света не поляризовано. Это так называемый естественный свет, в котором все направления колебаний вектора  $\vec{E}$  в плоскости, перпендикулярной направлению распространения ( $\vec{E} \perp \vec{k}$ ), равновероятны, и имеет место осевая симметрия неполяризованного света (рис.6.15). По классическим представлениям излучение светящегося тела складывается из волн, испускаемых его возбужденными атомами. Каждое излучение атома представляет цуг длительностью порядка  $10^{-8}$  с и длины в среднем 3 м. Излучив, атом переходит в стационарное состояние, а затем вновь через некоторое время возбуждается и опять излучает. Одновременно излучает множество атомов. Направление колебаний векторов  $\vec{E}$  (и  $\vec{B}$ ) в каждом цуге ориентировано случайным образом. Наложённые друг на друга цуги и представляют световую волну, колебание вектора  $\vec{E}$  в которой в разных направлениях равновероятно.

Поляризованной называют волну, в которой направление колебаний вектора  $\vec{E}$  упорядоченно каким-либо образом. Если колебания вектора  $\vec{E}$  происходят неизменно в данной плоскости, проходящей через луч (через волновой вектор  $\vec{k}$ ), то такую волну называют *плоско* или *линейно поляризованной* (рис.6.16). Плоскость, проходящую через  $\vec{k}$ , в которой колеблется вектор  $\vec{E}$ , называют *плоскостью поляризации*.

Другим, общим, видом поляризации является эллиптическая, в которой вектор  $\vec{E}$  в процессе распространения электромагнитной волны вращается вокруг направления вектора  $\vec{k}$ , описывая своим концом в пространстве эллиптическую спираль. Говорят, что такая волна *эллиптически поляризованная*, частный случай: конец вектора  $\vec{E}$  в проекции на плос-

кость, перпендикулярную  $\vec{k}$ , описывает окружность — волна поляризована по кругу — *поляризация круговая*. Наглядно ситуацию можно представить так (рис.6.16,  $\vec{k}$  направлен на нас): в плоскости, перпендикулярной направлению распространения, конец вектора  $\vec{E}$  электромагнитной волны, спроектированный на эту плоскость, оставит след — поляризационную диаграмму — в форме эллипса. Действительно, математически электрический вектор световой волны  $\vec{E}(z,t)$  в любой момент времени может быть представлен суммой двух волн одинаковой частоты с ортогональными направлениями линейных поляризаций:

$$\begin{aligned} E_x &= E_{0x} \operatorname{Re} e^{i(kz - \omega t)} \\ E_y &= E_{0y} \operatorname{Re} e^{i(kz - \omega t)}, \end{aligned} \quad (6.59)$$

где  $E_{0x}$  и  $E_{0y}$  — действительные амплитуды волн.

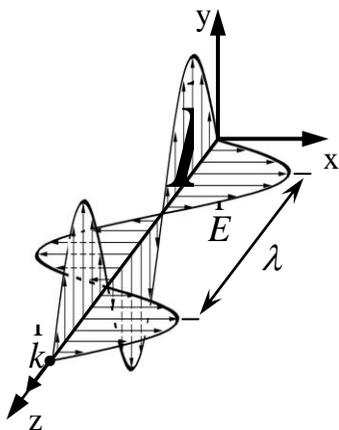


Рис. 6.15. Линейно поляризованная электромагнитная волна

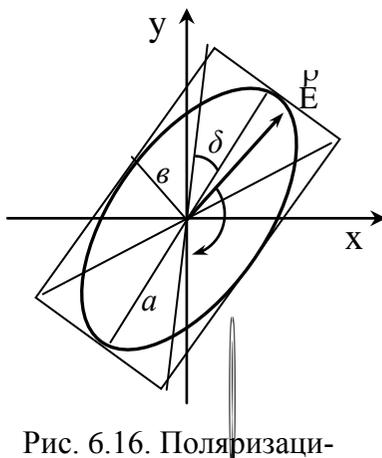


Рис. 6.16. Поляризационная диаграмма - эллипс поляризации света

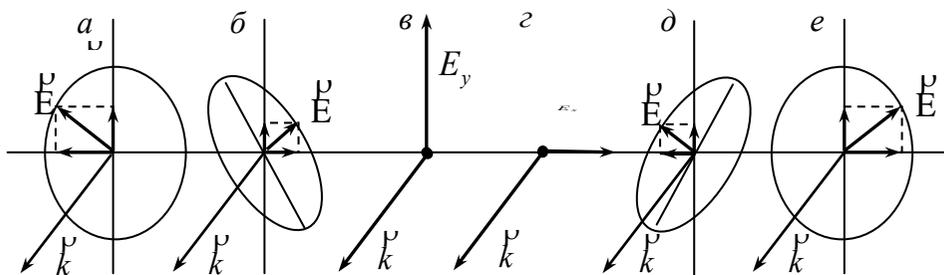


Рис. 6.17. Различные виды поляризации света: циркулярная левая (а) и правая (е), эллиптическая левая (б) и правая (д), линейная (в и з)

Исключая из этих выражений фазу ( $kz - \omega t$ ), получаем уравнение эллипса. Необходимо отметить (это особенно важно для магнитооптики), что решение предполагает два направления обхода эллипса вектором  $\vec{E}$ . Если смотреть навстречу световому лучу, распространяющемуся по  $\vec{k}$ , видно, что вращение вектора  $\vec{E}$  происходит по часовой стрелке — это правополяризованный свет (+) (рис. 6.17). Если вращение  $\vec{E}$  против часовой стрелки, то свет — левополяризованный (-). В поляризационной диаграмме есть два наиболее часто употребляемых параметра: угол эллиптичности  $\delta$  и коэффициент эллиптичности. Первый определяется как угол между главной осью эллипса (наибольшая ось) и диагональю прямоугольника, описанного вокруг эллипса.  $\delta$  отсчитывают в том же направлении, в котором вращается вектор  $\vec{E}$  (для рис. 6.16 имеем знак «плюс»). Второй - определяют как отношение малой полуоси эллипса поляризации к большой:  $\psi = \operatorname{tg} \delta$ .

На рис. 6.17 изображены различные встречающиеся в кристаллооптике и магнитооптике виды поляризации света: линейно поляризованный свет (рис. 6.17, в и з);  $\delta = \frac{\pi}{2}$  - цирку-

лярно поляризованный (рис. 6.17, *a* и *e*);  $0 < \delta < \frac{\pi}{2}$  - эллиптическая поляризация (рис. 6.17, *б* и *д*). Право- и левополяризованная волны по-разному взаимодействуют с кристаллическим твердым телом или намагниченным веществом, и это проявляется в различии и фазовых скоростей  $v_+$  и  $v_-$ , и показателей преломления  $n_+$  и  $n_-$ , и показателей поглощения  $k_+$  и  $k_-$ .

Прошедшая через кристаллическую или намагниченную пластинку одна из компонент световой волны может оказаться сдвинутой по фазе относительно другой на угол  $\varphi$ . В зависимости от разности фаз  $\Delta\varphi$  свет на выходе из пластинки будет в общем случае эллиптически поляризованным, а в частных случаях, когда  $\varphi = m\pi$  ( $m$  - целое число) — линейно поляризованным, и когда  $\varphi = m\frac{\pi}{2}$  — поляризованным циркулярно. При взаимодействии с магнитоупорядоченным или намагниченным веществом света, как при прохождении через вещество, так и при отражении веществом, поляризационные характеристики света изменяются и, т.о., в провзаимодействовавшем излучении будет содержаться информация о параметрах вещества, о магнитных и электрических взаимодействиях, его магнитной и электронной структурах. Поэтому, говоря о магнитооптике намагниченного вещества, подразумевают не только его магнитооптические свойства, но и многие другие физические свойства.

Линейно поляризованный свет выделяется из естественного с помощью устройств, называемых поляризаторами (поляризационная призма Николя, всевозможные двоякопреломляющие призмы, например Рошона, Франка-Риттера, Волластона и др., дихроичные пластинки (поляроиды) и др). В основе действия поляризаторов лежат различные физические принципы, — а именно, используются явления отражения, преломления и прохождения естественного света через дву-

преломляющие и дихроичные кристаллы. Для обнаружения поляризации служат анализаторы, которые по принципу действия идентичны поляризаторам. В зависимости от ориентации плоскости поляризации анализатора поляризованный свет либо проходит, либо не проходит через него. При скрещенном положении поляризатора и анализатора, когда их оси поляризации повернуты друг относительно друга на  $\frac{\pi}{2}$ , световые волны через систему из двух поляризаторов не проходят. От линейно поляризованного света к эллиптической и циркулярной поляризациям можно перейти, пропуская линейно поляризованный свет через анизотропные кристаллические четвертьволновые и полуволновые пластинки. Свет круговой поляризации можно также получить, используя явление полного внутреннего отражения на границе прозрачных сред, при котором возникает разность фаз отраженных волн ( $E_{0x} = E_{0y}$ ) с ортогональными направлениями линейной поляризации  $\delta = \frac{\pi}{2}$  (параллелепипед Френеля).

От излучения естественных источников света по поляризации выгодно отличается излучение лазерных источников. Излучение лазера обычно строго определенной длины волны, т.е. высокой степени монохроматичности, большой интенсивности и линейной поляризации света. Высокая монохроматичность лазерного излучения, однако, часто представляет и определенные неудобства в его использовании — не всегда удается иметь очень дорогой лазер с перестраиваемой частотой. Для создания плоской монохроматической волны излучения часто прибегают к обычным источникам света в сочетании с монохроматорами (с помощью которого выделяют определенную длину волны) и поляризаторами. Однако и здесь не все хорошо. Часто невысокая интенсивность излучения и ограниченная

степень монохроматизации вызывают определенные трудности.

Неоднократно упомянутое выше сочетание слов свет и кристаллическое вещество не случайно. Необычайное поведение света в кристалле оказывается тесно связанным со строгим порядком в расположении атомов, образующих периодическую решетку. Для кристаллов вообще характерна анизотропия их физических свойств, в том числе и таких, которые описываются диэлектрической и магнитной проницаемостями, электропроводностью и т.д. Классические представления показывают необходимость анизотропии указанных свойств: смещение электронов под действием поля световой волны  $\vec{E}$  различно в зависимости от направления этого поля и не совпадает с ним в общем случае; различны и вероятности поглощения энергии. Следствием оптической анизотропии являются различия: а) скоростей распространения света и, таким образом, различие и показателей преломления; б) коэффициентов поглощения; в) отражающей способности и существования оптической активности, определяемой как  $\Delta n = n_+ - n_-$ , и некоторых других характеристик. Существование в кристаллах указанных особенностей феноменологически связывается с наличием в них двулучепреломления и дихроизма. Двойное лучепреломление состоит в том, что вследствие зависимости показателя преломления от направления электрического поля световой волны при ее прохождении через анизотропную среду, световой луч разделяется на два поляризованных во взаимно перпендикулярных плоскостях. Дихроизм (двупоглощение) заключается в различном поглощении веществом света в зависимости от ориентации вектора  $\vec{E}$  световой волны. Это так называемые *линейные* двупреломление и дихроизм. Если на анизотропное вещество падает циркулярно поляризованный свет, то возникают *круговые* двупреломление и дихроизм, состоящие в различном преломлении и поглощении соответственно поляри-

зованного по правому и левому кругу света. Обычно двупреломление и дупоглощение сопровождают друг друга — говорят о двупреломлении: это следствие различия комплексных показателей преломления  $n^* = n - ik = \sqrt{\varepsilon} = \sqrt{\varepsilon_1 - i\varepsilon_2}$  для света с различной поляризацией.

### **6.6.2. Магнитооптические эффекты в ферромагнетиках**

В магнитных кристаллах или намагниченном ферромагнетике существует, кроме кристаллографического, другой — магнитный порядок, связанный с обменным взаимодействием. Обменное поле выстраивает магнитные моменты атомов или ионов в определенных направлениях. Из-за стремления твердого тела к состоянию с минимальной энергией магнитоупорядоченных спинов системы разбивается на систему магнитных доменов или магнитных подрешеток. За счет такого магнитного порядка кристалл, не раздваивающий поляризованный световой луч в размагниченном состоянии, при его намагничивании может стать двупреломляющим. В ряде ферромагнетиков двупреломление может быть целиком обусловлено упорядочиванием магнитных моментов атомов. Например, в кубическом кристалле с равной нулю спонтанной намагниченностью двупреломление отсутствует и появляется лишь при переходе ферромагнетика в магнитоупорядоченное состояние, возникающее ниже температуры Кюри.

### **6.6.3. Классификация магнитооптических эффектов**

Феноменологическое описание оптических явлений в ферромагнетиках основано на том факте, что вещества, обладающие спонтанным магнитным моментом, или намагниченные внешним магнитным полем, обнаруживают свойства двойного кругового и линейного двупреломления и дихроизма. При взаимодействии света с намагниченным веществом происходит либо изменение фазы, либо интенсивности, либо со-

стояния поляризации. В некоторых случаях это происходит одновременно. Наблюдаемые при этом изменения в световой волне получили название магнитооптических эффектов. Сделаем оговорку, что будем рассматривать простые случаи взаимодействия света (при прохождении или отражении) с кубическими кристаллами или изотропными материалами, т.к. в противном случае естественное кристаллическое двулучепреломление усложняет анализ.

Магнитооптические эффекты можно группировать по различным признакам.

1. По характеру распространения света относительно вектора намагниченности  $\vec{I}$  можно выделить продольные (эффект Фарадея и эффекты при полярном и меридиональном намагничивании) и поперечные (эффект Фохта и эффекты при экваториальном намагничивании).
2. По характеру зависимости от намагниченности - квадратичные (эффект Фохта и ориентационный магнитооптический эффект) и линейные (остальные магнитооптические эффекты).
3. Магнитооптические эффекты могут наблюдаться как на отраженном от намагниченного кристалла (эффекты Керра), так и на проходящем через ферромагнетик свете (эффекты Фарадея и Фохта).

В проходящем свете реализуются два “классических” случая, различающиеся геометрией распространения света по отношению к направлению вектора намагниченности.

Направление волнового вектора световой волны  $\vec{k}$  (рис. 6.18, а) параллельно вектору намагниченности (геометрия Фарадея) ( $\vec{k} \parallel \vec{I}$ ). В этом случае, во-первых, имеет место вращение плоскости поляризации линейно поляризованного света, при этом угол фарадеевского вращения  $\sim I$ . Во-вторых, наличие поглощения в среде приводит к возникновению эллиптической поляризации.

Более детально. Пусть линейно поляризованный свет, который можно представить как суперпозицию двух волн — одну с левой, другую - с правой круговыми поляризациями, падает нормально на поверхность кристалла, и эти волны по-разному взаимодействуют с кристаллом, а их фазовые скорости распространения различные. В результате суперпозиции этих волн на выходе кристалла вновь образуется линейно поляризованная волна, но с рядом новых качеств, а именно, она с другим по отношению ко входу направлением поляризации. Угол поворота плоскости поляризации

$$\alpha_\phi = \operatorname{Re} \frac{\pi}{\lambda} (n_+^* - n_-^*) l = \frac{\pi}{\lambda} (n_+ - n_-) l \quad (6.60)$$

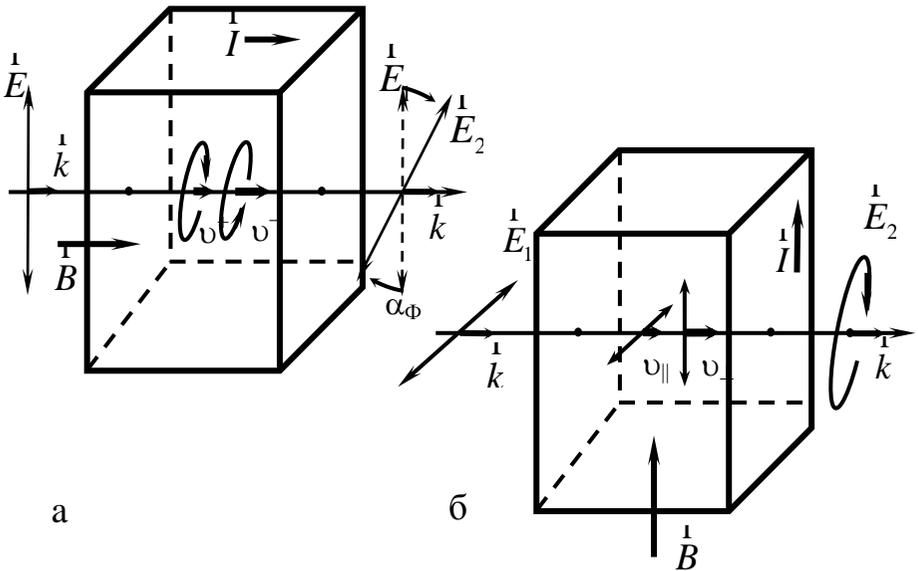


Рис. 6.18. Магнитооптические эффекты на проходящем свете:  
 а - эффект Фарадея; б - эффект Фохта

- это фарадеевское вращение, или эффект Фарадея (ЭФ). Его замечательным свойством является изменение знака вращения и при изменении знака поля (линейный по полю эффект), и при изменении направления распространения света. Кроме того, в общем случае волны с противоположными круговыми поляризациями имеют разные показатели поглощения и будут по-разному затухать. Разность в показателях поглощения является причиной так называемого магнитного кругового дихроизма

$$\eta_{\phi} = \text{Im} \frac{\pi}{\lambda} (n_{+}^{*} - n_{-}^{*}) l = \frac{\pi}{\lambda} (k_{+} - k_{-}) l. \quad (6.61)$$

Само явление — это магнитный круговой дихроизм (МКД).

Направление световой волны (рис. 6.18,б) перпендикулярно вектору намагниченности (геометрия Фохта) ( $\vec{k} \perp \vec{I}$ ). В этой геометрии два направления являются выделенными: одно - параллельное вектору намагниченности и перпендикулярное волновому вектору  $\vec{k}$ , другое - перпендикулярное вектору  $\vec{I}$  и волновому вектору  $\vec{k}$ .

Свет, поляризованный на входе в кристалл в произвольном направлении, в кристалле может быть представлен как две волны с ортогональными поляризациями, которые распространяются с разными скоростями  $V_{\parallel}$  и  $V_{\perp}$  и разными показателями поглощения  $k_{\parallel}$  и  $k_{\perp}$ . После прохождения кристалла линейно поляризованный свет становится, во-первых, эллиптически поляризованным. Величина эффекта за счет относительного фазового сдвига двух линейно поляризованных волн, носящего название эффекта Фохта или эффекта Коттона-Мутона (ЭКМ)  $\theta$ , оказывается пропорционален квадрату намагниченности, т.е. этот эффект является четным по намагниченности

$$\theta \sim \Delta(k_{\perp} - k_{\parallel}), \quad \theta \sim I^2. \quad (6.62)$$

Во-вторых, как и в случае распространения света вдоль намагниченности, при перпендикулярной геометрии намагниченность вносит разность фаз в коэффициенты поглощения с ортогональной линейной поляризацией

$$\varphi \sim \Delta(k_{\perp} - k_{\parallel}), \quad (6.63)$$

имеет место магнитный линейный дихроизм (МЛД), который является также эффектом второго порядка относительно намагниченности.

В металлических ферромагнетиках эффект Фохта, вследствие малости эффектов, практически никогда не реализуется. Чаще всего для изучения магнитных характеристик ферромагнетиков используется геометрия эффекта Фарадея, в которой измеряются  $\alpha_{\phi}$  и  $\theta_{\phi}$ . Если вектор  $\vec{k}$  составляет некоторый угол с вектором намагниченности, то в проходящем свете также наблюдается ряд магнитооптических эффектов.

Отраженный свет используют для исследования непрозрачных образцов. В этом случае электромагнитная волна проникает в металл на глубину нескольких десятков атомных слоев, в видимом диапазоне длин волн порядка 70 – 100, или 200 – 300 Å, а затем, возвращаясь назад, содержит информацию как о магнитном состоянии металла, так и о некоторых параметрах его электронной энергетической структуры. Под магнитооптическими эффектами Керра понимают влияние намагниченности ферромагнетика на состояние поляризации или интенсивности, или фазы отраженного от поверхности образца света. Керр был первым, кто в 1876 г. наблюдал эффект вращения плоскости поляризации света, отраженного намагниченным

ферромагнетиком. До недавних пор его имя было более известно в связи с открытым им годом раньше электрооптическим эффектом, состоящим во вращении плоскости поляризации света при прохождении его через оптически прозрачную среду за счет возникновения анизотропии в среде под действием внешнего электрического поля и проявлении двойного лучепреломления. В зависимости от геометрии расположения поверхности ферромагнитного зеркала по отношению к плоскости падения линейно поляризованного света, а также по направлению вектора намагниченности в образце различают три основных варианта эффекта Керра:

*Полярное намагничивание* – рис. 6.19, а. Вектор намагниченности  $\vec{I}$  перпендикулярен плоскости ферромагнитного зеркала и параллелен плоскости падения света. При перемагничивании магнетика и при нормальном падении ( $\varphi = 0$ ) света наблюдается полярный эффект Керра (ПЭК), состоящий: а) во вращении плоскости поляризации; б) в появлении эллиптичности отраженного от магнетика линейно поляризованного света. При падении света под углом  $\varphi \neq 0$  наблюдается также изменение интенсивности света.

*Меридиональное намагничивание* – рис. 6.19, б. Вектор  $\vec{I}$  параллелен и плоскости ферромагнитного зеркала, и плоскости падения света. При перемагничивании магнетика наблюдается меридиональный эффект Керра (МЭК), который выражается: а) во вращении плоскости поляризации; б) в появлении эллиптичности отраженного от магнетика линейно поляризованного света.

*Экваториальное намагничивание* – рис. 6.19, в. Вектор  $\vec{I}$  параллелен плоскости ферромагнитного зеркала и перпендикулярен плоскости падения света. При перемагничивании наблюдается экваториальный эффект Керра (ЭЭК), выражающийся: а) в изменении интенсивности света; б) сдвиге фазы

линейно поляризованного света, отраженного магнитным кристаллом.

*Ориентационный магнитооптический эффект.* При переходе от геометрии ЭЭК к геометрии МЭК наблюдается также квадратичное по намагниченности изменение интенсивности отраженного от образца света. Этот эффект, названный *ориентационным магнитооптическим эффектом*, нашел применение для изучения электронной структуры как непрозрачных, так и прозрачных ферромагнетиков.

*Магниторефрактивный эффект (МРЭ)* - это новый, обнаруженный в последние годы прошлого века, магнитооптический эффект. Эффект в отличие от всех выше описанных не связан с электронными оптическими переходами обменно расщепленных левых и правых спиновых волн. Его источник - свободные носители в ферромагнитных материалах. Он является частотным аналогом магнитосопротивления и наиболее ярко проявляется в ИК диапазоне длин волн, по величине этот эффект в 50 – 100 раз больше, чем классические магнитооптические эффекты. МРЭ был обнаружен и исследован сначала в

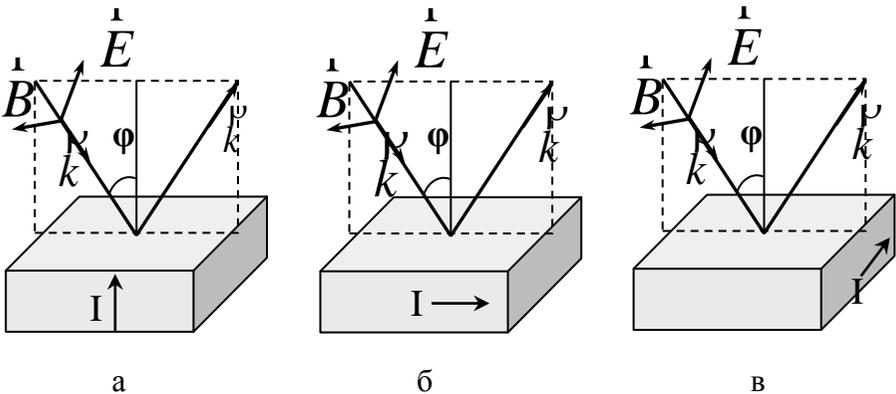


Рис. 6.19. Магнитооптические эффекты Керра: а - полярный эффект Керра, б - меридиональный эффект Керра, в - экваториальный эффект Керра

многослойных металлических ферромагнитных структурах, а затем в нанокompозитах ферромагнитный металл – диэлектрик, т.е. оказалось, что МРЭ свойственен низкоразмерным магнитонеоднородным средам. Исследования показывают, что эффект, как и гигантское (или туннельное) магнитосопротивление (ГМС или ТМС), квадратичен по намагниченности, имеет своеобразные частотную и полевую зависимости, наблюдается в материалах с определенной концентрацией магнитной и немагнитной фаз, зависит от структурных параметров составляющих компонентов. Поэтому МРЭ, полагают, может быть использован как в физических исследованиях для выяснения природы и построения картины происхождения туннельного магнитосопротивления, так и для неразрушающего оперативного контроля параметров вновь синтезируемых материалов с высокими значениями магнитосопротивления.

Итак, в случае ПЭК и МЭК для обеих компонент линейно поляризованного света (р-волна – вектор световой волны  $\vec{E}$  лежит в плоскости падения света, s-волна -  $\vec{E}$  направлен перпендикулярно плоскости падения света) наблюдается вращение плоскости поляризации падающего на образец линейно поляризованного света. В ЭЭК изменение намагниченности ферромагнетика практически (с точностью  $10^{-6}$ - $10^{-5}$ ) не приводит к влиянию на отражение s – компоненты линейно поляризованного света, тогда как р – волна после отражения становится эллиптически поляризованной и *изменяется* ее интенсивность. Последнее свойство оказалось полезным как в экспериментальных исследованиях, так и в практических приложениях.

Отметим другие преимущества экваториального эффекта Керра. Исследования показали, что величина ЭЭК пропорциональна намагниченности, образец при этом намагничивается параллельно плоскости ферромагнитного зеркала и поэтому для намагничивания образца достаточно магнитных полей, сравнимых с его коэрцитивной силой. В случае ПЭК про-

цесс намагничивания определяется величиной размагничивающего поля (образец намагничен перпендикулярно зеркалу образца), которое в этом случае велико и может достигать  $4\pi I_s$ . При экваториальном намагничивании размагничивающее поле близко к нулю, т.е. ЭЭК определяется целиком магнитным состоянием вещества. С помощью ПЭК можно измерить только одну характеристику материала - намагничённость насыщения. Применение же ЭЭК позволяет измерить все магнитные характеристики вещества, которые определяются из кривых намагничивания и петли гистерезиса. Все преимущества, касающиеся ЭЭК, можно было бы отнести и к МЭК. Но т.к. МЭК заключается во вращении плоскости поляризации падающего на образец света, то для его измерения необходимы два поляризатора. Применение же двух поляризационных элементов приводит к уменьшению интенсивности проходящего света, и, следовательно, к необходимости работать с меньшими детектируемыми сигналами. В ПЭК угол вращения плоскости поляризации достигает больших значений, но необходимы, как уже говорилось, большие поля для намагничивания. Но именно этот эффект используется в практических целях, в частности в узлах записи и считывания информации. Заметим также, что на величину ПЭК меньше влияния оказывает обработка поверхности образца в силу нормального падения света. Видно, что каждый эффект имеет свои достоинства и свои недостатки. В измерениях магнитных параметров ферромагнетиков (петли гистерезиса, коэрцитивной силы, остаточной намагничённости), чаще всего используется экваториальный магнитооптический эффект Керра.

#### **6.6.4. Феноменологическое описание экваториального эффекта Керра**

Различные магнитооптические эффекты должны быть связаны между собой, поскольку имеют единое происхождение. В феноменологической теории ищут решения

дифференциальных уравнений электромагнитного поля (6.62) и материальных уравнений (6.63).

Конкретные свойства материальной среды задаются в макроскопической теории магнитооптических явлений видом тензоров диэлектрической и магнитной проницаемости среды  $[\varepsilon]$  и  $[\mu]$ . Некоторые общие свойства этих тензоров для магнитоупорядоченного состояния вещества можно установить феноменологически. В простейшем случае изотропной среды или кубического кристалла тензоры диэлектрической и магнитной проницаемости представляют собой антисимметричные тензоры второго ранга с одной комплексной недиагональной компонентой. Если недиагональная компонента отлична от нуля в тензоре  $[\varepsilon]$ , то среда называется гироэлектрической; если - в тензоре  $[\mu]$ , то - гиромангнитной. В случае металлов среду можно считать гироэлектрической, т.к. на оптических частотах значения магнитной проницаемости мало отличаются от единицы.

Для примера, рассмотрим случай оптически изотропного ферромагнетика. Наличие намагниченности понижает симметрию до одноосной. Тензор диэлектрической проницаемости в системе координат с осью  $z$ , направленной вдоль намагниченности, можно записать в виде

$$[\varepsilon] = \begin{vmatrix} \varepsilon & -i\varepsilon Q & 0 \\ i\varepsilon Q & \varepsilon & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_0 \end{vmatrix}, \quad (6.64)$$

где  $Q = Q_1 - iQ_2$  – комплексный магнитооптический параметр, зависящий от намагниченности среды,  $\varepsilon = \varepsilon_1 - i\varepsilon_2$ ,  $\varepsilon_1 = 2nk$ ,  $\varepsilon_2 = n^2 - k^2$ ,  $n$  и  $k$  – показатели преломления и поглощения среды,  $\varepsilon_0$  – диэлектрическая проницаемость среды в размагниченном состоянии. Вводя для недиагональной компоненты тензора диэлектрической проницаемости обозначение  $\varepsilon' = \varepsilon Q = \varepsilon'_1 -$

$i\varepsilon'_2$ , для экваториального эффекта Керра получим следующие формулы:

$$\delta_p = a\varepsilon'_1 + b\varepsilon'_2,$$

$$a = 2 \sin 2\varphi \frac{A}{A^2 + B^2} \quad b = 2 \sin 2\varphi \frac{B}{A^2 + B^2} \quad (6.65)$$

$$A = \varepsilon_2(2\varepsilon_1 \cos^2 \varphi - 1) \quad B = (\varepsilon_2^2 - \varepsilon_1^2) \cos^2 \varphi + \varepsilon_1 - \sin^2 \varphi$$

где  $\varphi$  - угол падения света. На основе формул (6.65) можно определить недиагональные компоненты тензора диэлектрической проницаемости  $\varepsilon'_1$  и  $\varepsilon'_2$ , если известны оптические константы ферромагнетика и значения ЭЭК для двух углов падения света. И, наоборот, зная недиагональные компоненты тензора диэлектрической проницаемости и оптические постоянные кристалла, можно рассчитать величину экваториального эффекта Керра.

### 6.6.5. Механизмы магнитооптических явлений в ферромагнетиках

Физические причины, приводящие к магнитооптической активности (магнитному двупреломлению), в различных ферромагнитных материалах и различных оптических диапазонах могут быть различными. Назовем некоторые.

1. Движение носителей тока. В области длинных волн (это инфракрасный диапазон спектра) объяснение на языке классической физики состоит в том, что при приложении магнитного поля к ферромагнетiku (или вообще твердому телу) носители тока под действием силы Лоренца отклоняются. Это приводит к поперечной холловской разности потенциалов. То есть в этом случае (как и в случае статического эффекта Холла для электропроводности) в недиагональных компонентах тензора диэлектрической проницаемости появляются вклады, обу-

словленные намагниченностью ферромагнетика. В квантово-механической трактовке холловская разность потенциалов в ферромагнетиках (так называемый ферромагнитный или необыкновенный эффект Холла) появляется из-за несимметричного рассеяния носителей тока с противоположными направлениями спинов в обменном поле ферромагнетика. На современном языке: движение носителей тока — это внутризонное ускорение свободных носителей, которым объясняются магнитооптические эффекты в ИК области спектра. Необходимо отметить, что и в классическом, и в квантовом описаниях показывается то, что энергия электрона практически не меняется, а скорость процессов переноса определяется частотой релаксации носителей тока. Поэтому данные магнитооптических исследований в этой области спектра дают существенную информацию о поверхности Ферми ферромагнитных металлов.

2. Межзонные электронные переходы. При увеличении частоты световых колебаний все большую роль начинает играть внутренний фотоэффект в твердотельных ферромагнетиках, или так называемые межзонные электронные переходы. Магнитооптические явления, как показано выше, описываются феноменологически тензорами диэлектрической и магнитной проницаемости или соответствующими поляризуемостями среды. Микроскопические механизмы формирования магнитооптической активности магнитных материалов довольно сложны, хотя, в принципе, полагают, что для многих веществ поляризуемость является суммой поляризуемостей их  $d$  и  $f$  ионов. Компоненты тензора диэлектрической проницаемости определяются энергией уровней (вернее разностей энергий уровней) основного и возбужденного состояний и вероятностями нахождения электрона на этих уровнях, или вероятностями перехода  $f_i$ .

Рассмотрим механизм появления магнитооптической активности *ферромагнитного диэлектрика* на простом приме-

ре оптического перехода атома из основного (невозбужденного)  $^1S_0$  – состояния в возбужденное  $^1P_1$  и, наоборот, из основного состояния  $^1P_1$  в возбужденное  $^1S_0$  (рис. 6.20). Результат такого перехода - линия поглощения. Под влиянием внешнего магнитного поля  $H$  (или намагниченности  $I$ ) линия поглощения для право- и левополяризованных волн могут раздвигаться по частотам (рис. 6.20, 6.21, а) либо измениться по интенсивности (рис. 6.20, 6.21, б). В обоих случаях будет наблюдаться магнитное круговое двупреломление света  $\Delta n = n_+ - n_- \neq 0$ , наглядно иллюстрируемое рис. 6.21. Первый тип магнитооптической активности связан с обменным Зееман-эффектом (рис. 6.20, 6.21 а), заключающимся в расщеплении энергетических уровней, на которых происходят оптические переходы. (Обменный эффект Зеемана, в отличие от обычного расщепления атомных уровней в магнитном поле, — это увеличенный на 2–3 порядка интервал между зеемановскими компонентами электронных уровней в атоме или уровней атомных систем в ферромагнетиках). Расщепленные магнитным полем уровни невозбужденного атома, будучи подвергнуты действию света различной поляризации, будут по-разному откликаться на эти различные возбуждения. Оптически изотропный ферромагнетик становится двупреломляющим кристаллом. Такая ситуация имеет место в 4f-редкоземельных соединениях (ферритах-гранатах, ортоферритах и других ферроокислах), где состояния 4f оболочки, благодаря хорошей экранировке электронами  $5s^2$  и  $5p^6$  состояний, соответствуют дискретным уровням, которые можно рассматривать как зеемановские подуровни, соответствующие различным ориентациям магнитного момента редкоземельного иона. Второй тип магнитооптической активности связан с изменением под действием магнитного поля (или  $f_+$  и/или  $f_-$  для волн круговой поляризации (рис. 6.20, 6.21 б). Сила осциллятора связана с населенностью уровней основного (нижнего) мультиплета.

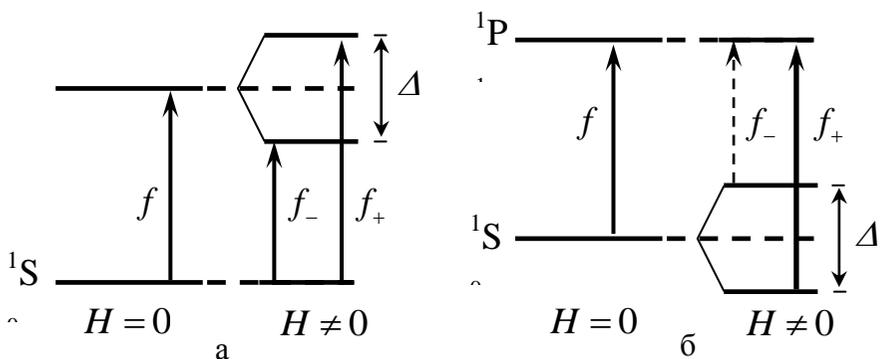


Рис. 6.20. Схемы энергетических уровней, демонстрирующие возникновение дисперсии магнитооптических эффектов: а) на оптическом переходе  ${}^1S_0 \rightarrow {}^1P_1$ ;  
 б) на переходе  ${}^1P_1 \rightarrow {}^1S_0$

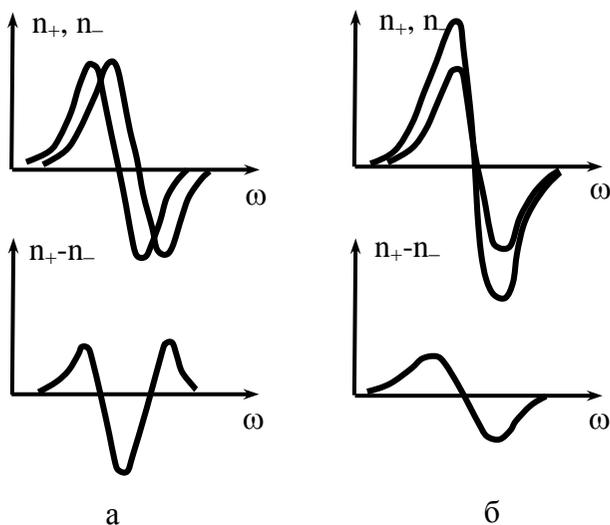


Рис. 6.21. Два вида магнитооптической активности: а) диамагнитный переход,  
 б) парамагнитный

По величине изменения обменного зеемановского расщепления линий поглощения  $\Delta$  можно определить величину эффективного обменного поля. Знак обменного поля связан с тем, будет увеличиваться или уменьшаться исходное расщепление. По силе осциллятора, определяемой по характеру дисперсии магнитооптических эффектов для волн левой и правой поляризации, можно судить о типе линий поглощения ("диамагнитная" или "парамагнитная") и сделать выводы о магнитном состоянии ферромагнетиков. Таким образом, можно заключить, что как эффект Зеемана в оптике, магнитооптические исследования — средство изучения и идентификации электронных энергетических уровней в изолированных и квазиизолированных атомах и ионах, составляющих твердое тело.

В случае *ферромагнитных металлов* ситуация более сложная: здесь уровни расширены в зоны. Физически появление магнитооптических свойств в металлах может быть связано с двумя микроскопическими механизмами: межзонным поглощением света и внутризонным ускорением свободных носителей. При межзонном поглощении света электроны переходят из заполненной зоны в пустую, а внутризонное поглощение представляет собой возбуждение электронов из занятых состояний вблизи уровня Ферми в ближайшие незанятые состояния внутри одной и той же зоны проводимости. Как и в случае ферродиелектриков, можно говорить о переходах между подзонами левых и правых спинов, смещенных внутренним обменным полем на величину обменного взаимодействия. При исследовании процессов межзонных переходов в ферромагнитном никеле (в эксперименте наблюдается зависимость какого-нибудь магнитооптического эффекта от энергии световых квантов) на физическом факультете МГУ, например, был обнаружен резонанс в спектре магнитооптического эффекта Керра, связанный с электронными переходами между обменно-расщепленными уровнями. Тем самым количественно была определена величина обменного взаимодействия в этом металле, составляющая 0,3 эВ. Значение этой величины является

общепризнанным и не подвергалось уточнениям свыше трех десятилетий. По интенсивности межзонных электронных переходов из занятых состояний 3d-зон левых и правых спинов в вакантные 4s-p состояния зоны проводимости одновременно с обменным расщеплением был определен параметр спин-орбитального взаимодействия, составляющий в никеле  $\sim 0,07$  эВ.

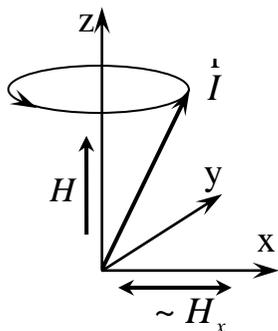


Рис. 6.22. Прецессия вектора  $\vec{I}$  в переменном магнитном поле  $\sim H_x$

Таким образом, видно, что магнитооптика позволяет определить энергии важнейших для ферромагнитных металлов взаимодействий обменных, спин-орбитальных, энергии межзонных интервалов, эффективные массы электронов, исследовать структуру уровня Ферми и т.п. Можно утверждать, что исследование магнитооптических эффектов - средство получения информации об энергетическом спектре электронов в ферромагнетике.

3. Прецессия вектора спонтанной намагниченности ферромагнетика. Известно, что вектор намагниченности ферромагнетика, как и электронные спины, связанные с обменным взаимодействием, под действием поперечного переменного магнитного поля начинает прецессировать около положения равновесия, которое задается направлением постоянного магнитного поля  $H$  (рис. 6.22). Амплитуда этой вынужденной прецессии при данной частоте переменного магнитного поля световой волной определяет магнитную восприимчивость  $\chi$ . Амплитуда (т.е. резкое увеличение поглощения энергии внешнего магнитного поля) максимальна при совпадении частоты переменного поля с частотой собственной прецессии - ферромагнитный резонанс. Величина амплитуды различна для элек-

тромагнитных волн различной поляризации. Как следствие этого различия - двойное лучепреломление, и на оптических частотах - магнитооптические эффекты. Отличие от предыдущих двух случаев в том, что в данном нет влияния намагниченности на движение заряда (электронов), а имеет место непосредственное намагничивание полем  $\vec{H}$  световой волны. Такая ситуация наблюдается в области некоторых частот в ферромагнитных полупроводниках. Эффекты намагничивания ферромагнетика магнитным полем световой волны обнаружены в МГУ Г.С. Кринчиком и М.В. Четкиным (зарегистрировано открытие), и можно считать опровергнутым вошедшее в учебники физической оптики утверждение, основанное на опытах Липпмана, что действующим вектором световой волны является ее электрический вектор, а не магнитный. В области некоторых частот в гиромагнитных средах, т.е. в средах, где тензор магнитной проницаемости  $[\mu]$  (а не тензор  $[\varepsilon]$ ) играет основную роль в двойном лучепреломлении магнитоупорядоченного кристалла, действующим является магнитный вектор световой волны.

#### **6.6.6. Магнитооптические устройства (визуализация доменной структуры, измерения МО параметров ферромагнетиков)**

Самые простые и очевидные применения магнитооптических методов в технике и физике нашли при визуализации доменной структуры ферромагнетиков — доменов и доменных границ. Известно, что наиболее выгодное энергетическое состояние ферромагнетика достигается путем разбиения его объема на ряд областей с такими направлениями векторов намагниченности, часто антипараллельных, чтобы замкнуть магнитный поток внутри образца. В таком состоянии, в отсутствие внешнего магнитного поля, ферромагнетик оказывается в среднем размагниченным, с одной стороны, а с другой, намаг-

ниченность каждого домена становится максимальной. Переход от одного домена к другому, т.е. от направления вектора намагниченности одного домена к вектору намагниченности другого происходит не скачком, а постепенно, на протяжении переходного слоя или доменной границы, толщина которой достигает нескольких тысяч атомных слоев. Намагнитить образец можно, прилагая к нему магнитное поле, роль которого состоит в смещении доменных границ и увеличении объема областей с выгодным направлением намагниченности (по направлению магнитного поля) за счет доменов с противоположным направлением векторов намагничивания. В провзаимодействовавшем с ферромагнетиком поляризованном свете содержится информация и о магнитном устройстве образца — о его доменах, доменных границах, и об их динамике, отражающей процесс намагничивания ферромагнетика.

Физический смысл поляризации магнитной структуры понятен из рис. 6.18, 6.19 и еще раз на примере использования эффекта Фарадея поясняется рис. 6.23. Если имеются два домена с различными направлениями векторов намагничивания, то, измерив любой из магнитооптических эффектов, чувствительных к направлению вектора намагниченности, можно получить и видимую, и объективную цифровую информацию о магнитном состоянии ферромагнетика. В геометрии Фарадея (рис. 6.23 а) и геометрии меридионального эффекта Керра (рис. 6.23 б) плоскость поляризации световой волны лучей, попавших на области с разным направлением  $\vec{I}$  поворачивается в различные стороны на углы  $+\varphi$  и  $-\varphi$  в зависимости от направления векторов намагниченности, т.е. свет, прошедший через домены или отраженный от них, оказывается поляризованным в разных направлениях. Анализатор, в зависимости от ориентации его плоскости поляризации, будет гасить одну часть светового луча сильнее, чем другую; интенсивность света окажется неодинаковой, и станет видна магнитная (доменная) структура образца. На экране или в фокальной плоскости

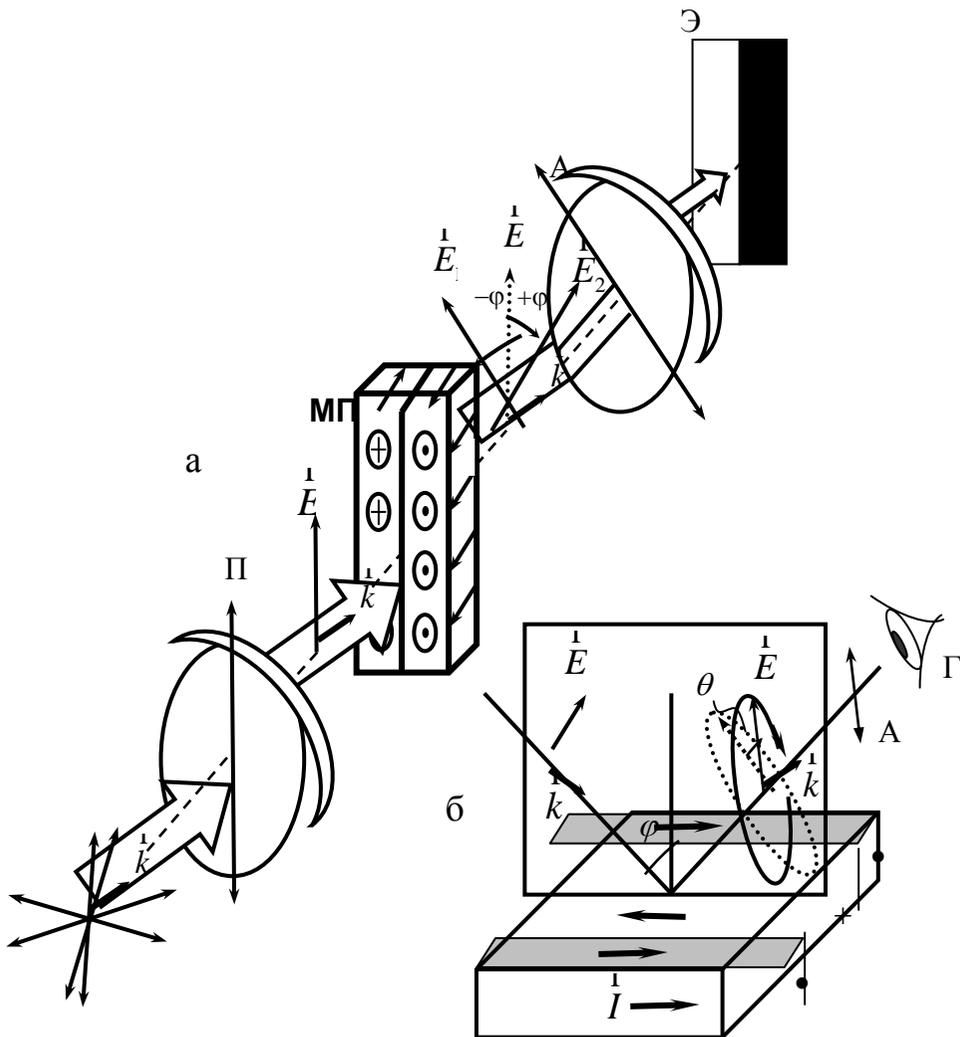


Рис. 6.23. Физические принципы визуализации доменной структуры на основе эффекта Фарадея (а) и эффекта Керра (б): П, А – поляризаторы (стрелка указывает направление плоскости поляризации), МП – магнитная пленка, Э, Г – экран, глаз. Остальные обозначения — общепринятые

объектива различно намагниченные участки видны как участки различной яркости как в проходящем (рис. 6.23 а), так и в отраженном свете.

Если измерять каким-либо фотоэлектрическим методом сигналы, то можно получить данные о магнитном состоянии образца. Действительно, интенсивность светового потока, провазимодействовавшего с образцом, пропорциональна разности площадей доменов, намагниченных в разных направлениях. При намагничивании образца площадь поверхности образца с выгодным направлением намагниченности увеличивается, с невыгодной ориентацией магнитных доменов сокращается. Намагниченность образца:

$$I = I_s \frac{\sigma_2 - \sigma_1}{\sigma_2 + \sigma_1}, \quad (6.66)$$

где  $I_s$  – намагниченность насыщения каждого домена;  $\sigma_1$  и  $\sigma_2$  – площади с расположением векторов намагниченности в доменах по полю и против поля;  $\sigma_1 + \sigma_2 = \sigma$  - общая площадь засвеченного участка образца. В размагниченном состоянии  $\sigma_1 = \sigma_2$ , в намагниченном до насыщения  $\sigma_1 = \sigma$  и  $\sigma_2 = 0$ . Таким образом можно получить кривую намагничивания ферромагнетика  $I(H)$ . Проводя размагничивание образца по стадиям от  $H_{max}$  до  $H_i$ , получают петлю гистерезиса и определяют магнитные параметры образца  $B_s$ ,  $H_c$ ,  $\mu$ , прямоугольность петли гистерезиса и т.д.

Фотографии участка пленки феррита-граната с лабиринтной, полосовой или цилиндрической доменными структурами приведены на рис. 6.24, а, б, в. При приложении внешнего магнитного поля, направленного вдоль оси легкого намагничивания, проходит перестройка доменной структуры.

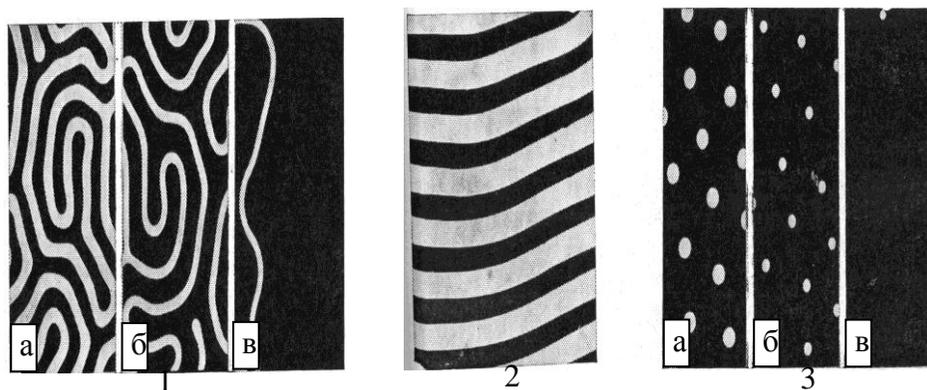


Рис. 6.24. Примеры доменных структур в тонкопленочных образцах феррит-гранатов: 1 – лабиринтной  $H = 0$  (а),  $H = 0,7H_s$  (б),  $H \leq H_s$  (в); 2 – полосовой (размагниченное состояние); 3 – цилиндрической  $H_a < H_b < H_g$ , где  $H_g$  – поле коллапса

При этом домены, в которых направления  $I_s$  совпадают с направлением внешнего поля, расширяются, а домены с противоположной ориентацией сжимаются. По достижении некоторого критического поля  $H_s$ , называемого полем насыщения полосовой или лабиринтной доменной структуры, домены с намагниченностью, направленной против внешнего поля, исчезают.

При перемагничивании образца синусоидальным магнитным полем петлю гистерезиса можно наблюдать на экране. При изменении температуры образца петля гистерезиса деформируется и исчезает в точке Кюри. Преимущество магнитооптических методов наблюдения доменной структуры ферромагнетиков перед другими методами (например, перед методом биттеровских порошковых фигур) в их высоком разрешении, практической безынерциальности, и, как отмечено выше, в возможности применения при низкотемпературных исследо-

ваниях, когда другие методы, такие как, тот же метод порошковых фигур, непригоден.

На рис. 6.25, 6.26 приведены схемы экспериментальных установок для наблюдения доменной структуры и измерения петель гистерезиса в пленках с перпендикулярной анизотропией (векторы намагниченности в доменах направлены перпендикулярно поверхности пленки). Основные узлы установки: источник света, намагничивающее устройство, образец и крепление образца, измерительный и обрабатывающий узлы. Источником света обычно служит компактная галогенная лампа накаливания, питаемая от стабилизированного источника, или маломощный лазер, или какой-либо другой специализированный источник. Образец размещается в соленоиде (в случае использования эффекта Фарадея) или электромагните (в геометриях Керра — при отражении света ферромагнитным зеркалом). Свет от источника формируется конденсором, проходит поляризатор, а затем концентрируется на образце и далее после прохождения анализатора (в эффекте Фарадея и меридионального эффекта Керра) фокусируется на фотоприемниках — фотумножителе в видимом диапазоне спектра или фоторезисторе в ИК диапазоне длин волн. В случае наблюдения доменной структуры свет, минуя приемники света, поступает в поляризационный микроскоп или на вход обычного микроскопа и рассматривается на мониторе или на экране (на фотографии). Поворотом анализатора на необходимый угол достигается наилучший контраст изображения.

Намагничивающие устройства — это катушка магнитного поля или электромагнит, питаемые регулируемые постоянным или переменным напряжениями от источника постоянного тока, или от усилителя мощности, на вход которого подается переменный сигнал от задающего генератора звуковой частоты. Световые сигналы провзаимодействовавшего с образцом излучения, и их изменения, получаемые при модуляции внешнего магнитного поля, преобразованные в цепи приемников излучения в электрические, подаются на вход электронно -

измерительной схемы, состоящей из чувствительных приборов: электрометрического усилителя для измерения постоянной слагающей тока в цепи приемника излучения и селективного микровольтметра в соединении с синхронным детектором, настроенными на частоту модуляции поля в намагничивающих устройствах. Далее сигналы регистрируются цифровыми вольтметрами и выводятся через АЦП на персональный компьютер. В случае наблюдения доменной структуры и измерения кривой полевой зависимости какого-либо магнитооптического эффекта — кривой намагничивания тонкопленочного прозрачного образца с помощью эффекта Фарадея или поверхностного слоя образца — ферромагнитного зеркала — с помощью эффекта Керра — используется постоянное магнитное поле. При измерении петель гистерезиса и вообще магнитооптических эффектов и их частотной, полевой, ориентационной зависимостей — переменное поле.

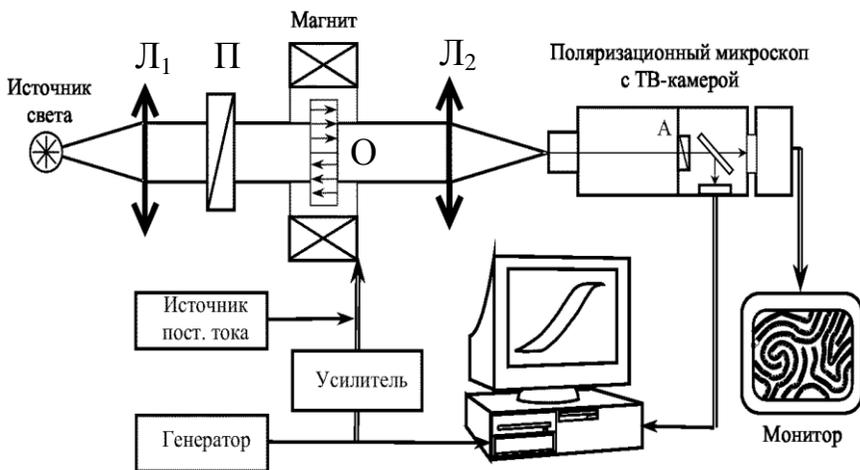


Рис. 6.25. Экспериментальная установка для наблюдения доменной структуры и измерения эффекта Фарадея

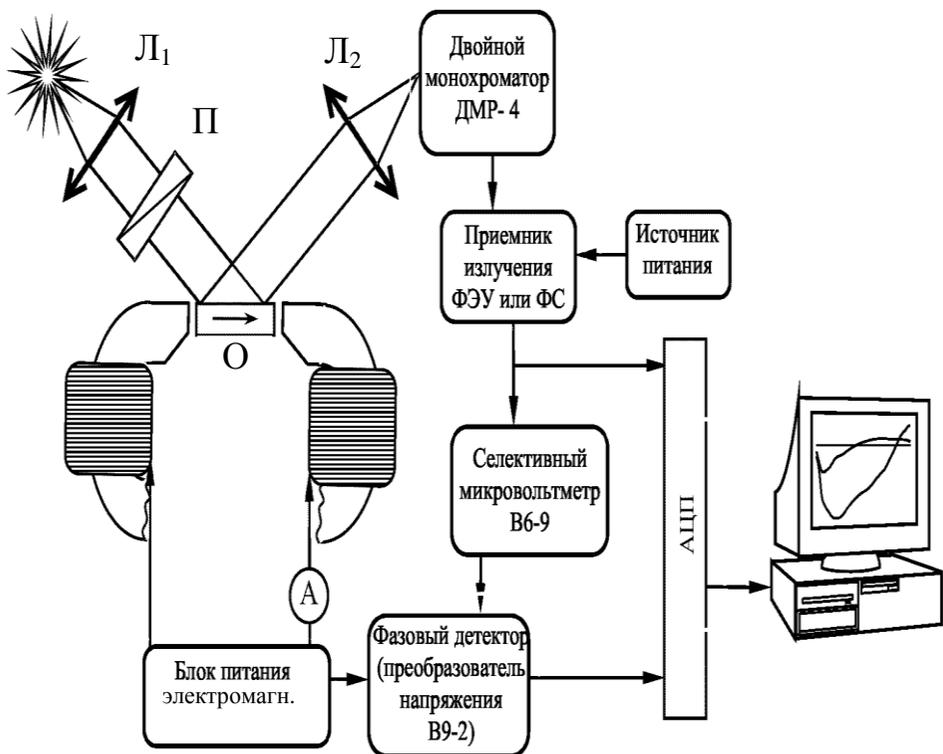


Рис. 6.26. Схема установки для измерения меридионального эффекта Керра

Обычно изменения интенсивности отраженного или проходящего света и провзаимодействовавшего с магнитной системой образца малы (порядка нескольких единиц десятых процента), и их уверенное наблюдение можно провести с использованием динамических методик, применяемых в магнитооптике. Суть таких методов состоит в том, что при модуляции намагниченности образца модулируется излучение. Глубина модуляции света  $\Delta R$ , отнесенная к полной интенсивно-

сти  $R$ , определяет магнитооптический отклик -  $\delta = k \frac{\Delta R}{R}$

(относительные единицы) в эффектах Керра и  $\alpha_\phi = c \frac{\Delta R}{R} \cdot \frac{1}{57}$

(градусы) — в эффекте Фарадея. Здесь  $k$  и  $c$  - калибровочные коэффициенты, устанавливающие усиления и преобразования электрического сигнала в различных узлах электронного тракта установки.

Необходимо и важно подчеркнуть, что при использовании динамической методики на два – три порядка возрастает чувствительность установки. Это главное, но не единственное достоинство динамической методики. При использовании динамических методов возникают технические трудности, связанные с нестабильностью и шумами источников питания, проще решаются организационные вопросы, в частности, автоматизации и т.д.

### **6.6.7. Измерение оптических параметров ферромагнетиков**

Выше говорилось о больших возможностях магнитооптических методов измерения магнитных параметров и в исследованиях физических свойств ферромагнитных материалов. Возможности могут быть значительно расширены при совместном использовании магнитооптических и оптических методов. Эти методы в комплексе дают более полную информацию о свойствах сред и являются особенно незаменимыми при исследованиях новых низкоразмерных структур: гранулированных нанокompозитных ферромагнетиков, многослойных магнитных структур, магнитофотонных кристаллов. Практически только в совместных оптических и магнитооптических исследованиях решается задача восстановления важнейшей энергетической характеристики твердого тела: спектров частотной

зависимости диагональных компонент тензора диэлектрической проницаемости ферромагнетика, знание которых позволяет получить информацию о структуре энергетических зон вблизи уровня Ферми.

Оптические методики оптических постоянных ферромагнетика  $n(\omega)$ ,  $k(\omega)$  и последующего расчета диагональных компонент тензора диэлектрической проницаемости используют оптическую эллипсометрию, т.е. метод, основанный на исследовании состояния поляризации протрансформированной с веществом поляризованной световой волны. На рис. 6.27 приведена принципиальная схема эллипсометрической установки. Хорошо коллимированный системой линз  $L$  монохроматический (монохроматор  $M$ ) луч света от источника света  $S$  пропускается через автоматически управляемые поляризатор  $P$  и анализатор  $A$ . Далее излучение проходит через объект исследования  $O$  и собирается на фотодетекторе  $D$ . Электронная схема  $K$ , снабженная селективным микровольтметром, цифровыми анализаторами и компьютером, регистрирует и обрабатывает по соответствующим программам сигнал изменения состояния поляризации. На экране дисплея и на графопостроителе отображаются полные сведения о частотной зависимости показателей преломления  $n(h\nu)$  и показателя поглощения  $k(h\nu)$ , а также соответствующих им значения

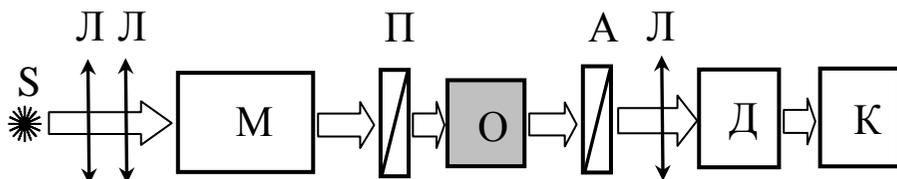


Рис. 6.27. Схема оптической установки

$\varepsilon_1(h\nu)$  и  $\varepsilon_2(h\nu)$  исследуемого ферромагнетика. Путем совместного использования этих данных и данных двух магнитооптических эффектов или данных одного магнитооптического эффекта для двух углов падения света решается задача нахождения их действительной и мнимой частей недиагональной компоненты тензора диэлектрической проницаемости. Одновременно определяется и строится спектр частотной зависимости оптической проводимости ферромагнетика  $\sigma(\omega) = 2nk$ .

### 6.7. Основные методы измерения магнитострикции

Явление магнитострикции состоит в том, что ферромагнитные тела при намагничивании изменяют свои размеры и форму, удлиняясь в одних направлениях и укорачиваясь в других.

Изучению магнитострикции уделяется большое внимание не только потому, что она представляет теоретический интерес. Магнитострикционные свойства находят применение в технике. В настоящее время ферромагнитные материалы используются для магнитострикционных генераторов и приемников ультразвука, магнитострикционных стабилизаторов частоты и т. д.

В ферромагнитных металлах возможны два вида магнитострикции, обусловленные обменными и магнитными силами в решетке: линейная и спонтанная. Спонтанная магнитострикция возникает при переходе вещества из парамагнитного в ферромагнитное состояние ниже точки Кюри. Линейная магнитострикция связана с искажением кристаллической решетки под действием внешнего поля.

Линейную магнитострикцию оценивают значением относительной деформации образца в направлении магнитного поля

$$\lambda = \Delta l/l. \quad (6.67)$$

Численное значение коэффициента магнитострикции  $\lambda$  зависит от типа структуры, кристаллографического направления, напряженности магнитного поля и температуры. При этом линейная магнитострикция может быть как положительной, так и отрицательной, т.е. размеры образца в направлении поля при намагничивании могут как увеличиваться, так и уменьшаться. Относительную магнитострикционную деформацию, возникающую в насыщающем магнитном поле, называют константой магнитострикции  $\lambda_s$ .

Для измерения магнитострикции применяют различные методы, основными из которых являются тензометрический, интерференционный, емкостный и др. Рассмотрим некоторые из них.

### **6.7.1. Тензометрический метод измерения магнитострикции**

Тензометрический метод измерения магнитострикции основан на применении специальных датчиков, изменяющих величину электрического сопротивления при деформации. Проволочный тензометр изготавливают из тонкой проволоки диаметром 15—25 мк из материала, который имеет большое омическое сопротивление (нихром, константан и др.). Датчик может быть выполнен или в форме решетки с несколькими петлями, или в виде одной проволоки в зависимости от размеров и формы образца. При размерах решетки от 5 x 3 до 150 x 160 мм<sup>2</sup> сопротивление датчика колеблется от 100 до 300 Ом. Для изготовления датчика берут полоску тонкой бумаги, на которую наклеивают проволоку в форме решетки. Для таких датчиков обычно применяют тонкую бумагу, обладающую хорошими изоляционными свойствами и легко проклеивающуюся. Клей, применяемый для изготовления тензометров, должен быть хорошим изолятором, при этом его свойства не должны изменяться со временем. Для этих целей применяется клей типа БФ, карбинальный клей с добавкой катализатора, целлюлозно-ацетоновый.

После того как проволочка приклеена к бумаге, на нее накладывают второй слой той же бумаги. Слой клея между двумя полосками бумаги должен быть очень тонким, порядка 1—5 мкм, чтобы не возникали деформации сдвига или скольжения. Клей равномерно распределяется по всей длине проволоки, что обеспечивает одинаковую чувствительность датчика при его удлинении и укорачивании.

Такие датчики дают возможность быстро прикреплять их к исследуемому образцу, обеспечивают точную передачу деформации с поверхности образца к проволочке тензометра. Кроме того, они могут применяться для измерения магнитострикции на образцах произвольной формы. Проволочный тензомер (датчик) вместе с температурно-компенсационным нерабочим датчиком включается в обычный мост постоянного тока, в диагонали которого находится чувствительный к напряжению гальванометр. Для определения изменения сопротивления используют также мосты переменного тока с усилителем. На рис. 6. 28 показана принципиальная схема для исследования статической магнитострикции с применением моста переменного тока с усилителем и стрелочным прибором.

Измерительный мост питается переменным током звуковой частоты, получаемым от стандартного генератора, имеющего на выходе мощность 2 - 5 Вт. Форма кривой напряжения при этих измерениях должна быть близка к синусоидальной. Измерительный мост выполняется из проволочных датчиков, которые наклеивают на образец, они образуют рабочее плечо моста. Остальные плечи моста выполняют роль балансира, их приклеивают к немагнитной основе.

Рабочие датчики наклеивают с двух сторон образца, чтобы не было отклонений от случайных его прогибов, так как в этом случае сопротивление одного датчика увеличивается, а другого уменьшается. Все четыре плеча моста монтируют на одной панели и помещают в намагничивающую катушку.

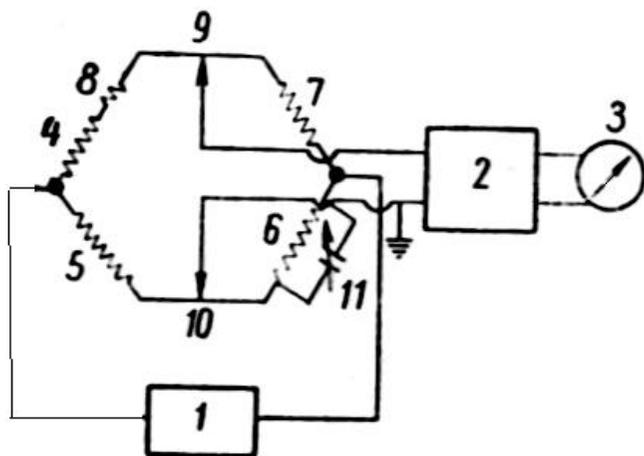


Рис. 6.28. Принципиальная схема установки для измерения магнитострикции на переменном токе:

1 - генератор звуковой частоты, 2 - усилитель, 3 - стрелочный прибор, 4 - рабочий тензометр, 5, 6, 7 - компенсационные датчики, 8 - градуировочное сопротивление, 9, 10 - реохорды, 11 - переменная емкость

Концы датчиков при помощи экранированной проволоки соединяют с остальными элементами схемы. Для компенсации разности сопротивления плеч моста используют два реохорда, выполненные из константановой проволоки с сопротивлением 1 - 2 Ом.

Чтобы скомпенсировать угол сдвига по фазе, применяют набор конденсаторов переменной емкости. Последовательно с измерительным датчиком включают градуировочное малоомное сопротивление (0,05 Ом), которое дает возможность проводить градуировку стрелочного прибора.

Вследствие магнитострикции изменяется электрическое сопротивление рабочего плеча, и в диагонали моста возникает небольшое напряжение, для усиления которого

применяют усилитель со стрелочным прибором на выходе. После того как мост окончательно скомпенсирован, градуируют установку путем включения сопротивления 8. Чтобы избежать случайных отклонений, градуировку нужно проводить в процессе измерения несколько раз. В случае изменения градуировки корректируют входное напряжение моста, добываясь при этом каждый раз одинакового отклонения прибором 3 при включении сопротивления 8. Для расчета магнитострикции применяют следующую формулу:

$$\lambda = \frac{R_0}{\alpha_0 R k} \alpha, \quad (6.68)$$

где  $R_0$  - градуировочное сопротивление,  $R$  - сопротивление рабочего датчика,  $\alpha_0$  - отклонение, возникающее при включении сопротивления  $R_0$ ,  $\alpha$  - отклонение при наличии магнитострикции,  $k$  - коэффициент тензочувствительности для данного типа датчиков ( $k \approx 2$ ).

Метод проволочных тензометров обладает достаточно высокой чувствительностью, он позволяет измерять относительную магнитострикцию порядка  $10^{-7}$ .

### 6.7.2. Емкостный метод измерения

Для измерения магнитострикции можно использовать емкостный метод измерения, основанный на изменении емкости конденсатора, связанного с образцом. При этом применяют различные схемы регистрации. Одна из них, позволяющая проводить измерения магнитострикции при низких температурах, представлена на рис. 6.29.

Средняя из трех пластин измерительного конденсатора  $C_{из}$  закреплена с исследуемым образцом, расположенным внутри соленоида. Эта пластина может перемещаться относительно двух других неподвижных пластин. Конденсатор образует два плеча емкостного моста, на который со звукового генератора

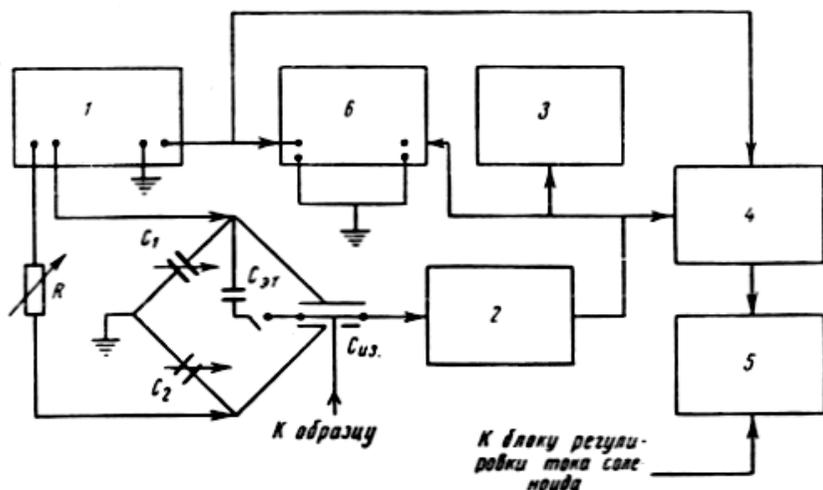


Рис. 6.29. Схема установки для измерения магнитострикции емкостным методом:

- 1 - генератор, 2 - усилитель, 3 - цифровой милливольтметр, 4 - синхронный детектор, 5 - двухкоординатный самописец, 6 - осциллограф,  $C_{из}$  - измерительный конденсатор

1 подают ток напряжением 50 В частотой 10 КГц. Балансировка моста осуществляется при помощи переменных емкостей  $C_1$  и  $C_2$  и сопротивления  $R$ . При возникновении магнитострикционных деформаций появляется напряжение разбаланса, которое проходит усилитель 2, а затем подается на цифровой милливольтметр 3 и синхронный детектор 4. С детектора сигнал идет на один вход двухкоординатного самописца 5, а на другой вход подается напряжение с шунта, включенного в токовую цепь намагничивающего соленоида. Диаграмма на самописце показывает зависимость напряжения, пропорционального величине магнитострикции, от напряженности магнитного поля. Знак магнитострикции определяют с помощью осциллографа 6 по фазе сигнала разбаланса моста относительно задающего напряжения генератора. Для контроля чувствительности моста в одно его плечо включают эталонное сопротивление  $C_{ст}$ .

Относительная ошибка при измерении магнитострикции этим методом не превышает 5 %, а чувствительность установки  $\sim 10^{-8}$ . Данная установка позволяет производить измерения магнитострикции от 2 до 100 К.

### 6.7.3. Другие методы измерения магнитострикции

Существуют и другие методы измерения магнитострикции, которые в лабораторной практике используют значительно реже. Так, например, гидравлический метод служит для измерения объемной магнитострикции. При этом методе магнитострикционное изменение длины образца, который находится в сосуде с жидкостью, передается упругой мембране, являющейся дном сосуда. Измерение выполняют при помощи микроскопа, который фиксирует подъем уровня жидкости в стеклянном капилляре, припаянном к сосуду.

Для измерения линейной магнитострикции тонкопленочных образцов может быть использован оптический метод измерения стрелы прогиба фольги, помещенной в магнитное поле. Для этого используется массивный материал с известным коэффициентом линейного термического расширения (так называемая основа), на который закрепляется фольга (рис. 6.30). При закреплении фольги на основу создается небольшой прогиб  $h_0$ , который измеряется с помощью оптического микроскопа с точностью до 1 мкм.

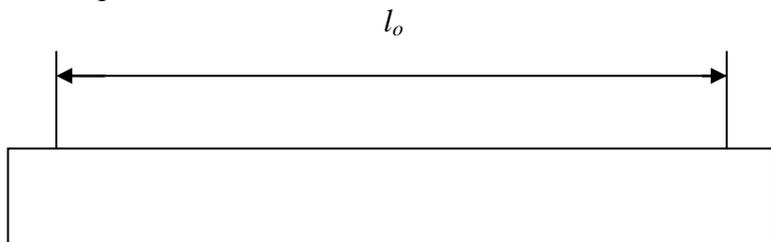


Рис. 6.30. Схема закрепления ферромагнитной фольги на основу

Затем «основа» с закрепленной фольгой помещается в магнитное поле, где исследуемый материал намагничивается и изменяет свои размеры, что приводит к изменению стрелы прогиба  $h_n$ . Величину магнитоstriction определяют по формуле

$$\lambda = \frac{\Delta l}{l_{cm}} = \frac{8}{3} \cdot \frac{h_o^2 - h_n^2}{l_o^2}, \quad (6.69)$$

где  $(\Delta l/l)_{ct}$  – относительное изменение линейных размеров основы с температурой ( $\Delta l/l = \alpha_{cm} \Delta T$ ),  $l_o$  – расстояние между точками закрепления образца ( $\sim 50$  мм).

## 6.8. Наблюдение доменной структуры

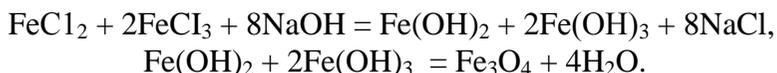
Все ферромагнетики обладают спонтанной намагниченностью, которая в разных областях может иметь разные направления. Другими словами, магнетики имеют доменную структуру. Для наблюдения доменной структуры используют разные методы: метод порошковых фигур Акулова-Биттера, метод электронной микроскопии, рентгенографический метод и др. Рассмотрим некоторые из этих методов.

### 6.8.1. Метод порошковых фигур Акулова-Биттера

Данный метод наблюдения доменов аналогичен способу получения изображения силовых линий магнита, расположенного под листом бумаги, с помощью насыпаемых сверху железных опилок. Он состоит в том, что на отшлифованную поверхность ферромагнетика наносят сверху мельчайшие магнитные частицы в виде магнитной суспензии и наблюдают в микроскоп доменную структуру.

В настоящее время для выявления доменной структуры используют магнитную жидкость – суспензию мелких частиц ( $d = 10-15$  нм) магнетита ( $Fe_3O_4$ ) в керосине. При отсутствии го-

товой жидкости ее можно приготовить самостоятельно. Для этого сначала в 300 см<sup>3</sup> дистиллированной воды растворяют 2 г дихлорида железа (FeCl<sub>2</sub>·4H<sub>2</sub>O) и 5,4 г трихлорида железа (FeCl<sub>3</sub>·6H<sub>2</sub>O), затем, поддерживая раствор при температуре 30-40 °С, добавляют в него по каплям при перемешивании отдельно приготовленный раствор гидроксида натрия (5 г/50 см<sup>3</sup>). В результате за счет следующей реакции получается магнетит, выпадающий в виде осадка черного цвета:



В данном случае надо проявлять осторожность и не перегревать раствор - иначе образуются крупные частицы. Полученный магнетит выпадает в осадок, верхний отстоявшийся слой раствора сливают, снова осторожно добавляют дистиллированную воду, перемешивают, дают раствору отстояться и опять сливают верхний слой. Описанную процедуру повторяют 4—5 раз. Такой метод называют градиентным. Скорость осаждения по мере очищения раствора постепенно замедляется, и в конце на осаждение требуется примерно 30 мин. Затем раствор фильтруют через воронку 3 -4 раза. При этом следует каждый раз менять фильтровальную бумагу. В самом конце в очищенный раствор добавляют нитрат серебра и по отсутствию хлорида серебра, имеющего белый цвет, убеждаются в том, что раствор полностью очищен от ионов Cl<sup>-</sup>. Такая тщательная очистка осадка необходима для получения высококачественной суспензии с мелкими частицами. Если полученный на последней стадии осадок хранить в небольшом количестве воды в стеклянной бутылке с притертой пробкой, то по мере надобности всегда можно приготовить суспензию.

При приготовлении ферромагнитных образцов, используемых для наблюдения доменов, следует учитывать два момента. Во-первых, доменная структура может значительно изменяться

в зависимости от формы образца и в особенности в зависимости от кристаллографической ориентации рассматриваемой плоскости. Во-вторых, сильное влияние на доменную структуру оказывает деформация поверхности. Имея в виду первое замечание, для наблюдения четкой доменной структуры желательно использовать по возможности либо поликристалл с максимально большими кристаллическими зернами, либо монокристалл. В большинстве случаев монокристаллы достаточно большой величины получают путем медленного перевода расплава в твердое состояние. Затем с помощью оптического или рентгеновского метода определяют кристаллографические направления и вырезают образец вдоль главной кристаллографической поверхности.

Имея в виду второе замечание, необходимо достаточно хорошо отшлифовать изучаемую поверхность наждачной бумагой, затем отполировать ее окисью хрома и, наконец, провести электрополировку.

При электрополировке применяют смесь 85 %-ной фосфорной кислоты и ангидрида хромовой кислоты в пропорции 9 : 1. В качестве гальванической ванны используется лабораторный стакан объемом 100 - 600 см<sup>3</sup>, катодом служит большая медная пластина; полировка производится при больших плотностях тока (10-20 А/см<sup>2</sup>). Образец служит анодом, его зажимают железным пинцетом и погружают в жидкость. Время от времени нужно менять положение пинцета, чтобы полировке подвергалась вся поверхность. Для удаления полирующей жидкости образцы тщательно промывают водой. На отполированных образцах можно наблюдать изображения доменов. Для наблюдений можно использовать отражательный металлографический микроскоп с увеличением 70-150 X. Для таких исследований очень хорошо иметь небольшой магнит типа показанного на рис. 6.31. С его помощью можно создавать любое необходимое магнитное поле. Электролитически отполированный образец помещают над магнитом, наносят на него сверху с помощью пипетки одну - две капли суспензии и, нало-

жив сверху покровное стекло, изучают образец под микроскопом (рис. 6.32). Частицы суспензии притягиваются к границам между доменами, образуя здесь черные линии.

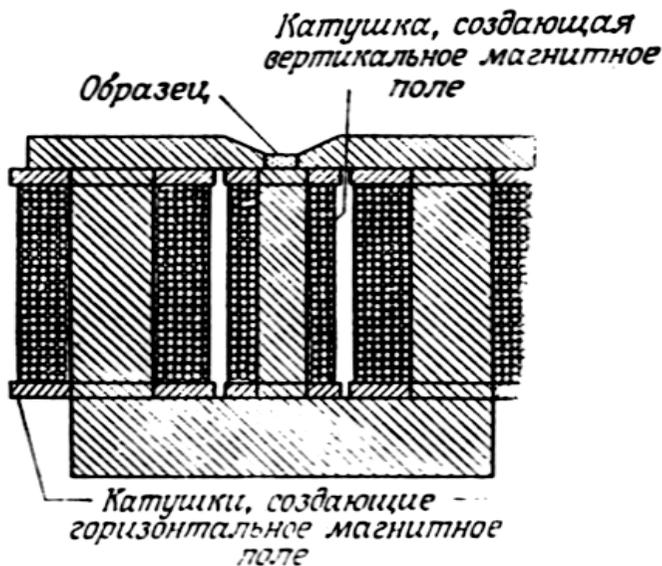


Рис. 6.31. Электромагнит, используемый при изучении доменной структуры

Направление намагниченности внутри доменов проще всего определить, используя то, что она перпендикулярна полоскам, которые в большом количестве видны внутри доменов. Полоски могут появляться на неровностях, возникающих на поверхности при электрополировке, или на неоднородностях концентрации сплава в образце, поскольку в этих местах возникают магнитные полюсы.

Направление вектора намагниченности определяется по движению доменных стенок во внешнем магнитном поле. Если определено направление вектора намагниченности в одном домене, то, пользуясь законом непрерывности нормальной со-

ставляющей намагниченности на границах доменов, можно поочередно установить направления вектора намагниченности всех доменов

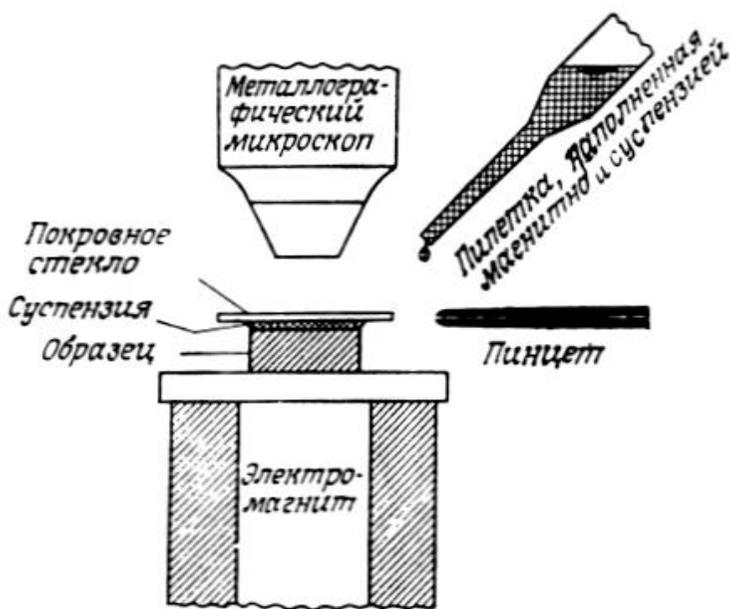


Рис. 6.32. Метод порошковых фигур для изучения доменной структуры

### 6.8.2. Метод лоренцевской электронной микроскопии

Доменную структуру тонких магнитных пленок, сквозь которые проходит электронный пучок, можно наблюдать с помощью электронного микроскопа. Принцип метода иллюстрируется на рис. 6.33. Электронный пучок, проходя через топкую пленку, испытывает влияние силы Лоренца, вызванной спонтанной намагниченностью, и отклоняется в разных доменах на

разные углы. В результате в фокальной плоскости проекционной электронной линзы, расположенной на некотором расстоянии от тонкой пленки, образуется изображение доменных стенок в виде черных или светлых линий. Такой метод называют методом лоренцевской электронной микроскопии.

Если фокус проекционной линзы, применяемой в лоренцевской микроскопии, находится на бесконечности, электронные пучки, имеющие одно направление, образуют точечное изображение (дифракционное пятно), что позволяет одновременно наблюдать распределение направлений намагниченности по всему образцу.

Преимущество лоренцевской микроскопии заключается в том, что она позволяет повысить увеличение, однако у нее есть и недостаток, состоящий в том, что исследуемые образцы должны иметь небольшую толщину, поскольку описанный метод применим только к образцам, сквозь которые может проходить электронный пучок.

### **6.8.3. Метод растровой электронной микроскопии**

Для наблюдения с помощью электронного микроскопа доменов на поверхности толстого образца, сквозь который не проходит электронный пучок, применяют метод растровой электронной микроскопии. В этом методе электронный пучок сканирует поверхность образца, и на экране электронно-лучевой трубки воспроизводится изображение, яркость которого пропорциональна интенсивности электронного пучка, отразившегося от поверхности.

Для наблюдения доменов с помощью растрового электронного микроскопа поверхность образца располагают под углом к электронному пучку, как показано на рис. 6.34. Электронный пучок, падающий на поверхность и проникающий на некоторую глубину внутрь ферромагнетика, испытывает воздействие силы Лоренца, обусловленной смотанной намагниченностью доменов, которая различна в разных доменах. Поэтому пучок

либо опять выходит наружу, либо проникает еще глубже в образец. Следовательно, интенсивность отраженного электронного пучка меняется от домена к домену, благодаря чему и формируется изображение доменов.

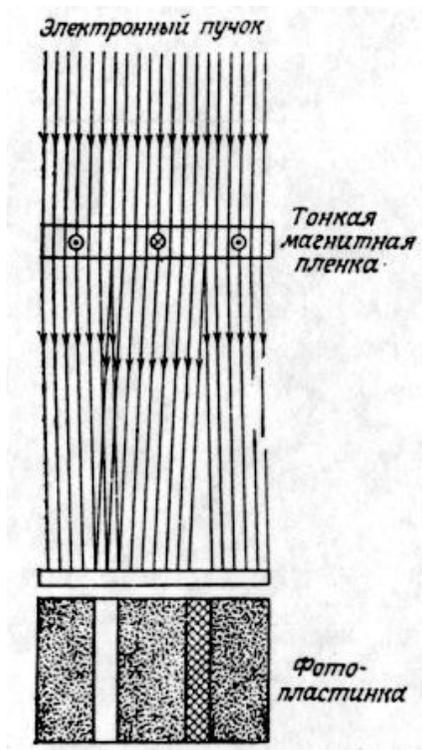


Рис. 6.33. Схема, поясняющая принцип метода лоренцевской микроскопии

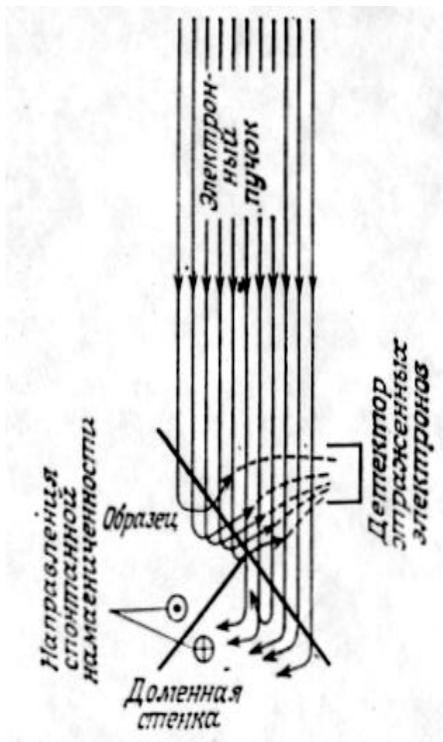


Рис. 6.34. Схема, поясняющая принцип метода растровой электронной микроскопии

#### 6.8.4. Рентгенографический метод

Рентгенографический метод основан на наблюдении в рентгеновских лучах распределения деформации в кристалле.

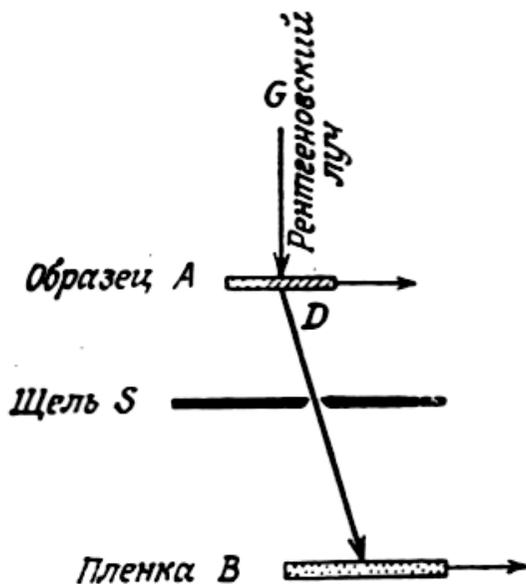


Рис. 6.35. Схема, поясняющая принцип метода рентгенографии

Принцип метода поясняется на рис. 6.35. Рентгеновский луч попадает на образец, за которым помещена пластина со щелью, расположенной так, чтобы сквозь нее мог пройти только луч, испытавший нормальную дифракцию; за пластиной находится пленка. Рентгеновский источник и щель остаются неподвижными, а образец и пленка перемещаются с одинаковой скоростью. Луч, испытавший дифракцию на участке, где кристалл деформирован, отклоняется от направления нормальной дифракции, поэтому он не попадает в щель и пленка не засвечивается. Таким образом, просветив рентгеновскими лучами образец по всей его площади, можно получить на пленке кар-

тину распределения в нем деформации. На рис. 6.36 показано изображение, полученное таким методом в пластине из кремнистой стали толщиной 120 мкм. В данном случае для наблюдения доменной структуры используется изменение магнитострикции от домена к домену, что позволяет исследовать даже внутренние области образца.

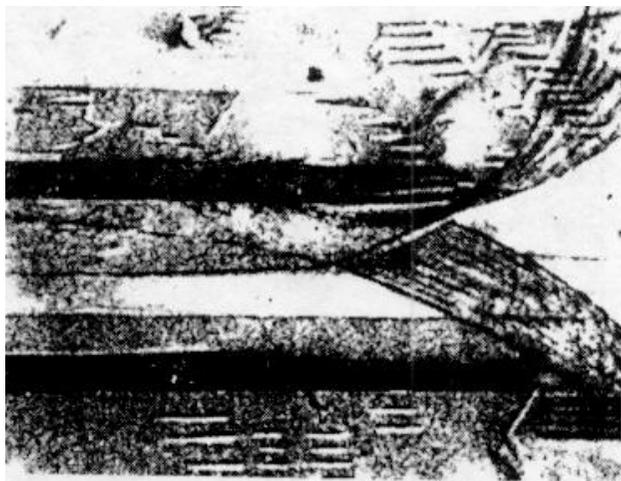


Рис. 6.36. Изображение доменов, полученное рентгенографическим методом

## 7. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ

Плотность,  $\rho$  - одна из основных физических характеристик твердого тела, численно равная массе единицы объема вещества:  $\rho = dm/dV$ , где  $dm$  – масса малого объема элемента вещества объемом  $dV$ . Средняя плотность твердого тела определяется отношением массы тела  $m$  к его объему  $V$ , т.е.

$$\rho_{\text{ср}} = m/V. \quad (7.1)$$

Для пористых и сыпучих тел различают истинную плотность (её определяют без учета имеющихся в твердом теле пустот) и кажущуюся плотность (отношение массы тела ко всему занимаемому им объему). Единица плотности в системе СИ -  $\text{кг}/\text{м}^3$ , в системе СГС –  $\text{г}/\text{см}^3$ . Плотность, как правило, растет с увеличением давления и убывает с ростом температуры вследствие теплового расширения. При агрегатных и фазовых превращениях вещества плотность изменяется скачкообразно. При формировании многих интересных и сложных твердотельных структур (фрактальных, нанотрубчатых, перколяционных и т.д.) формируется очень разная плотность, которую необходимо экспериментально определять. К основным методам измерения плотности относят: флотационный, гидростатического взвешивания, пикнометрический и рентгеновский. Рассмотрим эти методы определения плотности твердых тел.

### **7.1. Флотационный метод определения плотности**

Принцип флотационного метода заключается в том, чтобы, изменяя плотность жидкости, в которую помещен исследуемый образец, привести последний в состояние безразличного поведения. В этот момент плотность образца равна плотности жидкости. Для этих целей применяют специальные установки - градиентные колонны, в которых тем или иным способом создают стабильный по высоте градиент плотности. Такие колонны позволяют достаточно быстро и точно измерять плотность сколь угодно малых образцов. Градиент плотности в колонне можно создать, наполняя ее до половины высоты жидкостью с плотностью, большей, чем измеряемая, а затем, доливая жидкость с плотностью, меньшей, чем измеряемая. В результате выдержки при постоянной температуре благодаря диффузии образуется поч-

ти линейный градиент плотности по высоте колонны. В такой колонне мерой плотности материала является высота, на которой исследуемый образец плавает в жидкости. Колонну калибруют при помощи эталонов, либо рассчитывают теоретически. Линейный градиент плотности можно также получить путем создания стабильного градиента температуры вдоль колонны.

Флотационный метод позволяет получать результаты с точностью до  $5 \cdot 10^{-6} \text{ г/см}^3$ , но применяется, как правило, при исследовании небольших образцов и большого распространения не получил. Этот метод, применяется обычно для определения плотности небольших образцов легких металлов ( $\rho \approx 2 - 3 \text{ г/см}^3$ ), однако при использовании подходящих жидкостей, метод может быть применен и при исследовании тяжелых металлов.

## **7.2. Определение плотности твердых тел методом гидростатического взвешивания**

### **7.2.1. Простой метод гидростатического взвешивания**

Для определения плотности твердых тел методом гидростатического взвешивания необходимо последовательно взвесить изучаемое вещество в обычной атмосфере (в воздухе) и затем во вспомогательной жидкости. Плотность и коэффициент объемного расширения жидкости должен быть заранее определен или известен с определенной точностью. Плотность исследуемого вещества рассчитывается по формуле

$$\rho_T = \frac{P_1 d_t - P_2 \sigma}{P_1 - P_2}, \quad (7.2)$$

где  $\rho_T$  - плотность изучаемого образца при температуре  $T$ ;  $P_1$  – вес образца в воздухе;  $P_2$  – вес образца в жидкости при температуре  $T$ ;  $\sigma$  - плотность воздуха.

Гидростатическое взвешивание позволяет определять плотность с достаточно высокой точностью образцов любой геометрической формы.

### 7.2.2. Дифференциальный метод гидростатического взвешивания

Этот метод был разработан в 1950 г. Пиком и Вебером. Суть метода заключается в том, что сначала заготавливаются эталон и образец, где эталон – чистый кристалл или материал без примесей, а образец – тот же материал, но с примесями. Образец и эталон должны иметь одинаковый вес при взвешивании на воздухе. (Вес образца и эталона терпеливо подгоняют до значений меньших, чем  $10^{-4}$  г. Эту разницу потом учитывают при расчетах). Затем образец и эталон взвешивают в жидкости. Если вес образца и эталона был одинаков при взвешивании на воздухе, то при помещении их в жидкость они выталкиваются с различной силой  $F_0$  и  $F_3$ . Тогда

$$F_0 - F_3 = \Delta m g = \rho_{ж} g P \frac{\Delta \rho}{\rho^2}, \quad (7.3)$$

где  $P$  – вес образца на воздухе;  $\rho$  - абсолютная плотность и  $\Delta \rho$  - изменение плотности образца;  $g$  – земное ускорение. Отсюда получаем

$$\Delta \rho = \frac{\Delta m \rho^2}{\rho_{ж} P}. \quad (7.4)$$

Часто представляет интерес величина относительного изменения плотности  $\Delta \rho / \rho$  и тогда выражение (7.4) можно записать в следующем виде:

$$\frac{\Delta \rho}{\rho} = \frac{\Delta m \rho}{\rho_{ж} P} = \frac{\Delta m}{V \rho_{ж}}, \quad (7.5)$$

где  $V$  – объем образца.

При измерении плотности гидростатическим взвешиванием надо обращать внимание на учет флуктуаций температуры жидкости, в которой производится взвешивание образца и эталона. Экспериментально было показано, что флуктуации температуры жидкости редко удается сделать меньшими, чем  $1 \cdot 10^{-2}$  К. Минимальное изменение плотности, которое можно измерить при нерегулируемой разности температур, равно

$$\frac{\Delta\rho}{\rho} = \frac{(5-10)^{-4}}{1\text{K}} \Delta T. \quad (7.6)$$

В случае, если  $\Delta T = 1 \cdot 10^{-2}$  К,  $\Delta\rho/\rho = (5-10)^{-6}$ .

Таким образом, мы видим, что основное влияние на точность измерения плотности оказывают флуктуации температуры жидкости, в которой производится взвешивание. Однако прецизионные измерения плотности не позволяют игнорировать и другие факторы, влияющие на точность измерения.

### 7.2.3. Выбор весов

Обычно гидростатическое взвешивание осуществляется с помощью призмных весов, которые различаются по абсолютной чувствительности (минимальное изменение веса, которое способны отметить весы при предельной нагрузке). Оптимальным критерием при выборе весов является их относительная чувствительность, т.е. отношение абсолютной чувствительности к предельной нагрузке. В общем случае, если исследуемый образец не ограничен по размерам, то желательно иметь весы с наиболее возможной относительной чувствительностью. С этой точки зрения весы, выпускаемые нашими приборостроительными фирмами, являются

равноценными. Для них относительная чувствительность  $\gamma = 2 \cdot 10^{-5} \text{ г}/20 \text{ г} = 10^{-6}$  и  $2 \cdot 10^{-4} \text{ г}/200 \text{ г} = 10^{-6}$ .

#### 7.2.4. Выбор вспомогательной жидкости

Точность определения плотности вещества зависит от точности определения веса образца во вспомогательной жидкости. Поэтому жидкость выбирается с учетом физико-химических свойств. В таблице даны жидкости, которые наиболее часто используются при гидростатическом взвешивании, а также наиболее важные свойства этих жидкостей. Какая плотность жидкости оптимальна при гидростатическом взвешивании? Согласно уравнению (7.5) чувствительность измерения  $\Delta\rho/\rho$  растет пропорционально  $V$  и  $\rho_{\text{ж}}$ . Плотность жидкости не должна превышать плотности материала образца, иначе последний будет плавать на поверхности жидкости. Вес образца ограничен максимально допустимой нагрузкой на чашки весов. В то же время необходимо учитывать то, что на погруженные в жидкость образец и эталон, согласно закону Архимеда, действует выталкивающая сила, которая тем больше, чем больше  $\rho_{\text{ж}}$ . С увеличением  $\rho_{\text{ж}}$  уменьшается нагрузка на чашки весов, причем эта нагрузка резко снижается в области  $\rho_{\text{ж}} \approx \rho_{\text{обр}}$ , что позволяет существенно увеличить объем образца  $V$  и чувствительность измерения  $\Delta\rho/\rho$ . Поэтому целесообразно использовать жидкость с плотностью максимально близкой к плотности образца.

Какой коэффициент объемного расширения жидкости должен быть оптимальным? Из соотношения  $\Delta\rho/\rho = \Delta m V / \rho_{\text{ж}}$  следует, что минимальное относительное изменение плотности, которое удастся обнаружить с помощью взвешивания,  $\Delta m$ , почти всегда ограничено неизбежными флуктуациями температуры жидкости. Пусть разность температур между образцом и эталоном равна  $\Delta T$ , тогда разность выталкивающей силы составит

$$\Delta m_T = V(\alpha_{жс} - \alpha_{ТВ})\rho_{жс}\Delta T, \quad (7.7)$$

где  $\alpha_{ж}$  и  $\alpha_{ТВ}$  - коэффициенты объемного расширения вспомогательной жидкости и материала образца.

Жидкости, используемые при гидростатическом взвешивании

Жидкость	Плотность г/см <sup>3</sup> при 20 °С	Коэф- фиц. объемн. рас- шир. $\alpha_{20} \cdot 10^{-3}$ К <sup>-1</sup>	T <sub>плав.</sub> ,  °С	T <sub>кин.</sub> ,  °С при атм. давле- нии	Поверх. натя- жение $\sigma$ , мН/см при 20 °С	Вяз- кость $\eta$ , санти пуаз при 25 °С
Диэтило- талат	1,118	0,878	-40	294	37,34	10,1
Тетрабром- этан	2,9638	2,23	0,10	200	49,67	-
Четырех- хлористый углерод	1,595	1,236	-23	76,5	25,65	0,969
1-2 – Дибром- этан (бро- мистый этилен)	2,1785	2,10	10	131,4	38,75	1,71
Вода	0,9970	0,207	0,00	100	72,25	1,005

Отсюда минимальное изменение плотности, которое можно измерить при наличии колебаний температуры  $\Delta T$ , определяется выражением

$$\delta\left(\frac{\Delta\rho}{\rho}\right) = \delta(\Delta m)/V\rho_T = (\alpha_{жк} - \alpha_{ТВ})\Delta T. \quad (7.8)$$

Обычно величина  $\alpha_{жк}$  на порядок больше  $\alpha_{ТВ}$ . Для большинства применяемых при гидростатическом взвешивании вспомогательных жидкостей при  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$   $\alpha_{жк} \approx 1 \cdot 10^{-3} \text{ K}^{-1}$ . Таким образом, использование жидкостей с меньшим коэффициентом объемного расширения повышает чувствительность измерений.

Несколько слов о составе вспомогательной жидкости. Нельзя использовать суспензии, т.е. жидкости, которые имеют непостоянную плотность во времени. Нежелательно использовать также растворы, так как в случае открытой поверхности жидкости плотность раствора вследствие преимущественного испарения легко летучих фракций может изменяться. Вспомогательная жидкость должна быть как можно более чистой по химическому составу.

При взвешивании определенное влияние оказывает вязкость вспомогательной жидкости, которая не должна превышать некоторых значений, при которых слишком велико противодействие движению исследуемых образцов в жидкости. Это приводит к колебанию коромысла. В случае, когда вязкость жидкости мала, при погружении в жидкость образца возможны конвективные потоки. Опытным путем было показано, что наилучшим образом удовлетворяет указанным требованиям жидкость с вязкостью  $\eta \approx 1$  сантипуаз.

Поверхностное натяжение вспомогательной жидкости оказывает существенное влияние на вес образца за счет нити, которая взаимодействует с силами поверхностного натяжения жидкости. Из условий равновесия жидкости, соприкасающейся с твердой поверхностью металлической нити подвески при

наличии газовой фазы, вся система принимает конфигурацию, соответствующую минимуму суммарной потенциальной энергии. В частности, контур, по которому граничат все три фазы, располагается на поверхности твердого тела так, чтобы сумма проекций всех приложенных к элементам контура сил поверхностного натяжения на направление, в котором элемент контура может двигаться (т.е. направление касательной к поверхности твердого тела), была бы равна нулю.

Для общего случая неполного смачивания жидкостью материала нити направление сил поверхностного натяжения показано на рис. 7.1, а, а при несмачивании нити – на рис. 7.1, б. Сила поверхностного натяжения  $\sigma$  направлена под некоторым углом  $\theta$  (кривой угол) к поверхности жидкого тела. Для случая, изображенного на рис. 1, а:  $0^\circ < \theta < 90^\circ$ ,  $\theta = 0^\circ$  при полном смачивании; для случая, показанного на рис. 1, б:  $90^\circ < \theta < 180^\circ$ ,  $\theta = 180^\circ$  при полном несмачивании.

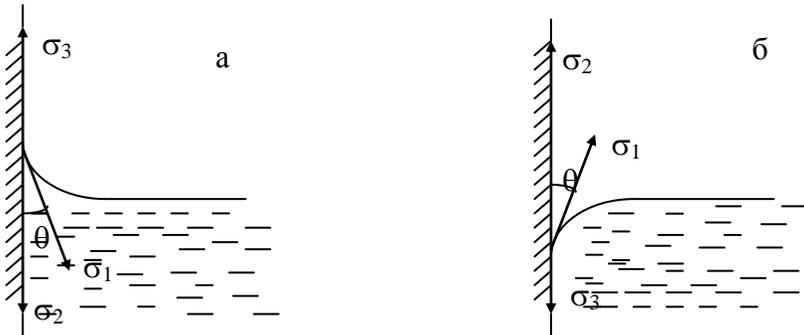


Рис. 7.1. Направление сил поверхностного натяжения при смачивании (а) и несмачивании (б) жидкостью поверхности нити для подвешивания груза

В процессе измерений, вследствие неучтенных колебаний сил поверхностного натяжения и краевого угла, возникают дополнительные погрешности, суммарное действие которых выражается в дополнительной (уменьшающейся или

увеличивающейся) нагрузке на нить со стороны мениска переменной длины. Эта нагрузка на нить подвеса с диаметром  $D$  в случае жидкости с поверхностным натяжением  $\sigma_1$  записывается  $P = 2\pi\sigma_1\cos\theta$ . Для максимального снижения этих погрешностей необходимо предельно снизить колебания размеров мениска за счет краевого угла и, если можно, его размеры. Следовательно, для этого необходимо брать очень тонкие нити с постоянным диаметром по длине. Практически диаметр может быть настолько мал, чтобы едва выдерживать вес образца. В качестве материала нити желательно использовать платину или её сплавы с иридием. Вспомогательная жидкость должна иметь малое поверхностное натяжение, слабо зависящее от чистоты жидкости.

Так как дополнительная нагрузка со стороны мениска пропорциональна косинусу краевого угла, желательно поддерживать этот угол близкий к нулю, что сводит к минимуму изменение нагрузки на нить из-за малых колебаний  $\theta$ . Поэтому вспомогательная жидкость должна хорошо смачивать материал нити. Хорошему смачиванию способствует тщательная очистка поверхности нити перед взвешиванием. Можно достигать очень малых значений краевого угла, применяя нити со специальными покрытиями (например, нанося платиновую чернь, представляющую порошок платины из частиц размером 20-40 микрон, на платиновую нить). При этом толщина покрытия может значительно превышать диаметр проволоки.

Вспомогательная жидкость должна быть химически устойчива и не вступать во взаимодействие с материалом образца, нитью подвеса и термомпарами. Этому условию удовлетворяют многие органические жидкости. В процессе измерений следует промывать образец и подвеску, поэтому нужно знать в каких средах рабочая жидкость хорошо растворяется.

Все используемые жидкости (за исключением воды) в большей или меньшей степени токсичны. Поэтому необходимо знать правила работы с такими жидкостями. Необходимы – тщательная герметизация аппаратуры, хорошая вентиляция помещения, устранение контакта жидкости с кожей и т.д.

Анализ и учет всех погрешностей, которые возникают при определении плотности в обычных условиях, показывает, что точность измерения не превышает значений  $\pm 7 \cdot 10^{-6}$  г/см<sup>3</sup>. Для получения надежных результатов при особо чувствительных измерениях надо использовать микровесы с большой относительной чувствительностью, например, кварцевые микровесы крутильного типа, схематично изображенные на рис. 7.2. Относительная чувствительность таких весов при максимальной нагрузке 5 г не меньше чем  $10^{-7}$ . Эти весы можно изготовить сравнительно небольшими по размерам и разместить в верхней части герметичного стеклянного сосуда, нижняя часть которого заполнена термостатируемой рабочей жидкостью, где производится взвешивание образца и эталона. Наличие специального узла для перемешивания жидкости и высокая эффективность системы термостатирования обеспечивают постоянство температуры рабочей жидкости в пределах  $\pm 10^{-3}$  °С. Разность температур между держателями образца, погруженными в рабочую жидкость, измеряется дифференциальной термопарой медь-копель, соединенной с потенциметрической схемой. Величину термо-э.д.с. термопары измеряют компенсационным методом. Точность измерения разности температур между держателями образца составляет  $2 \cdot 10^{-4}$  °С. Измерения проводятся в вакууме.

### 7.3. Пикнометрический метод

Пикнометрический метод состоит в определении веса жидкости, вытесненной из специального сосуда – пикнометра погруженным в него исследуемым образцом. При этом произво-

дят три взвешивания: исследуемого образца на воздухе, пикнометра, наполненного дистиллированной водой или другой вспомогательной жидкостью, и пикнометра, наполненного той же жидкостью, в которую погружен образец. Каждый раз уровень жидкости, залитой в пикнометр, должен быть строго постоянным.

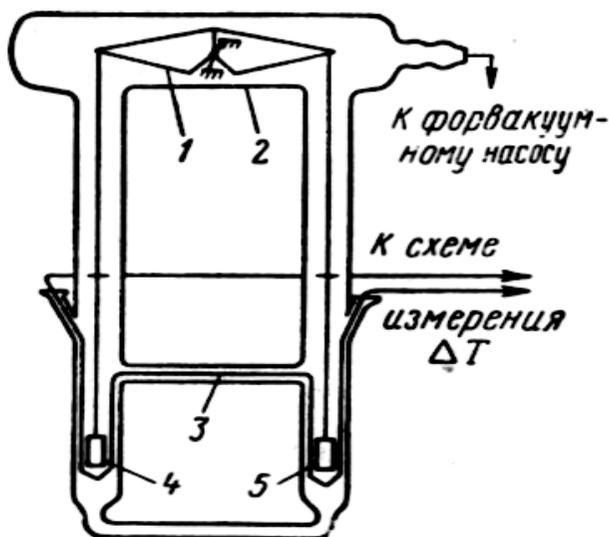


Рис. 7.2. Схема устройства весов для измерения плотности в вакууме:

- 1 – кварцевые микровесы; 2 – герметичный стеклянный сосуд;  
3 – дифференциальная термопара; 4 – образец; 5 – эталон

Плотность исследуемого вещества определяют по формуле

$$\rho_t = \frac{Pd_t - (P_2 - P_1)\sigma}{P - (P_2 - P_1)}, \quad (7.9)$$

где  $\rho_t$  - плотность исследуемого материала при температуре  $t$ ,  $d_t$  - плотность вспомогательной жидкости при температуре  $t$ ,  $\sigma$  - плотность воздуха,  $P$  - вес образца на воздухе,  $P_1$  - вес пикнометра со вспомогательной жидкостью,  $P_2$  - вес пикнометра с образцом, погруженным во вспомогательную жидкость.

При измерении плотности этим методом в тщательно промытый и высушенный пикнометр заливают вспомогательную жидкость так, чтобы ее уровень несколько превышал метку на горловине колбы, нагревают до кипения, чтобы удалить растворенный воздух, и выдерживают пикнометр в термостате до получения нужной температуры. Когда температура воды в пикнометре, а следовательно, и ее уровень перестанут изменяться, излишек воды над меткой удаляют пипеткой или фильтровальной бумагой до тех пор, пока нижний край мениска не коснется метки. Пикнометр с водой закрывают пробкой, извлекают из термостата, тщательно протирают, сушат и после того, как пикнометр примет температуру окружающего воздуха, взвешивают. Таким образом определяют величину  $P_1$  в уравнении (7.9). Аналогичные операции проводят и для определения величины  $P_2$  с той лишь разницей, что уровень воды в пикнометре, помещенном в термостат, устанавливают по метке после погружения в воду образца.

Обычно в качестве вспомогательной жидкости в пикнометрии используют дистиллированную воду. Если предполагают возможность окисления или растворения образца в воде, применяют другие жидкости - керосин, бензин, спирт и др.

Основные достоинства метода - высокая точность измерения (до  $5 \cdot 10^{-5}$  г/см<sup>3</sup>), возможность отдельного проведения

операций термостатирования и последующего взвешивания пикнометра.

#### 7.4. Рентгеновский метод

Выше были описаны методы определения макроскопической плотности вещества, состоящего из большого числа атомов. Рентгеновский метод позволяет получить представление о микроскопической плотности, т.е. элементарной ячейки кристаллической структуры. Он основан на определении плотности кристаллического материала по его атомному весу  $A$ , объему элементарной ячейки  $V$  и числу заключенных в ней атомов

$$\rho = \frac{nA}{NV}. \quad (7.10)$$

Другими словами, плотность металлических элементов можно рассчитать, зная массу и объем элементарной ячейки. Если  $n$  – число атомов в элементарной ячейке и  $M$  – масса ячейки, то

$$\rho = \frac{nM}{V} = \frac{n \cdot A \cdot 1,66 \cdot 10^{-24}}{V}.$$

Масса атома  $M$  подсчитывается путем умножения его атомного веса  $A$  на  $1/16$  массы атома кислорода –  $1,66 \cdot 10^{-24}$  г.

Подсчитаем в качестве примера плотность алюминия

$$\rho = \frac{4 \cdot 26,98 \cdot 1,66 \cdot 10^{-24}}{(4,05 \cdot 10^{-8})^3} = 2,713,$$

где атомный вес алюминия  $A = 26,98$  и  $n = 4$  – число атомов в элементарной ячейке с ГЦК-решеткой.

Найденная рентгенографическим путем плотность, как правило, выше фактической плотности образца, определенной каким-либо другим из перечисленных методов, вследствие наличия в реальном кристаллическом материале значительного

количества пор и других макро- и микродефектов, снижающих плотность.

Использование рентгеновского метода для определения плотности и сравнение полученных результатов с данными других методов, например гидростатического взвешивания, представляет большой интерес по следующим соображениям. Рентгеновский метод позволяет измерить идеальную плотность кристаллической решетки, а гидростатический - среднюю плотность в большом объеме. Обе плотности могут совпадать только в идеальном кристалле, в реальном кристалле имеются вакансии, которые повышают «рыхлость» вещества. При использовании рентгеновского метода возникают проблемы с точностью определения параметров решетки  $a$ , поскольку  $V = a^3$ . В настоящее время разработаны различные способы прецизионного определения параметров кристаллической решетки с погрешностью, не превышающей в большинстве случаев  $1 \cdot 10^{-4}$  и даже  $1 \cdot 10^{-5}$ .

### **7.5. Другие методы определения плотности**

В случае, когда твердое тело переходит в аморфное состояние путем рентгеновских данных можно определить только среднее расстояние между атомами и координационное число. Эти данные не позволяют определить плотность аморфных твердых тел. Неудивительно, что плотность так называемых металлических стекол наименее изучена. Экспериментальные данные, полученные при изучении плотности аморфных твердых тел гидростатическим методом, показали, что в большинстве случаев плотность аморфной фазы на 1-2 % меньше, чем кристаллической. Эти данные заставляют предполагать, что локальная структура ближнего порядка незначительно отличается от локальной структуры кристаллического сплава. Поскольку большинство аморфных сплавов являются сплавами из металлов и металлоидов, то возникает вопрос: какой объем занимает объем металла и металлоида, учитывая тот факт, что гольдшмидтовские

радиусы металлических атомов существенно отличаются от ковалентных радиусов металлоидов. В качестве металлоидов при получении аморфных сплавов обычно используются В, С, Si, ковалентные радиусы которых равны 0,083; 0,077; 0,117 нм соответственно. Типичные значения радиусов металлических элементов следующие: Al – 0,057, V – 0,040, Ni – 0,078, Fe – 0,067 нм. Возникает также вопрос о плотности упаковки атомов в свободном объеме между атомами, поскольку эти данные определяют силы связи, вязкость и другие физические характеристики.

Гаскелл в 1981 г показал, что для бинарного сплава, состоящего из металла Т и металлоида М, средний объем на металлический атом  $\bar{V}_T$ , для состава  $T_{1-x}M_x$  можно вычислить, используя выражение

$$\bar{V}_T = \langle A \rangle \cdot 10^{24} / [\rho N_0 (1 - x)], \quad (7.11)$$

где  $\langle A \rangle$  - средняя атомная масса сплава, вычисляемая как

$$\langle A \rangle = (1 - x)A_T + xA_M; \quad (7.12)$$

$A_T$  и  $A_M$  – атомные веса металла и металлоида, где  $\rho$  - плотность сплава и  $N_0$  – число Авогадро.

Если плотность упаковки атомов выразить как  $\rho_y = 4\pi R_r^3 / 3\bar{V}_T$ , то плотность аморфного бинарного сплава  $\rho$ , г/см<sup>3</sup> можно определить из выражения

$$\rho = 3\rho_y \langle A \rangle \cdot 10^{24} / [4\pi R_r^3 N_0 (1 - x)], \quad (7.13)$$

где  $R_r$  - гольдшмидтовский радиус атома Т. Из выражения (7.13) следует, что плотность аморфных бинарных сплавов связана с плотностью упаковки атомов и зависит от природы металлоида.

Плотность упаковки аморфных двойных и тройных сплавов является линейной функцией концентрации металлоида (рис. 7.3), которую можно выразить в виде

$$\rho_y = \rho_y^0(1 - \alpha x). \quad (7.14)$$

К настоящему времени получено значительное количество твердых тел, имеющих фрактальную структуру (аэрогели, пленки металлов, полученные в неравновесных условиях, пористые полупроводники, диэлектрики и т.д.). Фрактальные системы представляют собой новый тип структурного состояния вещества, приводящего к координатным изменениям многих физических свойств. Фрактальные системы образуются из атомов и молекул, а также частиц вещества наноразмерного масштаба (2-8 нм). Характерными признаками фрактальных структур являются: самоподобие, масштабная инвариантность, структурная иерархия, пористость и фрактальная размерность, меньшая трех. Простейшая схема фрактального агрегата представлена на рис. 7.4.

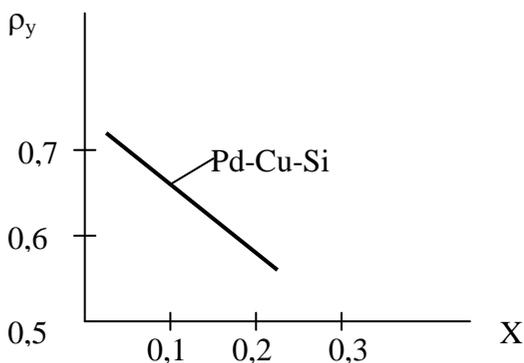


Рис. 7.3. Плотность упаковки аморфного сплава Pd-Cu-Si при различной концентрации кремния



Рис. 7.4. Схема фрактальной структуры

Фрактальный агрегат состоит из частичек или молекул вещества, которые образуют ветвистую структуру с большим объемом пустого пространства. Плотность такой структуры рассчитывается по следующему выражению:

$$\rho = \rho_0 \left( \frac{r}{R} \right)^{3-D}, \quad (7.15)$$

где  $\rho_0$  - плотность материала, из которого образована частица,  $r$  – радиус частицы;  $R$  – радиус фрактала;  $D$  – так называемая фрактальная размерность. Для пористых твердых тел значение  $D$  лежит в пределах  $2 < D < 3$ . В качестве примера приведем данные по аэрогелю  $\text{SiO}_2$ . Аэрогель – это макроскопическое твердое тело, состоящее из связанных между собой микрочастиц, образующих жесткий каркас с большим объемом пустого пространства. Сам каркас занимает малую часть объема, а остальное – поры. В названии «аэро» (воздух) отражен малый удельный вес вещества. Для аэрогелей  $\text{SiO}_2$   $D = 2,12 \pm 0,05$ ,  $\rho_0 = 2,2 \text{ г/см}^3$ . Радиус частиц  $\text{SiO}_2$  находится в пределах 4-10 нм. Если  $R=25 \text{ нм}$ , то  $\rho = 2,2 \text{ г/см} (5 \text{ нм}/25 \text{ нм})^{2,12} = 2,2 \text{ г/см} (1 \text{ нм}/5 \text{ нм})^{2,12} = 2,2 \text{ г/см} \cdot 1/25 = 0,088 \text{ г/см}^3$ .

## **8. ОСНОВЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ**

### **8.1. Техника сканирующей зондовой микроскопии**

#### **8.1.1. Принципы работы сканирующих зондовых микроскопов**

В сканирующих зондовых микроскопах исследование микрорельефа поверхности и ее локальных свойств проводится с помощью специальным образом подготовленных зондов в виде игл. Рабочая часть таких зондов (острие) имеет размеры порядка десяти нанометров. Характерное расстояние между зондом и поверхностью образцов в зондовых микроскопах по порядку величин составляет 0,1 - 10 нм. В основе работы зондовых микроскопов лежат различные типы взаимодействия зонда с поверхностью. Так, работа туннельного микроскопа основана на явлении протекания туннельного тока между металлической иглой и проводящим образцом; различные типы силового взаимодействия лежат в основе работы атомно-силового, магнитно-силового и электросилового микроскопов. Рассмотрим общие черты, присущие различным зондовым микроскопам. Пусть взаимодействие зонда с поверхностью характеризуется некоторым параметром  $P$ . Если существует достаточно резкая и взаимно однозначная зависимость параметра  $P$  от расстояния зонд - образец  $P = P(z)$ , то данный параметр может быть использован для организации системы обратной связи (ОС), контролирующей расстояние между зондом и образцом. На рис. 8.1 схематично показан общий принцип организации обратной связи сканирующего зондового микроскопа.

Система обратной связи поддерживает значение параметра  $P$  постоянным, равным величине  $P_0$ , задаваемой оператором. Если расстояние зонд - поверхность изменяется (например, увеличивается), то происходит изменение (увеличение) параметра  $P$ . В системе ОС формируется

разностный сигнал, пропорциональный величине  $\Delta P = P - P_0$ , который усиливается до нужной величины и подается на исполнительный элемент ИЭ. Исполнительный элемент обрабатывает данный разностный сигнал, приближая зонд к поверхности или отодвигая его до тех пор, пока разностный сигнал не станет равным нулю. Таким образом, можно поддерживать расстояние зонд-образец с высокой точностью. В существующих зондовых микроскопах точность удержания расстояния зонд-поверхность достигает величины  $\sim 0.01$  А. При перемещении зонда вдоль поверхности образца происходит изменение параметра взаимодействия  $P$ , обусловленное рельефом поверхности. Система ОС обрабатывает эти изменения, так что при перемещении зонда в плоскости  $X, Y$  сигнал на исполнительном элементе оказывается пропорциональным рельефу поверхности. Для получения СЗМ изображения осуществляют специальным образом организованный процесс сканирования образца.

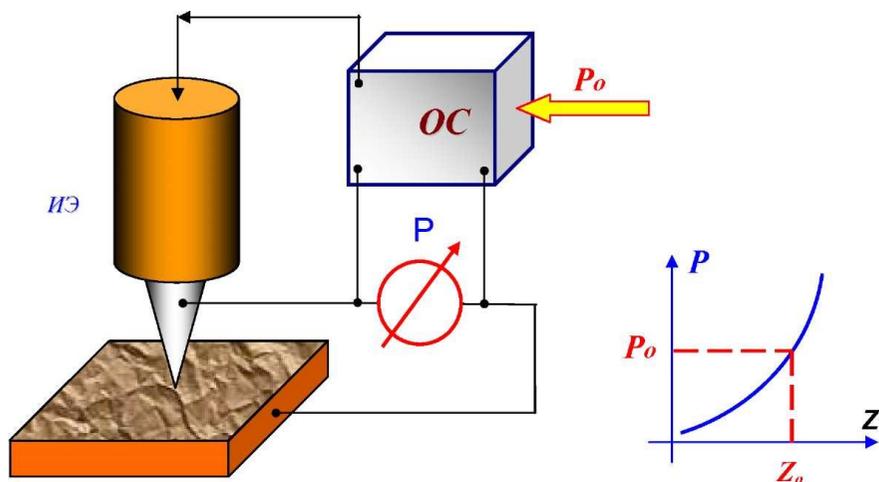


Рис. 8.1. Схема организации системы обратной связи зондового микроскопа

При сканировании зонд вначале движется над образцом вдоль определенной линии (строчная развертка), при этом величина сигнала на исполнительном элементе, пропорциональная рельефу поверхности, записывается в память компьютера. Затем зонд возвращается в исходную точку и переходит на следующую строку сканирования (кадровая развертка), и процесс повторяется вновь. Записанный таким образом при сканировании сигнал обратной связи обрабатывается компьютером, и затем СЗМ изображение рельефа поверхности  $Z = f(x, y)$  строится с помощью средств компьютерной графики. Наряду с исследованием рельефа поверхности, зондовые микроскопы позволяют изучать различные свойства поверхности: механические, электрические, магнитные, оптические и многие другие.

### **8.1.2. Сканирующие элементы (сканеры) зондовых микроскопов**

Для работы зондовых микроскопов необходимо контролировать рабочее расстояние зонд-образец и осуществлять перемещения зонда в плоскости образца с высокой точностью (на уровне долей ангстрема). Эта задача решается с помощью специальных манипуляторов - сканирующих элементов (сканеров). Сканирующие элементы зондовых микроскопов изготавливаются из пьезоэлектриков - материалов, обладающих пьезоэлектрическими свойствами. Пьезоэлектрики изменяют свои размеры во внешнем электрическом поле. Уравнение обратного пьезоэффекта для кристаллов записывается в виде:

$$u_v = d_{vk} E_k, \quad (8.1)$$

где  $u$  - тензор деформаций,  $E_k$  - компоненты электрического поля,  $d_{vk}$  - компоненты тензора пьезоэлектрических

коэффициентов. Вид тензора пьезоэлектрических коэффициентов определяется типом симметрии кристаллов.

В различных технических приложениях широкое распространение получили преобразователи из пьезокерамических материалов. Пьезокерамика представляет собой поляризованный поликристаллический материал, получаемый методами спекания порошков из кристаллических сегнетоэлектриков. Поляризация керамики производится следующим образом. Керамику нагревают выше температуры Кюри (для большинства пьезокерамик эта температура менее 300 °С), а затем медленно охлаждают в сильном (порядка 3 кВ/см) электрическом поле. После остывания пьезокерамика имеет наведенную поляризацию и приобретает способность изменять свои размеры (увеличивать или уменьшать в зависимости от взаимного направления вектора поляризации и вектора внешнего электрического поля). Пьезокерамики представляют собой пьезоэлектрические текстуры. Вид тензора пьезоэлектрических констант для пьезокерамик существенно упрощается - отличными от нуля являются только три коэффициента, характеризующие продольные, поперечные (по отношению к вектору поляризации) и сдвиговые деформации. Рассмотрим плоскую пластину из пьезокерамики (рис. 8.2) во внешнем поле.

Пусть вектор поляризации  $P$  и вектор электрического поля  $E$  направлены вдоль оси  $X$ . Тогда, деформации пьезокерамики в направлении, параллельном полю, равна  $u_x = d_{//} E_x$ , а в перпендикулярном полю направлении  $u_{rr} = d_{\perp} E_x$ .

В сканирующей зондовой микроскопии широкое распространение получили трубчатые пьезоэлементы (рис. 8.3). Они позволяют получать достаточно большие перемещения объектов при относительно небольших управляющих напряжениях. Трубчатые пьезоэлементы представляют собой полые тонкостенные цилиндры, изготовленные из

пьезокерамических материалов. Обычно электроды в виде тонких слоев металла наносятся на внешнюю и внутреннюю поверхности трубки, а торцы трубки остаются непокрытыми. Под действием разности потенциалов между внутренним и внешним электродами трубка изменяет свои продольные размеры. При одном и том же напряжении удлинение трубки будет тем больше, чем больше ее длина и чем меньше толщина ее стенки.

Соединение трех трубок в один узел (рис. 8.4) позволяет организовать прецизионные перемещения зонда микроскопа в трех взаимно перпендикулярных направлениях. Такой сканирующий элемент называется триподом. Недостатками такого сканера являются сложность изготовления и сильная асимметрия конструкции.

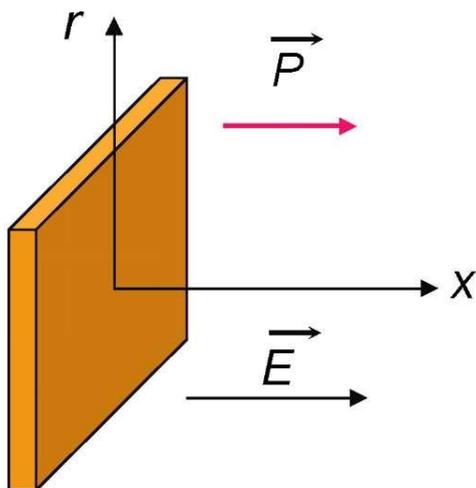


Рис. 8.2. Пластина из пьезокерамики во внешнем электрическом поле

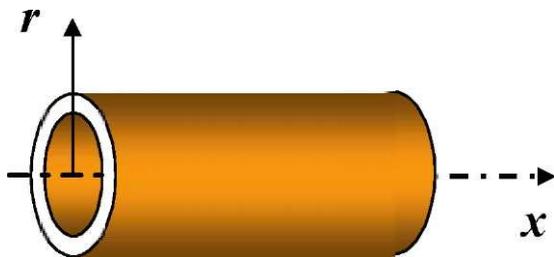


Рис. 8.3. Трубочатый пьезоэлемент

На сегодняшний день в сканирующей зондовой микроскопии наиболее широко используются сканеры, изготовленные на основе одного трубчатого элемента. Общий вид трубчатого сканера и схема расположения электродов представлены на рис. 8.5. Материал трубки имеет радиальное направление вектора поляризации

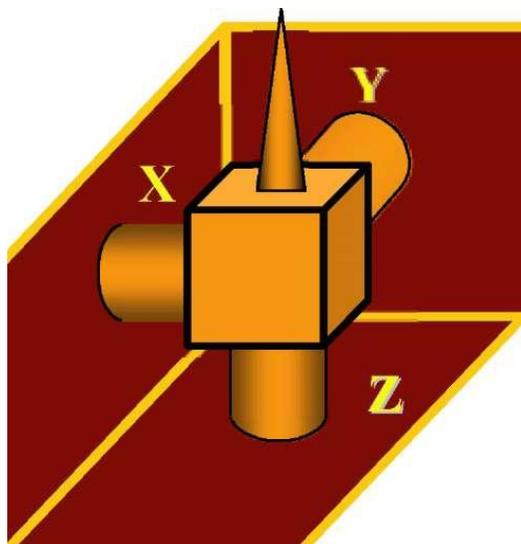


Рис. 8.4. Сканирующий элемент в виде трипода

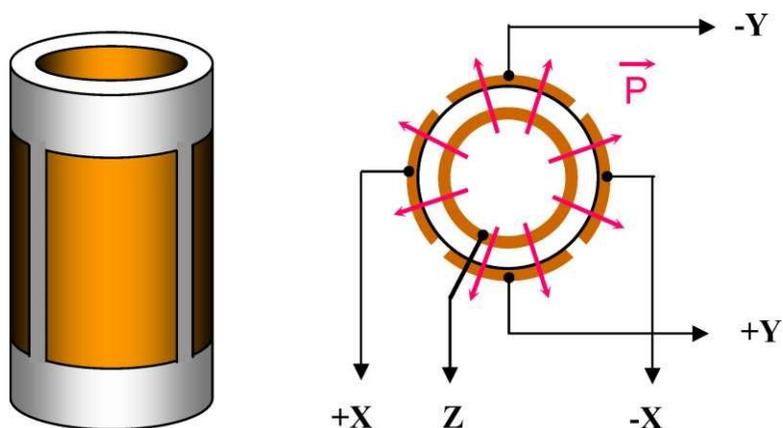


Рис. 8.5. Трубчатый пьзосканер

Внутренний электрод обычно сплошной. Внешний электрод сканера разделен по образующим цилиндра на четыре секции. При подаче противофазных напряжений на противоположные секции внешнего электрода (относительно внутреннего) происходит сокращение участка трубки в том месте, где направление поля совпадает с направлением поляризации, и удлинение там, где они направлены в противоположные стороны. Это приводит к изгибу трубки в соответствующем направлении. Таким образом, осуществляется сканирование в плоскости  $X, Y$ . Изменение потенциала внутреннего электрода относительно всех внешних секций приводит к удлинению или сокращению трубки по оси  $Z$ . Таким образом, можно реализовать трехкоординатный сканер на базе одной пьезотрубки. Реальные сканирующие элементы имеют часто более сложную конструкцию, однако принципы их работы остаются теми же самыми.

Широкое распространение получили также сканеры на основе биморфных пьзоэлементов. Биморф представляет собой две пластины пьзoeлектрика, склеенные между собой таким образом, что вектора поляризации в каждой из них

направлены в противоположные стороны (рис. 8.6). Если подать напряжение на электроды биморфа, как показано на рис. 8.6, то одна из пластин будет расширяться, а другая сжиматься, что приведет к изгибу всего элемента. В реальных конструкциях биморфных элементов создается разность потенциалов между внутренним общим и внешними электродами так, чтобы в одном элементе поле совпадало с направлением вектора поляризации, а в другом было направлено противоположно.

Изгиб биморфа под действием электрических полей положен в основу работы биморфных пьезосканеров. Объединяя три биморфных элемента в одной конструкции, можно реализовать трипод на биморфных элементах (рис. 8.7).

Если внешние электроды биморфного элемента разделить на четыре сектора, то можно организовать движение зонда по оси Z и в плоскости X,Y на одном биморфном элементе (рис. 8.8). Действительно, подавая противофазные напряжения на противоположные пары секций внешних электродов, можно изгибать биморф так, что зонд будет двигаться в плоскости X,Y (рис. 8.8 (а, б)). А изменяя потенциал внутреннего электрода относительно всех секций внешних электродов, можно прогибать биморф, перемещая зонд в направлении Z (рис. 8.8 (в, г)).

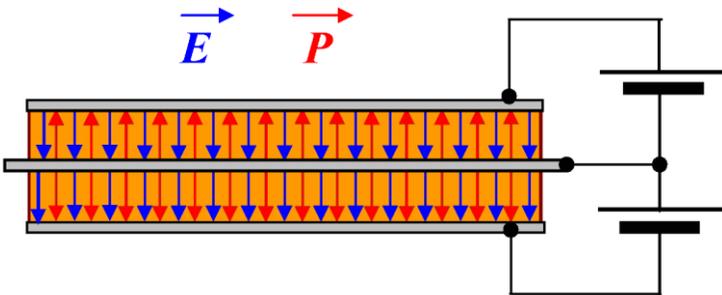


Рис. 8.6. Устройство биморфного пьезоэлемента

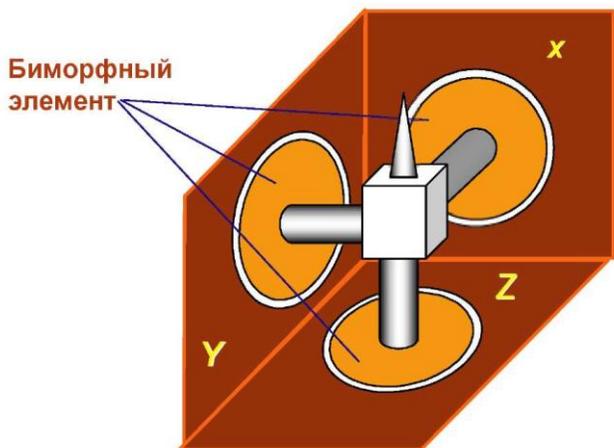


Рис. 8.7. Трехкоординатный сканер на трех биморфных элементах

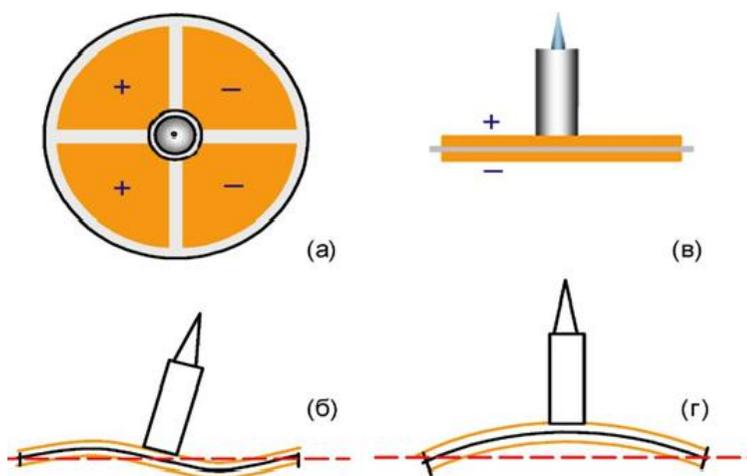


Рис. 8.8. Схематическое изображение работы биморфного пьезосканера

### 8.1.3. Устройства для прецизионных перемещений зонда и образца

Одной из важных технических проблем в сканирующей зондовой микроскопии является необходимость прецизионного перемещения зонда и образца с целью образования рабочего промежутка микроскопа и выбора исследуемого участка поверхности. Для решения этой проблемы применяются различные типы устройств, осуществляющих перемещения объектов с высокой точностью. Широкое распространение получили различные механические редукторы, в которых грубому перемещению исходного движителя соответствует тонкое перемещение смещаемого объекта. Способы редукции перемещений могут быть различными. Широко применяются рычажные устройства, в которых редукция величины перемещения осуществляется за счет разницы длины плеч рычагов. Схема рычажного редуктора приведена на рис. 8.9.

Механический рычаг позволяет получать редукцию перемещения с коэффициентом

$$R = \Delta L / \Delta l = L / l. \quad (8.2)$$

Таким образом, чем больше отношение плеча  $L$  к плечу  $l$ , тем более точно можно контролировать процесс сближения зонда и образца.

Также в конструкциях микроскопов широко используются механические редукторы, в которых редукция перемещений достигается за счет разницы коэффициентов жесткости двух последовательно соединенных упругих элементов (рис. 8.10). Конструкция состоит из жесткого основания, пружины и упругой балки. Жесткости пружины  $\kappa$  и упругой балки  $K$  подбирают таким образом, чтобы выполнялось условие:  $\kappa < K$ .

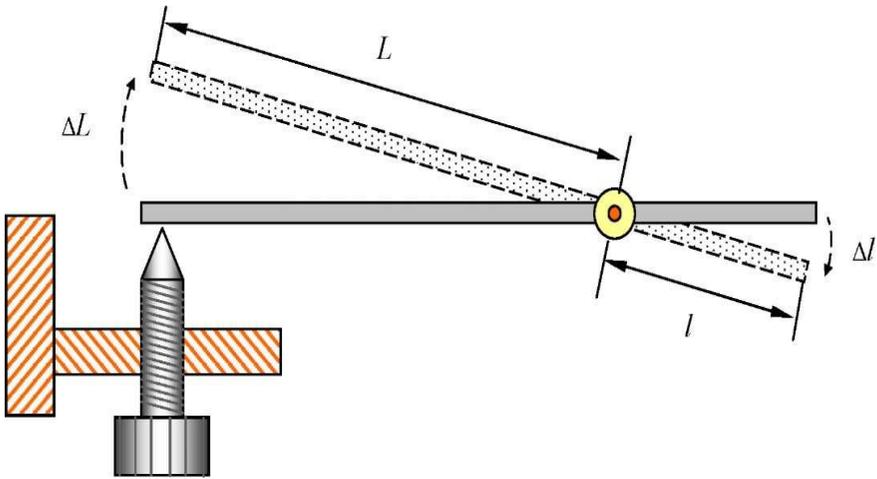


Рис. 8.9. Схема рычажного редуктора перемещений

Из условия равновесия следует, что

$$F = k \cdot \Delta l = K \cdot \Delta L, \quad (8.3)$$

где  $\Delta l$  и  $\Delta L$  - смещения пружины и упругой балки. В этом случае коэффициент редукции равен отношению коэффициентов жесткости упругих элементов:

$$R = \Delta l / \Delta L = K / k. \quad (8.4)$$

В последних конструкциях микроскопов в качестве устройств прецизионного перемещения зонда и образца используют шаговые электродвигатели и шаговые пьезодвигатели.

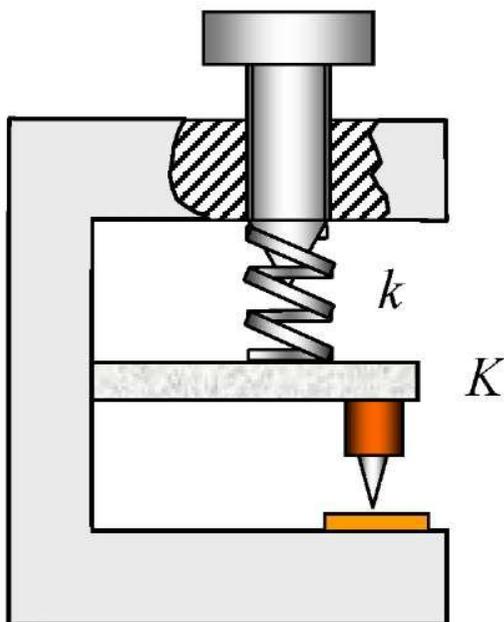


Рис. 8.10. Схема пружинного редуктора перемещений

**Шаговые электродвигатели (ШЭД)** представляют собой электромеханические устройства, которые преобразуют электрические импульсы в дискретные механические перемещения (дискретное вращение ротора). Важным преимуществом шаговых электродвигателей является то, что они обеспечивают однозначную зависимость положения ротора от входных импульсов тока, так что угол поворота ротора определяется числом управляющих импульсов. В ШЭД вращающий момент создается магнитными потоками, создаваемыми полюсами статора и ротора, которые соответствующим образом ориентированы друг относительно друга. Статор изготавливается из материала с высокой магнитной проницаемостью и имеет несколько полюсов. Для уменьшения потерь на вихревые токи магнитопроводы собраны из отдельных пластин, подобно сер-

дечнику трансформатора. Вращающий момент пропорционален величине магнитного поля, которая определяется током в обмотках и количеством витков. Если одна из обмоток шагового электродвигателя запитана, ротор принимает определенное положение. Выключая ток в данной обмотке и включая ток в другой, можно перевести ротор в следующее положение и т.д. Таким образом, управляя током обмоток, можно осуществлять вращение ротора ШЭД в шаговом режиме. Он будет находиться в этом положении до тех пор, пока внешний приложенный момент не превысит некоторого значения, называемого моментом удержания. После этого ротор повернется и будет стараться принять одно из следующих положений равновесия. Наиболее простую конструкцию имеют двигатели с постоянными магнитами. Они состоят из статора, который имеет обмотки, и ротора, содержащего постоянные магниты. На рис. 8.11 представлена упрощенная конструкция шагового электродвигателя. Чередующиеся полюса ротора имеют прямолинейную форму и расположены параллельно оси двигателя. Показанный на рисунке двигатель имеет 3 пары полюсов ротора и 2 пары полюсов статора. Двигатель имеет 2 независимые обмотки, каждая из которых намотана на два противоположные полюса статора.

Показанный на рис. 8.11 двигатель имеет величину шага 30 град. При включении тока в одной из обмоток ротор стремится занять такое положение, при котором разноименные полюса ротора и статора находятся друг напротив друга. Для осуществления непрерывного вращения нужно включать обмотки попеременно.

На практике применяются шаговые электродвигатели, имеющие более сложную конструкцию и обеспечивающие от 100 до 400 шагов на один оборот ротора (угол шага 3.6 - 0.9 град.). Если такой двигатель работает в паре с резьбовым соединением, то при шаге резьбы порядка 0.1 мм обеспечивается точность позиционирования объекта порядка 0.25 - 1 мкм.

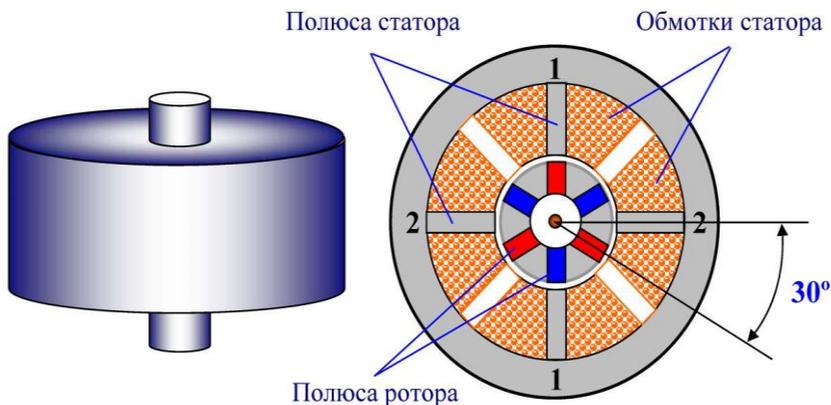


Рис. 8.11. Шаговый электродвигатель с постоянными магнитами

Для увеличения точности применяются дополнительные механические редукторы. Возможность электрического управления позволяет эффективно использовать ШЭД в автоматизированных системах сближения зонда и образца сканирующих зондовых микроскопов.

**Шаговые пьезодвигатели.** Требования хорошей изоляции приборов от внешних вибраций и необходимость работы зондовых микроскопов в условиях вакуума накладывают серьезные ограничения на применение чисто механических устройств для перемещений зонда и образца. В связи с этим широкое распространение в зондовых микроскопах получили устройства на основе пьезоэлектрических преобразователей, позволяющих осуществлять дистанционное управление перемещением объектов.

Одна из конструкций шагового инерционного пьезодвигателя приведена на рис. 1.12. Данное устройство

содержит основание (1), на котором закреплена пьезоэлектрическая трубка (2). Трубка имеет электроды (3) на внешней и внутренней поверхностях. На конце трубки укреплена разрезная пружина (4), представляющая собой цилиндр с отдельными пружинящими лепестками. В пружине установлен держатель объекта (5) - достаточно массивный цилиндр с полированной поверхностью. Перемещаемый объект может крепиться к держателю с помощью пружины или накидной гайки, что позволяет устройству работать при любой ориентации в пространстве.

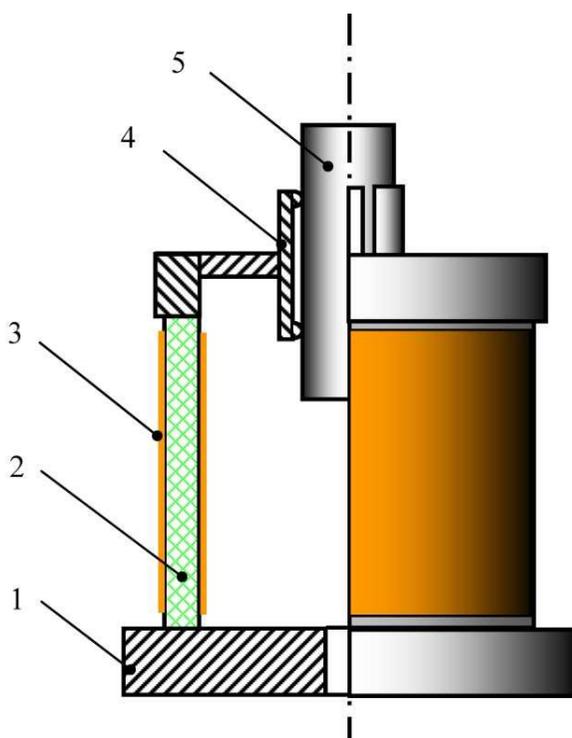


Рис. 8.12. Шаговый пьезодвигатель

1 - основание; 2 - пьезоэлектрическая трубка; 3 - электроды;  
4- разрезная пружина; 5 - цилиндрический держатель объекта

Устройство работает следующим образом. Для перемещения держателя объекта в направлении оси  $Z$  к электродам пьезотрубки прикладывается импульсное напряжение пилообразной формы. На пологом фронте пилообразного напряжения трубка плавно удлиняется или сжимается в зависимости от полярности напряжения, и ее конец вместе с пружиной и держателем объекта смещается на расстояние, пропорциональное напряжению импульса.

В момент сброса пилообразного напряжения трубка возвращается в исходное положение. В результате держатель объекта перемещается на некоторый шаг относительно исходного положения. При смене полярности импульсов управляющего напряжения происходит изменение направления движения объекта. Таким образом, подавая пилообразные напряжения различной полярности на электроды пьезотрубки, можно перемещать объект в пространстве и производить сближение зонда и образца в сканирующем зондовом микроскопе.

#### **8.1.4. Защита зондовых микроскопов от внешних воздействий**

##### **8.1.4.1. Защита от вибраций**

Любая конструкция сканирующего зондового микроскопа представляет собой колебательную систему, имеющую целый набор собственных резонансных частот. Внешние механические воздействия на частотах, совпадающих с  $\omega_k$ , вызывают явления резонанса в конструкции измерительных головок, что приводит к колебаниям зонда относительно образца и воспринимается как паразитный периодический шум, искажающий и размывающий СЗМ изображения поверхности образцов. С целью уменьшения влияния внешних вибраций измерительные головки изготавливают из массивных металлических деталей, имеющих высокие (более 100 кГц) частоты. Наименьшими резонансными частотами обладают сканирующие элементы зондовых микроскопов. В конструкциях совре-

менных микроскопов приходится идти на компромисс между величиной максимального поля обзора сканирующего элемента и его резонансной частотой. Типичными для сканеров являются резонансные частоты в диапазоне 10 - 100 кГц. Для защиты приборов от внешних вибраций применяются различные типы виброизолирующих систем. Условно виброизолирующие системы можно разделить на пассивные и активные. Основная идея, заложенная в пассивные виброизолирующие системы, заключается в следующем. Амплитуда вынужденных колебаний механической системы быстро падает при увеличении разницы между частотой возбуждающей силы и собственной резонансной частотой системы.

Поэтому внешние воздействия с частотами, большими собственной резонансной частотой системы, практически не оказывают заметного влияния на колебательную систему. Следовательно, если поместить измерительную головку зондового микроскопа на виброизолирующую платформу или на упругий подвес (рис. 8.13), то на корпус микроскопа пройдут лишь внешние колебания с частотами, близкими к резонансной частоте виброизолирующей системы.

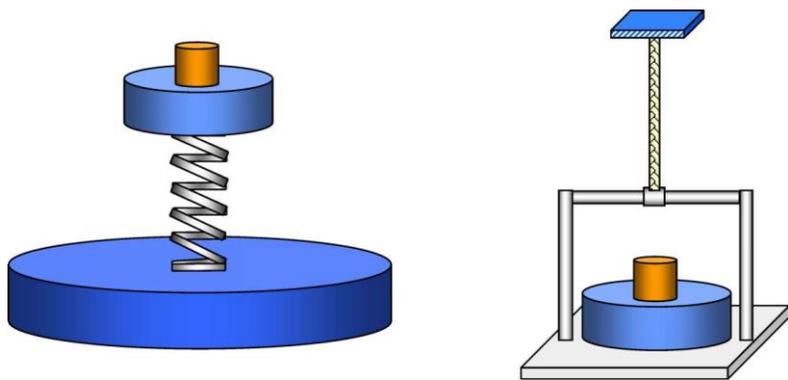


Рис. 8.13. Пассивные виброизолирующие системы

Поскольку собственные частоты головок СЗМ составляют 10 - 100 кГц, то, выбирая резонансную частоту виброизолирующей системы достаточно низкой (порядка 5 - 10 Гц), можно весьма эффективно защитить прибор от внешних вибраций. С целью гашения колебаний на собственных резонансных частотах в виброизолирующие системы вводят диссипативные элементы с вязким трением. Таким образом, для обеспечения эффективной защиты необходимо, чтобы резонансная частота виброизолирующей системы была как можно меньше. Однако на практике реализовать очень низкие частоты трудно.

Для защиты головок СЗМ успешно применяются также активные системы подавления внешних вибраций. Такие устройства представляют собой электромеханические системы с отрицательной обратной связью, которая обеспечивает стабильное положение виброизолирующей платформы в пространстве (рис. 8.14). Принцип работы активных систем можно рассмотреть на следующем простом примере. На платформе располагается датчик вибраций (акселерометр) - устройство, реагирующее на ускорение, испытываемое платформой. Сигнал с датчика поступает в систему обратной связи (СОС), где он усиливается и в противофазе подается на пьезоэлектрические опоры, которые, смещаясь в противоположную сторону, гасят ускорение, испытываемое платформой. Это так называемое пропорциональное регулирование.

#### **8.1.4.2. Защита от акустических шумов**

Еще одним источником вибраций элементов конструкции зондовых микроскопов являются акустические шумы различной природы. Особенностью акустических помех является то, что акустические волны непосредственно воздействуют на элементы конструкции головок СЗМ, что приводит к колебаниям зонда относительно поверхности исследуемого образца.

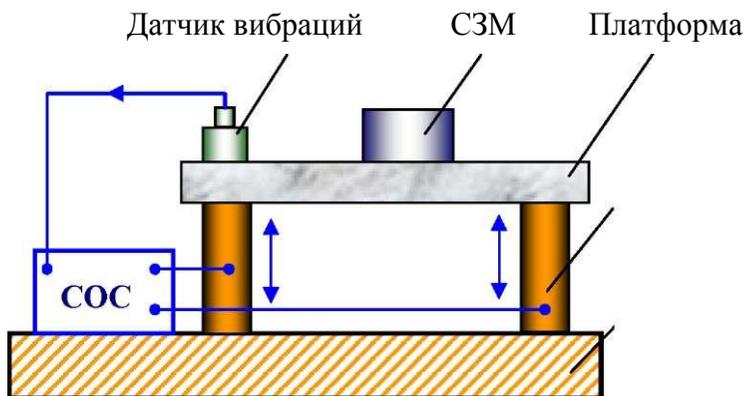


Рис. 8.14. Схема активной виброизолирующей системы

Для защиты СЗМ от акустических помех применяются различные защитные колпаки, позволяющие существенно снизить уровень акустической помехи в области рабочего промежутка микроскопа. Наиболее эффективной защитой от акустических помех является размещение измерительной головки зондового микроскопа в вакуумной камере.

#### 8.1.4.3. Стабилизация термодрейфа положения зонда над поверхностью

Одной из важных проблем СЗМ является задача стабилизации положения зонда над поверхностью исследуемого образца. Главным источником нестабильности положения зонда является изменение температуры окружающей среды или разогрев элементов конструкции зондового микроскопа во время его работы.

Для компенсации термодрейфа в конструкцию измерительных головок СЗМ вводят компенсирующие элементы, имеющие различные коэффициенты расширения, так, чтобы выполнялось условие равенства нулю суммы температурных расширений в различных плечах конструкции. Наиболее про-

стым способом уменьшения термодрейфа положения зонда по оси  $Z$  является введение в конструкцию СЗМ компенсирующих элементов из того же материала и с теми же характерными размерами, что и основные элементы конструкции. При изменении температуры такой конструкции смещение зонда в направлении  $Z$  будет минимальным. Для стабилизации положения зонда в плоскости  $X, Y$  измерительные головки микроскопов изготавливаются в виде аксиально-симметричных конструкций.

## 8.2. Методы сканирующей зондовой микроскопии

### 8.2.1. Сканирующая туннельная микроскопия

Исторически первым в семействе зондовых микроскопов появился сканирующий туннельный микроскоп. Принцип работы СТМ основан на явлении туннелирования электронов через узкий потенциальный барьер между металлическим зондом и проводящим образцом во внешнем электрическом поле.

Туннельный эффект связан с принципом неопределенности, который говорит о том, что у микрочастиц нет точных размеров или, говоря другими словами, нет определенной границы. Например, для атома, размеры которого определяются электронным облаком, не существует такой точной границы, чтобы можно сказать, что все электроны находятся внутри, а снаружи их нет. Но все же вблизи ядра заставить электроны можно почти наверняка, а при удалении от ядра эта вероятность быстро падает примерно по закону

$$W \propto \exp\left(-\frac{2r\sqrt{2mV}}{\eta}\right), \quad (8.5)$$

где  $r$  – расстояние от ядра,  $m = 9,108 \cdot 10^{-30}$  кг – масса электрона,  $V$  – энергия его связи, обычно равная нескольким электрон-

Вольт ( $1 \text{ эВ} = 1.6 \cdot 10^{-19} \text{ Дж}$ ),  $\eta = 1,05 \cdot 10^{-34} \text{ Дж}\cdot\text{с}$  – постоянная Планка.

Распределение электронов простирается не слишком далеко – при  $V = 10 \text{ эВ}$  плотность электронов падает в 10 раз при удалении от центра на  $1 \text{ \AA}$  ( $1 \cdot 10^{-8} \text{ см}$ ). Фактически электрон сам по себе от атома никуда не уходит. Но если атом поместить в электрическое поле  $E$ , то электрон может уйти от атома. Каким должно быть это поле нетрудно оценить. К энергии электрона при изменении его положения вдоль поля (координата  $x$ ) добавляется величина  $eEx$ . Поэтому, если электрон окажется на расстоянии от ядра больше, чем

$$x_0 \approx V/eE, \quad (8.6)$$

то ему энергетически выгодно оторваться от атома, т.е. произойдет туннелирование через потенциальный барьер. Для реализации этого события необходимо, чтобы значение  $x_0$  было не очень велико. Характерный размер связан с показателем экспоненты в формуле (8.5) в виде

$$\frac{x_0(2mV)^{1/2}}{\eta} \approx 1. \quad (8.7)$$

Откуда  $x_0 \approx \frac{\eta}{(2mV)^{1/2}}$ .

Таким образом, туннелирование должно происходить в поле, напряженность которого  $E \approx \frac{V}{ex_0} \approx \frac{(2mV^3)^{1/2}}{e\eta}$  и имеет громадную величину  $\approx 10^8 - 10^9 \text{ В/см}$ . Такие электрические поля можно создать в системе из двух электродов, один из которых – острая игла с радиусом закругления  $r$ . Если между этими электродами приложить напряжение  $u$ ,  $E \approx u/r$ , так что при  $r = 10^{-5} \text{ см}$ , необходимое поле для туннелирования может быть получено при  $u = 10^3 \text{ В}$ .

Экспоненциальная зависимость туннельного тока от расстояния позволяет осуществлять регулирование расстояния между зондом и образцом в туннельном микроскопе с высокой точностью. СТМ представляет собой электромеханическую систему с отрицательной обратной связью. Система обратной связи поддерживает величину туннельного тока между зондом и образцом на заданном уровне ( $I_0$ ), выбираемом оператором. Контроль величины туннельного тока, а следовательно, и расстояния зонд-поверхность осуществляется посредством перемещения зонда вдоль оси  $Z$  с помощью пьезоэлектрического элемента.

Изображение рельефа поверхности в СТМ формируется двумя методами. По методу постоянного туннельного тока (рис. 8.15 (а)) зонд перемещается вдоль поверхности, осуществляя растровое сканирование; при этом изменение напряжения на  $Z$  - электроде пьезоэлемента в цепи обратной связи (с большой точностью повторяющее рельеф поверхности образца) записывается в память компьютера в виде функции  $Z = f(x, y)$ , а затем воспроизводится средствами компьютерной графики.

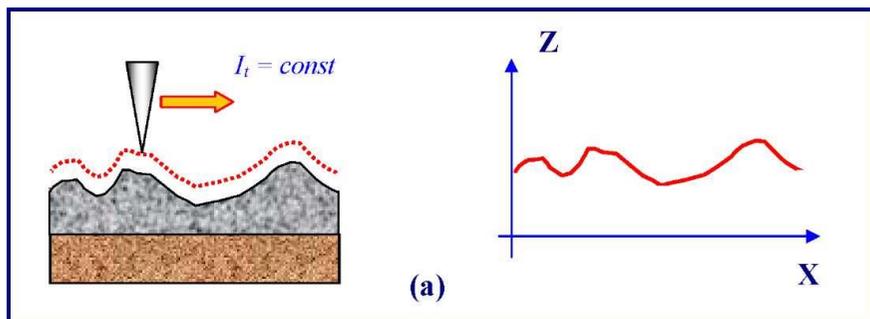


Рис. 8.15. Формирование СТМ изображений поверхности по методу постоянного туннельного тока

При исследовании атомарно гладких поверхностей часто более эффективным оказывается получение СТМ

изображения поверхности по методу постоянной высоты  $Z = const$ . В этом случае зонд перемещается над поверхностью на расстоянии нескольких ангстрем, при этом изменения туннельного тока регистрируются в качестве СТМ изображения поверхности (рис. 8.16). Сканирование производится либо при отключенной ОС, либо со скоростями, превышающими скорость реакции ОС, так что ОС отрабатывает только плавные изменения рельефа поверхности. В данном способе реализуются очень высокие скорости сканирования и высокая частота получения СТМ изображений, что позволяет вести наблюдение за изменениями, происходящими на поверхности, практически в реальном времени.

Высокое пространственное разрешение СТМ определяется экспоненциальной зависимостью туннельного тока от расстояния до поверхности. Разрешение в направлении по нормали к поверхности достигает долей ангстрема. Латеральное же разрешение зависит от качества зонда и определяется, в основном, не макроскопическим радиусом кривизны кончика острия, а его атомарной структурой. При правильной подготовке зонда на его кончике с большой вероятностью находится либо одиночный выступающий атом, либо небольшой кластер атомов, который локализует его на размерах, много меньших, чем характерный радиус кривизны острия. Действительно, туннельный ток протекает между поверхностными атомами образца и атомами зонда. Атом, выступающий над поверхностью зонда, находится ближе к поверхности на расстояние, равное величине периода кристаллической решетки. Поскольку зависимость туннельного тока от расстояния экспоненциальная, то ток в этом случае течет, в основном, между поверхностью образца и выступающим атомом на кончике зонда.

С помощью таких зондов удается получать пространственное разрешение вплоть до атомарного, что

продемонстрировано многими исследовательскими группами на образцах из различных материалов.

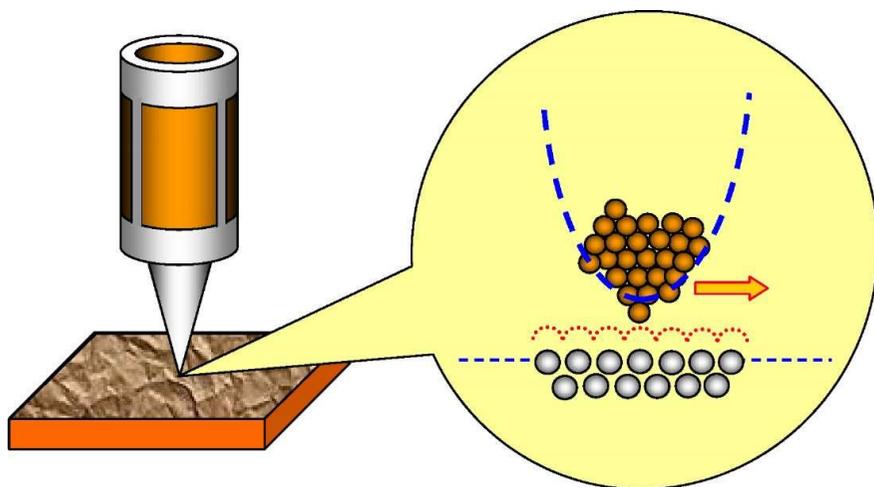


Рис. 8.16. Формирование СТМ изображений поверхности по методу постоянного среднего расстояния и реализации атомарного разрешения

В сканирующих туннельных микроскопах используются зонды нескольких типов. В первое время широкое распространение получили зонды, приготовленные из вольфрамовой проволоки методом электрохимического травления. Данная технология была хорошо известна и использовалась для приготовления эмиттеров для автоионных микроскопов. Процесс приготовления СТМ зондов по данной технологии выглядит следующим образом. Заготовка из вольфрамовой проволоки укрепляется так, чтобы один из ее концов проходил сквозь проводящую диафрагму (Д) и погружался в водный раствор щелочи КОН. Контакт между диафрагмой и вольфрамовой проволокой осуществляется посредством капли КОН, расположенной в отверстии диафрагмы.

При пропускании электрического тока между диафрагмой и электродом, расположенным в растворе КОН, происходит перетравливание заготовки. По мере травления толщина перетравливаемой области становится настолько малой, что происходит разрыв заготовки за счет веса нижней части. При этом, нижняя часть падает, что автоматически разрывает электрическую цепь и останавливает процесс травления.

Другая широко применяемая методика приготовления СТМ зондов - перерезание тонкой проволоки из  $PtIr$  сплава с помощью обыкновенных ножниц. Перерезание производится под углом порядка 45 градусов с одновременным натяжением  $P$  проволоки на разрыв (рис. 8.17). Процесс формирования острия в этом случае отчасти сходен с процессом изготовления острия из вольфрама. При перерезании происходит пластическая деформация проволоки в месте резки и обрыв ее под действием растягивающего усилия  $P$ . В результате в месте разреза формируется вытянутое острие с неровным (рваным) краем с многочисленными выступами, один из которых и оказывается рабочим элементом СТМ зонда.

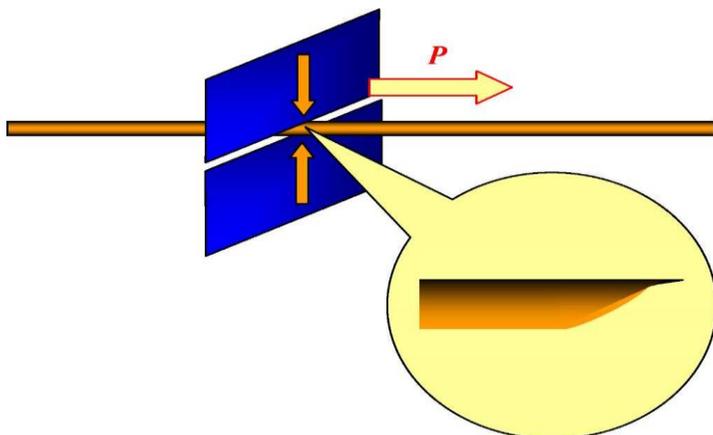


Рис. 8.17. Схематичное изображение процесса формирования СТМ острия при перерезании проволоки из  $PtIr$  сплава

Данная технология изготовления СТМ зондов применяется сейчас практически во всех лабораториях и почти всегда обеспечивает гарантированное атомарное разрешение при СТМ исследованиях поверхности.

### 8.2.2. Атомно-силовая микроскопия

Атомно-силовой микроскоп (АСМ) был изобретён в 1986 году Гердом Биннигом, Кэлвином Куэйтом и Кристофером Гербером. В основе работы АСМ лежит силовое взаимодействие между зондом и поверхностью, для регистрации которого используются специальные зондовые датчики, представляющие собой упругую консоль с острым зондом на конце (рис. 8.18). Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Регистрируя величину изгиба, можно контролировать силу взаимодействия зонда с поверхностью. Потенциал Леннарда-Джонса позволяет оценить силу взаимодействия зонда с образцом (рис. 8.18). Общую энергию системы можно получить, суммируя элементарные взаимодействия для каждого из атомов зонда и образца.

Получение АСМ изображений рельефа поверхности связано с регистрацией малых изгибов упругой консоли зондового датчика. В атомно-силовой микроскопии для этой цели широко используются оптические методы (рис. 8.19).

Оптическая система АСМ юстируется таким образом, чтобы излучение полупроводникового лазера фокусировалось на консоли зондового датчика, а отраженный пучок попадал в центр фоточувствительной области фотоприемника. В качестве позиционно – чувствительных фотоприемников применяются четырехсекционные полупроводниковые фотодиоды.

При сканировании образца в режиме  $AZ = const$  зонд перемещается вдоль поверхности, при этом напряжение на Z-электроде сканера записывается в память компьютера в качестве рельефа поверхности  $Z = f(x,y)$ . Пространственное

разрешение АСМ определяется радиусом закругления зонда и чувствительностью системы, регистрирующей отклонения консо- ли. В настоящее время реализованы конструкции АСМ, позволяющие получать атомарное разрешение при исследовании поверхности образцов.

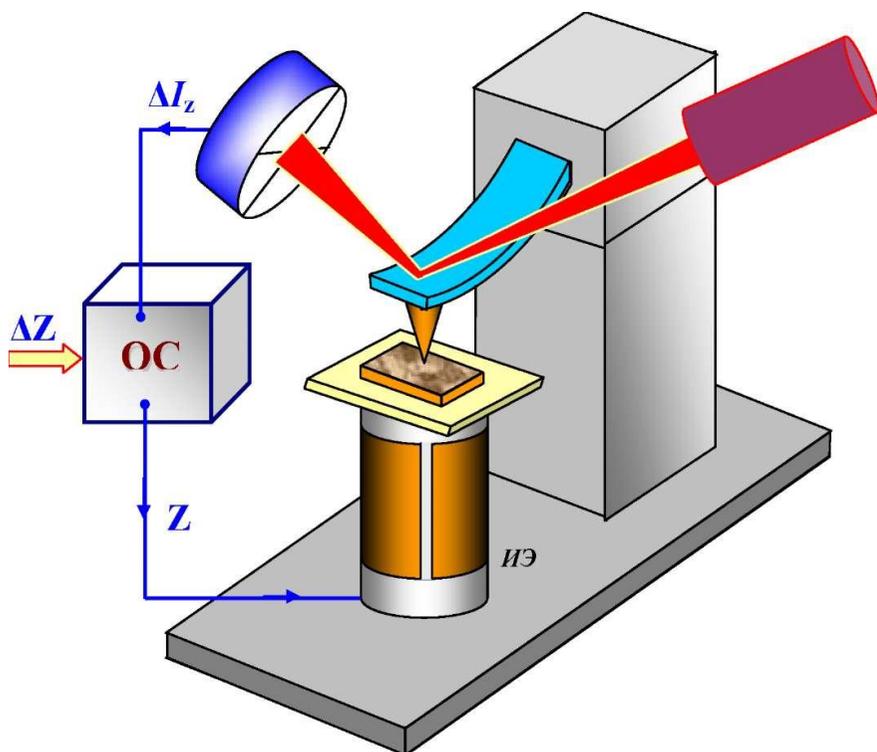


Рис. 8.18. Принцип работы атомно-силового микроскопа

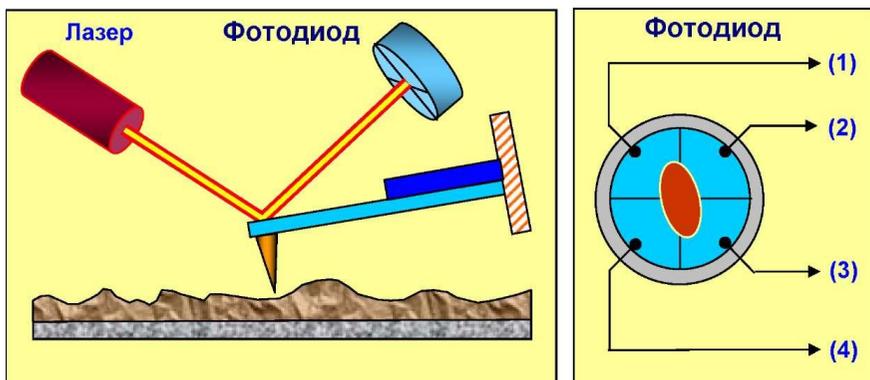


Рис. 8.19. Схема оптической регистрации изгиба консоли зондового датчика АСМ

Зондирование поверхности в атомно-силовом микроскопе производится с помощью специальных зондовых датчиков, представляющих собой упругую консоль - кантилевер (cantilever) с острым зондом на конце. Датчики изготавливаются методами фотолитографии и травления из кремниевых пластин. Упругие консоли формируются, в основном, из тонких слоев легированного кремния,  $\text{SiO}_2$  или  $\text{Si}_3\text{N}_4$ .

Один конец кантилевера жестко закреплен на кремниевом основании - держателе. На другом конце консоли располагается собственно зонд в виде острой иглы. Радиус закругления современных АСМ зондов составляет 1 - 50 нм в зависимости от типа зондов и технологии их изготовления. Угол при вершине зонда -  $10 - 20^\circ$ . Силу взаимодействия зонда с поверхностью  $F$  можно оценить следующим образом:

$$F = k \cdot \Delta Z, \quad (8.8)$$

где  $k$  - жесткость кантилевера;  $\Delta Z$  - величина, характеризующая его изгиб.

Коэффициенты жесткости кантилеверов  $k$  варьируются в диапазоне  $10^{-3}$  -  $10$  Н/м в зависимости от используемых при их изготовлении материалов и геометрических размеров. При работе зондовых АСМ датчиков в колебательных режимах важны резонансные свойства кантилеверов.

В атомно-силовой микроскопии применяются, в основном, зондовые датчики двух типов - с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения и с треугольным кантилевером, образованным двумя балками. Общий вид зондового датчика с кантилевером в виде балки прямоугольного сечения представлен на рис. 8.20. Иногда зондовые датчики АСМ имеют несколько кантилеверов различной длины (а значит, и различной жесткости) на одном основании. В этом случае выбор рабочей консоли осуществляется соответствующей юстировкой оптической системы атомно-силового микроскопа.

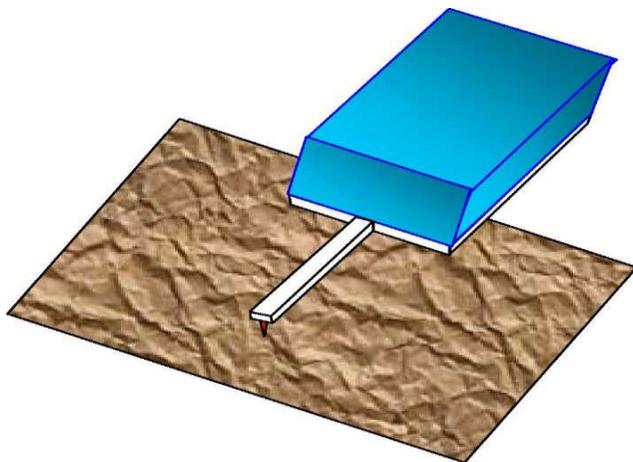


Рис. 8.20. Общий вид зондового АСМ датчика с одиночной консолью прямоугольного сечения

Зондовые датчики с треугольным кантилевером имеют при тех же размерах большую жесткость и, следовательно, более высокие резонансные частоты. Чаще всего они применяются в колебательных АСМ методиках.

Изготовление зондовых датчиков для АСМ представляет собой достаточно сложный технологический процесс, включающий в себя операции фотолитографии, ионной имплантации, химического и плазменного травления. Основные этапы одной из возможных технологий изготовления зондовых датчиков представлены на рис. 8.21.

Для изготовления зондовых датчиков используются пластины кристаллического кремния ориентации (110). На поверхность пластины осаждается тонкий слой фоторезиста (рис. 8.21, этап 2). Затем фоторезист экспонируется через фотошаблон, и часть фоторезиста удаляется посредством химического травления. Далее проводится имплантация ионов бора, так что ионы проникают на глубину порядка 10 мкм в область кремния, не защищенную фоторезистом (этап 3). После этого фоторезист смывается в специальном травителе, и затем проводится термический отжиг пластины, в результате которого атомы бора встраиваются в кристаллическую решетку кремния. Кремний, легированный бором, образует так называемый стоп-слой, который останавливает процесс травления для некоторых селективных травителей. Затем на обратной стороне пластины вновь проводится фотолитография, в результате которой формируется слой фоторезиста точно над областью, имплантированной бором. После этого пластина покрывается тонким слоем  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (этап 4). Затем проводится селективное травление фоторезиста, причем в процессе растворения фоторезист набухает и срывает расположенную непосредственно над ним тонкую пленку  $\text{Si}_3\text{N}_4$  (этап 5). Пластина кремния протравливается насквозь до стоп-слоя с помощью селективного травителя, который взаимодействует с кремнием и не взаимодействует с легированным кремнием и слоем  $\text{Si}_3\text{N}_4$ , (этап 6).

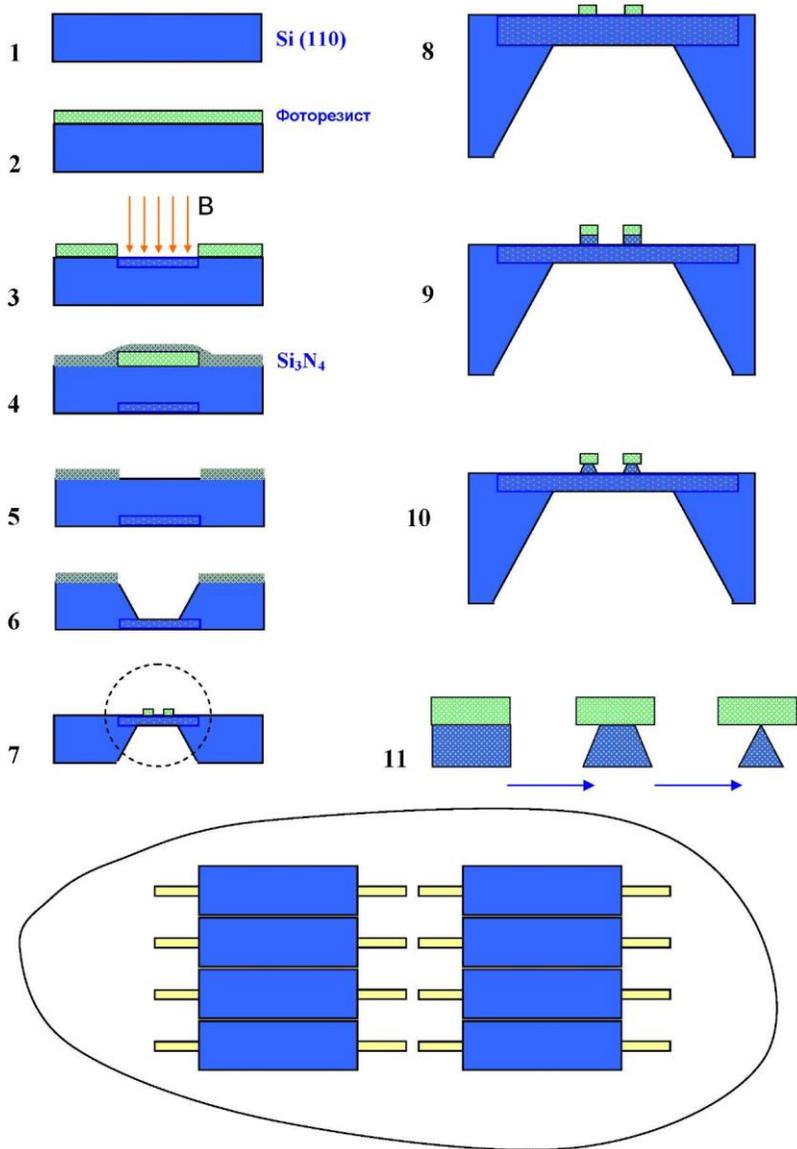


Рис. 8.21. Основные этапы процесса изготовления зондовых датчиков

После этого  $\text{Si}_3\text{N}_4$  смывается, и на обратной стороне пластины в легированной области методом фотолитографии формируются островки из фоторезиста (этап 7,8). Затем проводится травление кремния, в результате которого получаются столбики кремния под островками фоторезиста (этап 9). Далее с помощью плазменного травления из столбиков кремния формируются иглы (этап 10,11). Для улучшения отражательных свойств кантилеверы с обратной стороны (по отношению к острию) покрываются тонким слоем металла (Al, Au) методом вакуумного осаждения. В результате данных технологических операций изготавливается целый набор зондовых датчиков на одной кремниевой пластине. Для проведения электрических измерений на зонд наносятся проводящие покрытия из различных материалов (Au, Pt, Cr, W, Mo, Ti,  $\text{W}_2\text{C}$  и др.). В магнитных АСМ датчиках зонды покрываются тонкими слоями ферромагнитных материалов, таких как Co, Fe, CoCr, FeCr, CoPt и др.

### 8.2.3. Электросиловая микроскопия

В электросиловой микроскопии для получения информации о свойствах поверхности используется электрическое взаимодействие между зондом и образцом. Рассмотрим систему, состоящую из зондового датчика, у которого зонд имеет проводящее покрытие, и образца, представляющего собой тонкий слой материала на хорошо проводящей подложке.

Пусть между зондом и образцом подано постоянное напряжение  $U_0$  и переменное напряжение  $U_{\sim} = U_i \sin(mt)$ . Если тонкий слой на подложке представляет собой полупроводник или диэлектрик, то он может содержать поверхностный заряд, так что на поверхности образца существует распределение потенциала  $\phi(x, y)$  (рис.8.22).

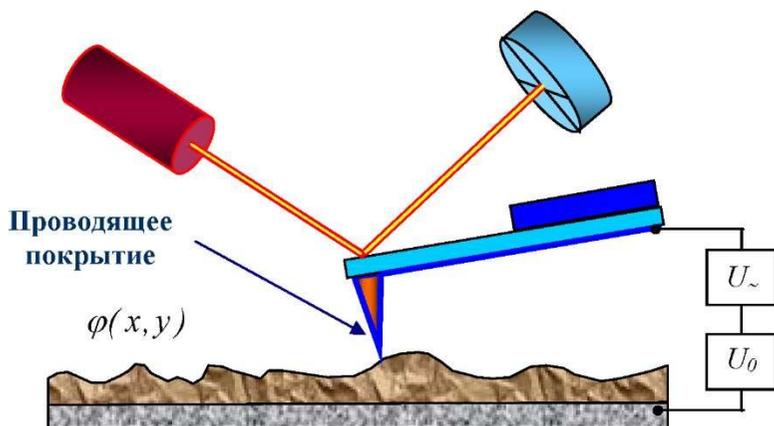


Рис. 8.22. Схема измерения электрического взаимодействия зонда с образцом

Система зонд - образец обладает некоторой электрической емкостью  $C$ , так что детектирование амплитуды колебаний кантилевера на частоте  $2\omega$  позволяет исследовать распределение вдоль поверхности величины  $C_z(x, y)$  - производной от емкости по координате  $z$  (так называемая емкостная микроскопия). С помощью этого метода можно изучать локальные диэлектрические свойства приповерхностных слоев образцов. Для получения высокого разрешения в данной методике необходимо, чтобы электрическая сила в системе зондовый датчик - образец определялась, в основном, взаимодействием между зондом и поверхностью.

На первом проходе с помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте, близкой к резонансной частоте  $\omega_0$ , и снимается АСМ изображение рельефа в "полуконтактном" режиме. Затем зондовый датчик отводится от поверхности на расстояние  $z_0$ , между зондом и образцом подается переменное (на частоте  $\omega = \omega_0$ ) напряжение, и осуществляется повторное сканирование (рис. 8.23). На втором проходе датчик движется над поверхностью

по траектории, повторяющей рельеф образца. Поскольку в процессе сканирования локальное расстояние между зондовым датчиком и поверхностью в каждой точке постоянно, изменения амплитуды колебаний кантилевера на частоте  $2\omega$  будут связаны с изменением емкости системы зонд-образец вследствие изменения диэлектрических свойств образца.

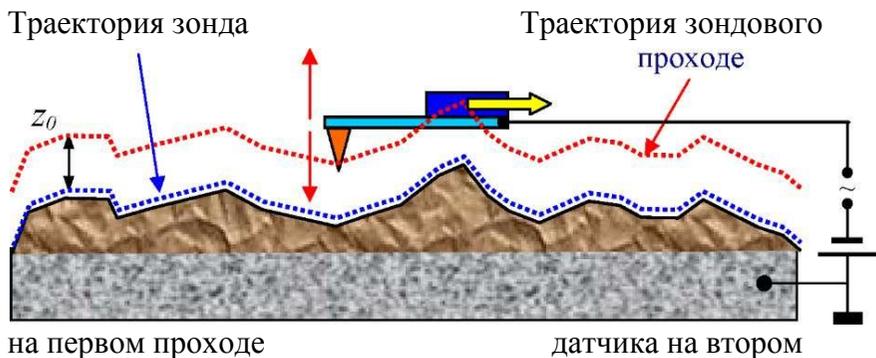


Рис. 8.23. Двухпроходная методика ЭСМ

Таким образом, итоговый ЭСМ кадр представляет собой двумерную функцию  $C_z(x, y)$ , характеризующую локальные диэлектрические свойства образца.

Детектирование сигнала на частоте  $\omega$  позволяет изучать распределение поверхностного потенциала  $\varphi(x, y)$  (так называемый метод Кельвина). Для этого при сканировании образца на втором проходе в каждой точке производится следующая процедура. С помощью перестраиваемого источника постоянного напряжения подбирается величина  $U_0$  таким образом, чтобы амплитуда колебаний кантилевера на частоте  $\omega$  становилась равной нулю. Это происходит в том случае, если  $U_0 = \varphi(x, y)$  в данной точке поверхности. На рис. 8.24. в качестве примера приведены АСМ изображение рельефа поверхности и распределение поверхностного

потенциала для композитной пленки, содержащей азобензол. На изображении поверхностного потенциала выделяются молекулы азобензола, имеющие сильный дипольный момент.

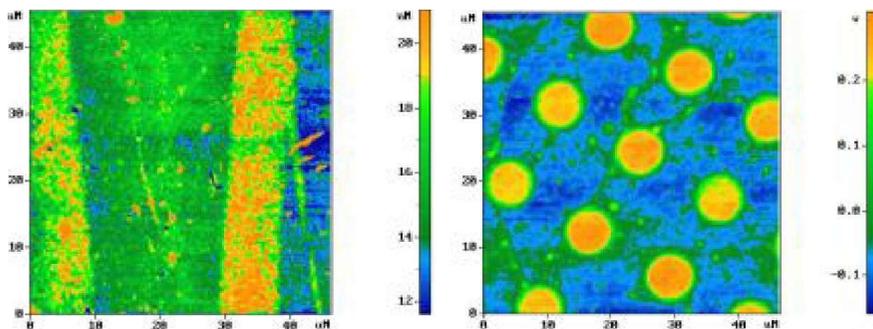


Рис. 8.24. Рельеф поверхности (а) и распределение поверхностного потенциала (б) пленки азобензола

#### 8.2.4. Магнитно-силовая микроскопия

Магнитно-силовой микроскоп (МСМ) был изобретен И.Мартинотом и К.Викрамасингхом в 1987 г. для исследования локальных магнитных свойств образцов. Данный прибор представляет собой атомно-силовой микроскоп, у которого зонд покрыт слоем ферромагнитного материала с удельной намагниченностью  $M(r)$  (рис. 8.25).

В общем случае описание взаимодействия зонда МСМ с полем образца  $H(r)$  представляет собой достаточно сложную задачу. В качестве простейшей модели рассмотрим МСМ зонд в виде одиночного магнитного диполя, характеризующегося магнитным моментом  $m$ .

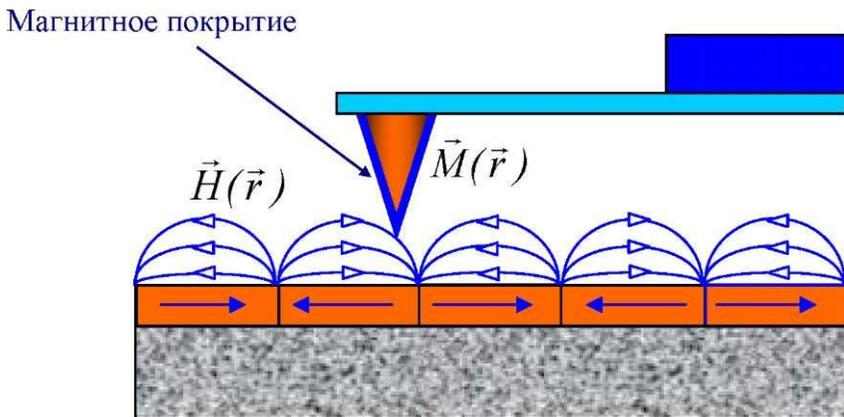


Рис. 8.25. Зонд МСМ в магнитном поле образца

В однородном магнитном поле сила  $f = 0$ , так что на диполь действует лишь момент сил, который разворачивает магнитный момент  $m$  вдоль поля. В неоднородном поле диполь втягивается в область с большей напряженностью  $H$ .

В общем случае магнитный момент зонда МСМ можно представить как суперпозицию диполей вида

$$M(r) dV, \quad (8.9)$$

где  $M$  - удельная намагниченность магнитного покрытия,  $dV$  - элементарный объем.

Для получения МСМ изображений образцов применяются **квазистатические и колебательные методики**.

В **первом** случае МСМ изображение поверхности образцов, имеющих слабо развитый рельеф поверхности, получают следующим образом. Во время сканирования зондовый датчик перемещается над образцом на некотором расстоянии  $h = const$ . При этом величина изгиба кантилевера,

регистрируемая оптической системой, записывается в виде МСМ изображения  $F(x, y)$ , представляющего собой распределение силы магнитного взаимодействия зонда с образцом.

Для МСМ исследований магнитных образцов с сильно развитым рельефом поверхности применяется двухпроходная методика. В каждой строке сканирования производится следующая процедура. На первом проходе снимается АСМ изображение рельефа в контактном или "полуконтактном" режиме. Затем зондовый датчик отводится от поверхности на расстояние  $z_0$ , и осуществляется повторное сканирование (рис. 8.28). Расстояние  $z_0$  выбирается таким образом, чтобы сила Ван-дер-Ваальса была меньше силы магнитного взаимодействия.

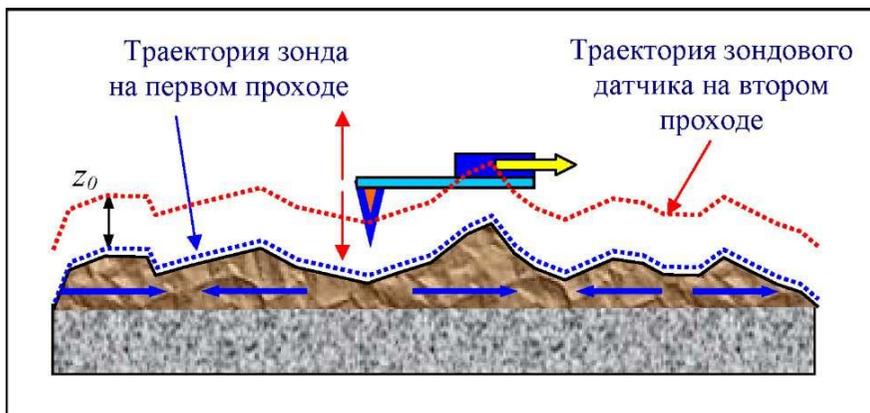


Рис. 8.26. Двухпроходная методика получения МСМ изображения

На втором проходе датчик перемещается над поверхностью по траектории, повторяющей рельеф образца. Поскольку в этом случае локальное расстояние между

зондовым датчиком и поверхностью в каждой точке постоянно, изменения изгиба кантилевера в процессе сканирования связаны с неоднородностью магнитных сил, действующих на зонд со стороны образца. Таким образом, итоговый МСМ кадр представляет собой двумерную функцию  $F(x, y)$ , характеризующую распределение силы магнитного взаимодействия зонда с образцом.

Применение **колебательных методик** в магнитно-силовой микроскопии позволяет реализовать большую (по сравнению с квазистатическими методиками) чувствительность и получать более качественные МСМ изображения образцов. Наличие градиента силы приводит к изменению резонансной частоты, а следовательно, к сдвигу АЧХ и ФЧХ системы зонд-образец. Данные изменения резонансных свойств системы используются для получения информации о неоднородном распределении намагниченности на поверхности образцов. В случае магнитного взаимодействия зонда с поверхностью сдвиг резонансной частоты колеблющегося кантилевера будет определяться производной по координате  $z$  от величины  $F_z$ .

Для получения МСМ изображения поверхности также используется двухпроходная методика. С помощью пьезовибратора возбуждаются колебания кантилевера на частоте  $\omega$  вблизи резонанса. На первом проходе в "полуcontactном" режиме записывается рельеф поверхности. На втором проходе зондовый датчик движется над образцом по траектории, соответствующей рельефу, так, что расстояние между ним и поверхностью в каждой точке равно величине  $z_0 = const$ , определяемой оператором. МСМ изображение формируется посредством регистрации изменений амплитуды или фазы колебаний кантилевера.

### 8.3. Применение метода сканирующего туннельного микроскопа

#### 8.3.1. Атомное разрешение графита

Пиролитический ориентированный графит послужил объектом многочисленных СТМ исследований. Из графита легко изготавливаются образцы с атомно гладкой поверхностью. Кристаллический графит расщепляется по базисной плоскости, на поверхности которой обнаружена картина с атомным разрешением не только в вакууме, но и в обычных атмосферных условиях и даже в дистиллированной воде.

На изображениях плоскости (0001) поверхности графита проявляется ряд необычных свойств. Во-первых, структура изображения – центрированные правильные шестиугольники – по трансляционной симметрии не соответствуют структуре «пчелиных сот», которой обладает каждая отдельная атомная плоскость графита (у шестиугольников нет центрального атома). Период и симметрия наблюдаемой картины отвечают тому обстоятельству, что из каждых двух физически не эквивалентных атомов А и В только один проявляется в изображении. Такая картина могла быть в принципе получена, если бы в центре каждого шестиугольника («сота») размещался крупный адсорбированный атом. На самом деле эксперимент, проведенный в высоком вакууме, показал, что на плоскости (0001) графита никаких адсорбированных атомов нет.

Различие между атомами А и В, лежащими в крайней атомной плоскости, состоит в том, что под атомом А в соседней плоскости есть атом углерода, а под атомом В – нет (см. рис. 8.27). В результате можно ожидать, что электронная плотность, будучи приближением симметричного распределения вблизи атомов В, окажется сосредоточена в основном в пространстве между слоями для атомов А. Расчеты показали, что полная электронная плотность  $\rho(X, Y)$  почти одинакова для точек А и В, однако плотности на уровне Ферми  $\rho(E_F, X, Y)$  для этих позиций сильно различаются. Со стороны вакуума

поверхности постоянной электронной плотности ( $\rho(X, Y, Z) = \text{const}$ ) являются почти плоскими: характерные вариации координаты  $Z$  по расчету составляют  $\sim 0,2 \text{ \AA}$ , что на порядок меньше наблюдаемых. В то же время для поверхностей  $\rho(E_F, X, Y, Z) = \text{const}$  вариации  $Z$  превышают  $1 \text{ \AA}$ . Поэтому можно утверждать, что наблюдаемая в эксперименте картина есть прямое доказательство того, что туннельный ток определяется плотностью состояний на уровне Ферми.

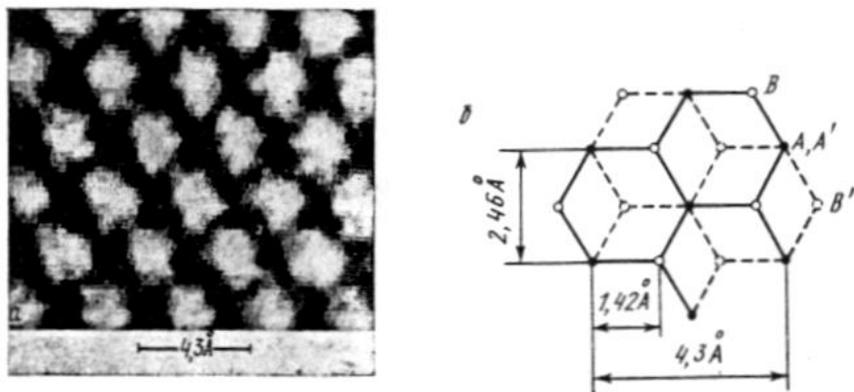


Рис. 8.27. Применение СТМ при изучении графита:  
 а – СТМ – изображение (0001) поверхности монокристаллического графита. Перепад уровней от темного (впадины) до светлого (выступы)  $\sim 2 \text{ \AA}$ ;  
 б – схема наложенных друг на друга гексагональных секторов графита, показывающих, что под поверхностными атомами А есть атомы  $A^1$ , а под атомами В их нет

Другое необычное обстоятельство: измеренная по перемещению остря модуляция рельефа очень велика. Как правило, она составляет  $2 \div 4 \text{ \AA}$  и в зависимости от условий эксперимента может достигать  $8-10 \text{ \AA}$ . Последняя величина значительно превышает межплоскостное расстояние в графите ( $3.4 \text{ \AA}$ ) и, следовательно, не отвечает реальной модуляции  $Z$  - координата-

ты поверхности  $\rho(E_F, X, Y, Z) = \text{const}$ . Было сделано предположение, что эффект обусловлен силами Ван-дер-Ваальса, действующими между острием и образцом. При перемещении острия по контуру  $\rho(E_F, X, Y, Z) = \text{const}$ , чему отвечает постоянная тока, вследствие изменения координаты  $Z$ , кончик острия попадает в области с различными значениями  $\rho(Z)$ , и сила, действующая на образец, изменяется. Вместе с ней изменяется макроскопическая деформация образца – поверхность «уходит» от острия или «приближается» к нему. Чтобы обеспечить необходимый зазор, острию приходится перемещаться на большие расстояния (по оси  $Z$ ). Расчеты показали, что рост амплитуды осцилляции по оси  $Z$  до  $10 \text{ \AA}$  вполне объясним взаимодействием сил Ван-дер-Ваальсовского типа с силой  $\sim 10^{-9} \text{ Н}$ , что близко к значениям, полученным из эксперимента ( $10^{-8} - 10^{-9} \text{ Н}$ ). Осмысление этих фактов привело к созданию сканирующего микроскопа на атомных силах (СМАС), пригодного, как мы видели выше, для изучения непроводящих твердых тел.

### 8.3.2. Нанометрия с помощью СТМ

Исследование поверхности с нанометровым разрешением необходимо при решении многих научных и технических задач. Это, прежде всего, изучение морфологии тонких пленок и процессов их роста, определение шероховатости поверхности, которая оказывает очень большое влияние на физические свойства, например, рассеяние электронов проводимости, изучение процессов травления, диагностика многослойных структур, субмикронных элементов и т.д.

Приведем некоторые примеры.

Исследование пленок ниобия показало, что при их осаждении на подогретую до  $850 \text{ }^{\circ}\text{C}$  подложку, они получают более шероховатыми (средний квадрат отклонения от плоскости на площадке  $0,3 \times 0,3 \text{ мкм}^2$  равен  $2 \div 4 \text{ нм}$ ), чем при осажде-

нии при комнатной температуре (отклонение  $\sim 1$  нм на той же площадке).

Исследование шероховатости поверхности интересно с разных точек зрения. Например, влияние шероховатости на рассеяние электронов в МОП-структурах при низких температурах. Традиционно считалось, что основную роль играет рассеяние на шероховатостях атомного масштаба. Теория для этого случая предсказывала зависимость подвижности электронов  $\mu$  от концентрации электронов двумерного слоя  $n$  в виде  $\mu \sim n^{-2}$ . Однако в наиболее современных образцах МОП-структур Si была обнаружена зависимость  $\mu \sim n^{-1}$ . Поэтому была измерена шероховатость границы Si – SiO<sub>2</sub>, для чего на поверхности был удален затворный электрод (Al) и плавиковой кислотой стравлен слой SiO<sub>2</sub>. Вскрытая таким образом граница имела ярко выраженную шероховатость масштаба 30 -100 нм в плоскости образца. Поскольку длина волны де-Бройля электронов проводимости  $\lambda = 2\pi/k = (2\pi/n)^{1/2}$ , (где  $k$  – волновое число) имеет тот же масштаб, то можно ожидать, что именно такие крупномасштабные неровности играют доминирующую роль и обеспечивают выполнение зависимости  $\mu \sim n^{-1}$ .

Было исследовано влияние ионного травления на поверхности Si. Установлено, что среднеквадратичное отклонение от плоскости возрастает с 1,5 до 4 Å на площадке 30 x 30 нм<sup>2</sup>. С помощью СТМ было установлено, что для металлов существуют такие ориентации кристаллографических плоскостей, от которых электроны отражаются зеркально.

*СТМ – литография.* Большая часть попыток воздействия на поверхность образца при помощи СТМ была выполнена с мягкими металлами (золото, серебро). Процедура сводилась к тому, что осуществлялся механический контакт острия с поверхностью. Это достигалось увеличением тока при неизменном напряжении острие-поверхность. Острие как бы вдавливалось в образец. При этом удалось создать впадины и выступы с характерным размером 5 – 10 нм в плоскости и

примерно 1 нм по высоте. Полученные образования были не стабильны во времени и залечивались в течение нескольких часов.

Похожие результаты получаются и в том случае, если при фиксированном туннельном токе  $\sim 1$  нА увеличивается напряжение на туннельном контакте от долей до нескольких вольт. По-видимому, в этом случае достигаются условия для пластического течения материала образца под действием электростатического механического напряжения  $E^2/4\pi$ , достигающего по оценкам  $\sim 10^{-10}$  дин/см<sup>2</sup>.

Аналогичным образом на поверхности германия удалось создать выступы высотой  $\sim 1$  Å и диаметром 8 Å. Размеры этих областей сравнимы с радиусом экранирования заряженной примеси, так что не исключено в этом случае осуществление переноса единственного атома с острия на поверхность.

Бугорки и линии с характерными размерами порядка 2 - 30 нм на поверхности металлического стекла  $Rh_{25}Zr_{75}$  были получены при туннельном токе 300 нА и напряжении на острие - образец 2 В. Авторы, получившие эти результаты, считают, что образование бугорков связано с выделением тепла в области острия, плавлением сплава и последующего вытягивания его в конус под действием электрического поля. Однако оценки показывают, что температура в области бугорков должна увеличиваться не более чем на 10 К, т.е. это ничтожно малая величина по сравнению с температурой плавления этого сплава ( $T_s$  более 2000 К). Возможно, что при этом происходит течение материала под воздействием электростатических сил. Впрочем, при токе 300 нА происходит переход от туннельного контакта к обычному механическому.

СТМ может быть использована для изготовления рисунка путем механического удаления тонкого диэлектрического слоя (покрытия). Таким образом, были нарисованы линии шириной 0,36 мкм в слое  $CaF_2$  толщиной 20 нм, нанесенном на кремний.

Прорабатывается вопрос о сборке с помощью СТМ квантовых полупроводниковых точек-кластеров, содержащих 100 – 200 атомов, которые можно использовать для создания одноэлектронных транзисторов.

Известно также, что однослойные углеродные нанотрубки резко меняют свою проводимость, если в структуре гексагональной сетки графита, из которой «свернута» трубка, создать дефект пятиугольник-семиугольник, т.е. получить гетероструктуру. На сегодняшний день эту работу можно выполнить только с помощью СТМ. Удалить или вставить в структуру нужный атом можно только с помощью острия, используемого в СТМ.

### 8.3.3. Наблюдение адсорбированных атомов

СТМ дает возможность детально исследовать характер электронных свойств чистых поверхностей, изменение электронных свойств при адсорбции и катализе, а также позволяет определить характер этих приповерхностных химических реакций с выяснением роли электронов в образовании химических связей и формировании поверхностных структур.

#### Адсорбция кислорода на поверхности (110) GaAs

На поверхности (110) GaAs n-типа (легированного ионами Si до  $10^{18}$  см<sup>-3</sup>) располагался атом кислорода. Обнаружена сильная зависимость адсорбированного кислорода от напряжения  $V_s$ , приложенного к образцу и особенно знака  $V_s$ . При отрицательных напряжениях, приложенных к образцу, атомы кислорода видны в виде выступов, а при положительных – в виде провалов (см. рис. 8.28). Такое различие связано с тем, что туннельный ток при данном положении зондирующего острия туннельного микроскопа зависит как от рельефа поверхностей, так и от энергетической структуры локальной плотности состояний вдоль образца. Энергетическая зависимость локальной плотности состояний на поверхности исследуемого образца определяет, при каких напряжениях  $V_s$  появится изображение адсорбированных атомов тех или иных элементов.

Кислород имеет 2р-состояния, которые лежат ниже  $E_F$  для GaAs. В результате этого в полупроводниках n-типа адсорбированный атом кислорода имеет отрицательный заряд. Возникающий на поверхности отрицательный заряд приводит к изгибу зон вблизи поверхности и, непосредственно над уровнем Ферми появляется щель в спектре плотности состояний. Можно было думать о том, что поперечный размер области, в которой существует изгиб зон, весьма мал и составляет величину порядка электронного радиуса 2р-оболочки кислорода.

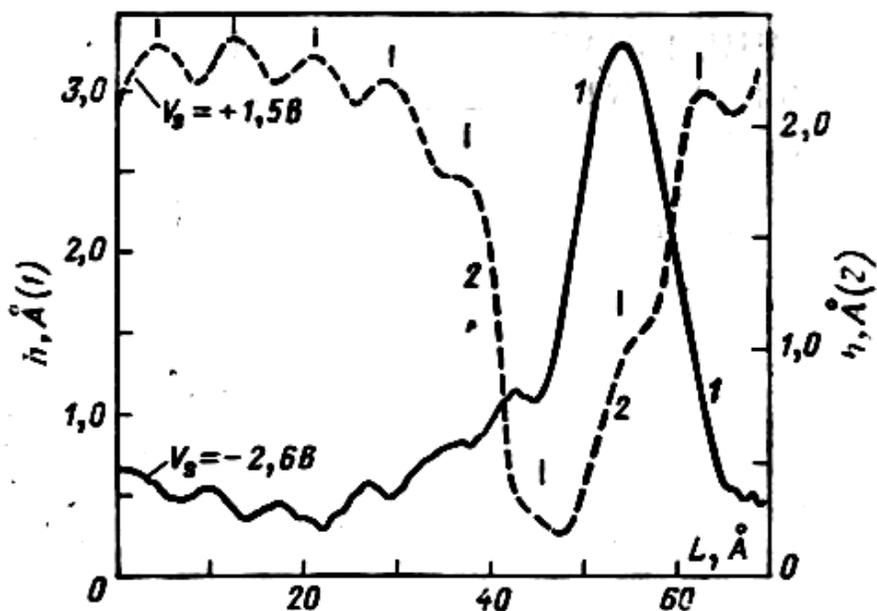


Рис. 8.28. СТМ изображение адсорбированного атома кислорода на поверхности GaAs n-типа, полученное при различных напряжениях на образце

На самом деле, область, где важен изгиб зон, определяется характерным радиусом действия потенциала, создаваемого отрицательным зарядом, сосредоточенным около адсорби-

рованного атома кислорода, т.е. длиной дебаевского экранирования:

$$L_D = \left[ \frac{2\pi e^2 n}{\epsilon kT} \cdot \frac{\Phi_{-\frac{1}{2}}(E_F/kT)}{\Phi_{\frac{1}{2}}(E_F/kT)} \right]^{-\frac{1}{2}}, \quad (8.10)$$

где  $\Phi_m(E_F/kT)$  – фермиевский интеграл порядка  $m$ . Отсюда для концентрации  $Si \sim 10^{18} \text{ см}^{-3}$   $L_D \sim 56 \text{ \AA}$ . Об этом свидетельствуют изображения атомов кислорода, полученные с помощью СТМ и имеющие характерный размер  $\sim 50 \text{ \AA}$ .

Иная ситуация, если мы имеем GaAs р-типа. В этом случае адсорбированный кислород электронейтрален, поэтому изгиб зон отсутствует. В этом случае адсорбированные атомы кислорода существуют в виде выступов. Поперечный размер атомов кислорода, равный  $5 - 10 \text{ \AA}$ , указывает на отсутствие дебаевского экранирования. Этот простой пример показывает, какую важную роль играет локальная плотность состояний при исследовании адсорбции методом СТМ.

### 8.3.4. Реконструируемые поверхности

Благодаря изобретению СТМ стало возможным изучать так называемую реконструируемую поверхность  $Si(111) - (7 \times 7)$ . Как эта поверхность образуется? После того, как кристалл  $Si$  выращен или разрезан, поверхностные атомы кремния перестраиваются (реконструируются) и их пространственное расположение отличается от того, которое они занимали в объеме кристалла. Реконструкция поверхности  $Si$  давно привлекала как теоретиков, так и экспериментаторов. Однако построенные теоретиками модели только недавно подтверждены экспериментально благодаря развитию метода СТМ.

Элементарная ячейка  $Si(111)-(7 \times 7)$  достаточно сложна и содержит 102 атома. Реконструируемая поверхность  $Si$  уст-

роена следующим образом. (На рис. 8.29 представлена модель, подтвержденная экспериментом).

На верхнем слое элементарной ячейки имеется 12 атомов, каждый из которых связан с тремя атомами первого поверхностного слоя (1x1), которые в свою очередь образуют связь с тремя атомами нижележащего димерного слоя. В результате атомы имеют одну «болтающуюся» связь (dangling bond), а непосредственно связанные с ним атомы поверхностного слоя не имеют «болтающихся» связей. «Болтающиеся» связи существуют также на 6 атомах первого поверхностного слоя (rest – атомы), не связанных непосредственно с атомами. В углах элементарной ячейки (7x7) отсутствуют атомы первого поверхностного слоя. При этом образуется ямка с «болтающейся» связью (одна на элементарную ячейку). Имеются также димерные цепи по бокам элементарной ячейки и вдоль малой диагонали. Таким образом, в каждой элементарной ячейке реконструированной поверхности Si (111)–(7x7) имеется 19 электронов, образующих «болтающиеся» связи, которые создаются 12 атомами, 6 rest-атомами и одной угловой ямкой. В результате экспериментов с помощью СТМ на поверхности Si (111)–(7x7) было показано, что различные атомы реконструированной поверхности не являются химически эквивалентными.

Изучение топографической структуры поверхности Si (111)–(7x7) после реакции с NH<sub>3</sub> показало, что химические связи в первую очередь образуются за счет «болтающихся» связей, а не за счет разрыва валентных связей Si – Si. Более реакционно способны rest-атомы. Непрореагировавших rest-атомов почти нет. Дело в том, что «болтающиеся» электроны на атомах значительно более локализованы, чем rest-атомы, вследствие сильного взаимодействия с атомами второго поверхностного слоя, лежащими непосредственно под атомами, поэтому реакционная способность их меньше.

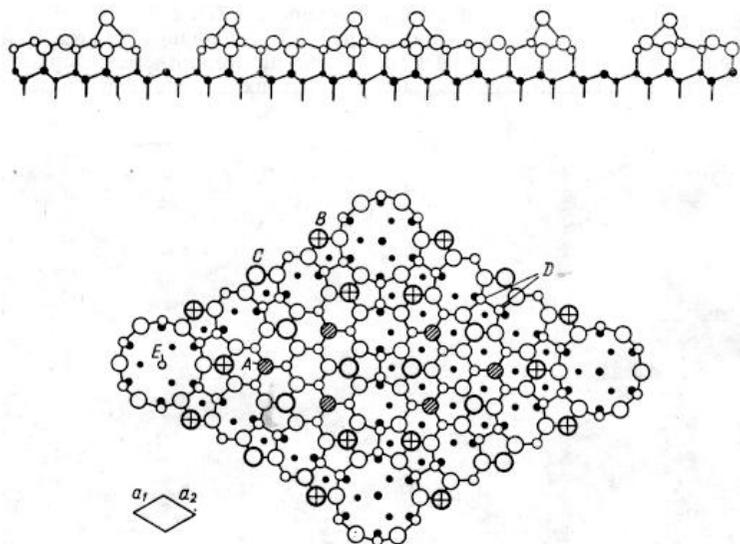


Рис. 8.29. Модель реконструируемой поверхности Si (111) – (7 x 7):  
 атомы В – (угловые) и С (центральные), А – rest-атомы, D – димеры, Е – угловая ямка

#### 8.4. Использование СМАС для изучения биологических структур

Основными преимуществами метода атомно-силовой микроскопии, используемого для изучения биологических структур, являются:

- 1) возможность изучения реальной поверхности клетки без применения специальных методов подготовки образцов (напыления металлов, приготовление реплик и пр.);
- 2) возможность проведения исследований живых бактерий на воздухе или в различных жидких средах;
- 3) высокое пространственное разрешение (доли нанометра в плоскости образца и сотые доли нанометра по нормали к образцу);

4) одновременное изучение с субнанометровым пространственным разрешением локальных свойств клеточной стенки, в том числе жесткости, пластичности и адгезивности.

В науке о биологических клетках – цитологии – ключевую роль играет прокариотическая микробная клетка – кишечная палочка или эшхерия (*Escherichia*). С помощью кишечной палочки изучены основные процессы, происходящие с клетками: рост, деление, деградация, бактериолиз и др.

Эшхерия или кишечная палочка – грамотрицательная микробная клетка семейства кишечных (рис. 8.30), имеет слегка вытянутую форму палочки с закругленными концами (0,4x0,8x1-3 мкм). В естественных условиях она подвижна, сбраживает глюкозу, лактозу и другие углеводы. Эшхерии – одни из наиболее типичных представителей микрофлоры кишечника млекопитающих. Культура эшхерии K12 используется в генной инженерии в качестве штаммов-носителей при передаче клонированных генов, контролирующих синтез интерферона, инсулина и ряда важных ферментов.

Для штамма K12 характерно наличие на поверхности бактериальной стенки длинных отростков-жгутиков. Жгутик представляет собой относительно жесткую спираль, состоящую только из белка – флагеллина. Кишечная палочка – подвижная бактерия, перемещение которой осуществляется с помощью жгутиков. Поверхность клеток имеет структурированную поверхность с периодом 50 нм и характерную для всех наблюдаемых штаммов.

На рис. 8. 31 представлено изображение стебелькового растения – обыкновенного укропа. Структурную основу стебелька составляют продольные и поперечные волокна. Продольные волокна имеют диаметр в несколько микрон. Атомно-силовой микроскоп позволил увидеть структуру поперечных микроволокон укропа – фибрил, диаметр которых составляет 10-30 нм. Снимок сделан на свежем срезе стебелька. Этот экспериментальный факт показывает неограниченные возможности атомно-силового микроскопа в изучении биологических

объектов в их активном состоянии в естественном окружении. Здесь мы видим только первые шаги, новые достижения еще впереди.

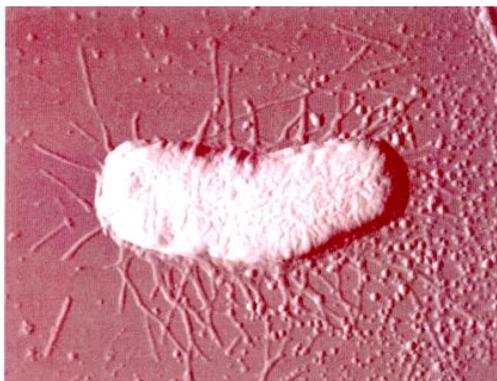


Рис. 8.31. Изображение одиночной бактерии кишечной палочки, осажденной на поверхность слюды. Размер изображения  $3 \times 2.5 \text{ мкм}^2$ . Изображение получено с помощью атомно-силового микроскопа в режиме постоянной силы

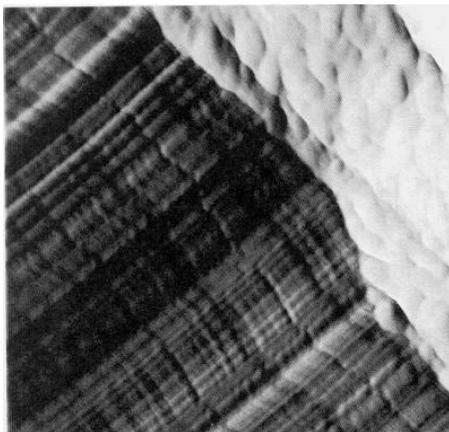


Рис. 8.31. Изображение структуры поперечных волокон стебелька укропа. Размер кадра  $1 \times 1 \text{ мкм}^2$

## 9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ

### 9.1. Основные понятия и единицы измерения

Теплопроводность конструкционных и функциональных материалов является характеристикой, имеющей существенное значение при конструировании многих аппаратов, приборов и при различных теплотехнических расчетах.

Развитие ряда направлений новой техники и общая тенденция к интенсификации рабочих процессов энергетических аппаратов связана, как правило, со значительным повышением рабочих температур и теплонапряженности деталей. Поэтому, легко объяснимым является значительный интерес, проявляемый к исследованиям теплопроводности в области умеренных и высоких температур. С другой стороны, многие работы в области физики твердого тела связаны с исследованием теплофизических свойств, в том числе и теплопроводности материалов при низких температурах.

За характеристику теплопроводности вещества принимают коэффициент пропорциональности в уравнении Фурье, описывающем процесс теплопередачи в теле.

$$\frac{dQ}{d\tau} = -\lambda S \frac{dT}{dx}, \quad (9.1)$$

где  $dQ$  — количество тепла, передаваемого за время  $d\tau$  в направлении, перпендикулярном площадке поверхности  $S$ ;  $dT/dx$  — градиент температур в направлении распространения теплового потока;  $\lambda$  — коэффициент теплопроводности вещества.

При этом в уравнении (9.1) коэффициент теплопроводности принимается постоянным в рассматриваемом узком интервале температур, а размеры поперечного сечения (площадка  $S$ ) считаются также неизменными.

Знак «минус» в правой части уравнения указывает на отрицательное значение градиента температур, т. е. на понижение температуры в направлении распространения теплового потока.

При установившемся процессе тепловой поток и градиент температур не изменяются во времени и уравнение можно записать в виде

$$q = -\lambda S \frac{dT}{dx}, \quad (9.2)$$

где  $q$  — тепловой поток в единицу времени через площадку  $S$  в перпендикулярном к ней направлении.

При неустановившемся режиме, когда величина теплового потока меняется во времени, изменяется во времени и температура в любой точке тела.

В общем случае (для потока тепла в трех направлениях  $X$ ,  $Y$ ,  $Z$ ) такой процесс можно описать уравнением

$$\frac{dT}{d\tau} = \frac{\lambda}{\rho c} \left( \frac{\partial^2 t}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} \right), \quad (9.3)$$

где  $\rho$  — плотность вещества;  $c$  — удельная теплоемкость.

Вещество при этом принимается изотропным и однородным, а коэффициент теплопроводности — неизменным в данном температурном интервале.

Отношение  $\frac{\lambda}{\rho c}$  называют температуропроводностью, которую

обычно обозначают буквой  $\alpha$ .

Температуропроводность характеризует скорость изменения температурного поля в веществе. Зная  $\alpha$ ,  $c$  и  $\rho$ , можно вычислить значение  $\lambda = \alpha c \rho$ .

Коэффициент теплопроводности  $\lambda$  в системе СИ имеет размерность *вт/м·град*. Широкое распространение в литературе имеют также внесистемные единицы *ккал/м ч град* и *кал/см сек град*.

Теплопроводность металлов в значительной степени обусловлена переносом тепловой энергии электронами проводимости, что находит свое отражение во взаимосвязи между теплопроводностью и электропроводностью  $\sigma$  металлов. Указанная связь устанавливается законом Видемана — Франца

$$\frac{\lambda_e}{\sigma} = 3 \left( \frac{k}{e} \right)^2 T, \quad (9.4)$$

где  $\lambda_e$  — теплопроводность (электронная);  $k$  — постоянная Больцмана;  $e$  — заряд электрона;  $T$  — температура.  $L$  — число Лоренца.

Закон Видемана — Франца хорошо подтверждается для многих чистых металлов при  $T \geq \theta$  (температура Дебая). Однако, у ряда металлов и в особенности у сплавов в процессе переноса тепловой энергии существенную роль играют также фононы (тепловые колебания решетки). Роль фононов тем больше, чем больше электрическое сопротивление металла (сплава). В этом случае число Лоренца, вычисленное на основании экспериментальных данных, сильно отличается от теоретического.

По предложению Кенигсбергера теплопроводность  $\lambda$  в этом случае представляют в виде аддитивной суммы составляющих — решеточной  $\lambda_p$  и электронной  $\lambda_e$ .

Для электронной составляющей теплопроводности можно общее тепловое сопротивление  $W=1/\lambda$ , аналогично электрическому сопротивлению, рассматривать как результат аддитивного сложения сопротивлений, обусловленных колеба-

ниями решетки  $W_i$  и примесями (химическими и физическими)  $W_r$ ,

$$W = W_i + W_r. \quad (9.5)$$

Для низких температур ( $T < 0,1 \theta$ ) обычно принимают

$$W_i = \alpha T^2 \text{ и } W_r = -B/T. \quad (9.6)$$

Уравнение описывает зависимость  $\lambda = f(T)$  в виде кривой с максимумом в области низких температур. Величина и положение максимума теплопроводности зависят от чистоты металла. Повышение чистоты приводит к увеличению максимального значения  $\lambda$  и к перемещению максимума в сторону низких температур. При более высоких температурах член уравнения  $\alpha T^2$  должен принять вид сложной функции, содержащей интеграл Блоха и при  $T \gg \theta$  электронная составляющая теплопроводности не будет зависеть от температуры.

Решеточная теплопроводность делается существенно заметной в материалах, обладающих значительным электрическим сопротивлением, обусловленным дополнительным рассеянием электронов, как это, например, имеет место в полупроводниках и диэлектриках, В этом случае уменьшается рассеивание фононов на электронах проводимости, которые сами испытывают значительное сопротивление, и решеточная составляющая теплопроводности относительно возрастает.

## 9.2. Методы определения теплопроводности

Методы определения теплопроводности можно подразделить на стационарные (теплопроводность определяется в условиях установившегося, стационарного, теплового режима) и динамические (исследования проводятся при неустановившемся тепловом режиме).

В первую группу входят: а) методы, основанные на непосредственном определении теплопроводности путем измерения величины теплового потока в исследуемом образце и определения температурного градиента (абсолютные методы); б) методы, основанные на сравнении исследуемого материала с эталоном (относительные методы).

Вторая группа включает методы, основанные на определении температуропроводности в условиях неустановившегося теплового режима с последующим вычислением коэффициента теплопроводности  $\lambda$  на основании дополнительных сведений о теплоемкости и плотности исследуемого материала.

Теплопроводность в условиях установившегося режима определяется путем измерения плотности теплового потока  $q$ , проходящего через рабочую часть образца, и распределения температур на том же участке. При этом коэффициент теплопроводности часто полагается постоянным в исследуемом температурном интервале, определяемом температурой концов расчетного участка.

Стационарные методы отличаются друг от друга методикой создания и измерения теплового потока в образце, геометрией образцов, способами измерения температур и учета неизбежных тепловых потерь.

### **9.2.1. Абсолютные методы**

Абсолютные методы наиболее часто используют для измерения теплопроводности. По характеру учета проходящего через образец тепла они могут быть разделены, в свою очередь, на калориметрические и энергетические методы.

#### **9.2.1.1. Калориметрические методы**

Для калориметрических методов характерным является способ измерения установившегося потока тепла через рабочую часть образца с помощью калориметров различных систем. На рис. 9.1 представлена схема установки Дональдсона. Образец находится между источником тепла и калориметром,

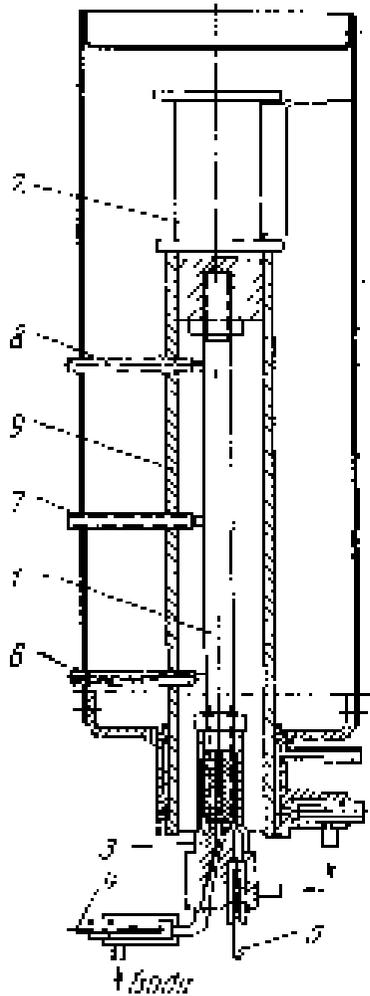


Рис. 9.1. Установка Дональдсона:  
 1—образец; 2—нагреватель; 3—медная головка; 4 и 5—  
 термометры; 6, 7, 8—термопары; 9—экран

регистрирующим величину теплового потока, проходящего в единицу времени через нижнее сечение расчетного участка образца. Величина теплового потока определяется разностью температур на входе и выходе калориметра, через который протекает с постоянной скоростью вода.

В других системах иногда измеряют тепловой поток по величине теплоты испарения кипящей в калориметре жидкости. В этом случае калориметр имеет выносной холодильнико-конденсор.

Температурный перепад на рабочем участке в большинстве случаев измеряют термопарами. При низких температурах применяют также термометры сопротивления.

Металлические образцы для исследования теплопроводности имеют обычно такое соотношение длины и поперечного сечения, чтобы задачу можно было считать одномерной.

Основными мерами борьбы с тепловыми потерями, имеющими место, главным образом, вследствие теплообмена на боковой поверхности образца, являются: тепловая изоляция или компенсационные оболочки, окружающие образец, на которых пытаются создавать такие же температурные градиенты, что и на образце.

В тех случаях, когда отсутствует боковая теплоизоляция образца, это ведет к появлению погрешностей, поскольку тепло, измеряемое в калориметре, не равно теплу, проходящему вдоль образца, так как часть тепла теряется с боковой поверхности. Теплопроводность на таких установках в основном измеряют при комнатных температурах. Потери могут быть значительно уменьшены полированием боковой поверхности, уменьшающей теплообмен излучением, и вакуумированием рабочего объема установки, что приводит к уменьшению теплообмена конвекцией и кондукцией.

В большинстве установок применяется боковое экранирование образца.

В установке Дональдсона образец окружен специальным металлическим цилиндром. Один конец цилиндра соединен с

нагревателем, передающим тепло на образец. Второй конец имеет водяной холодильник. Температура холодильника может регулироваться изменением скорости, поступающей в него воды. Таким образом, на цилиндре можно создать такое же распределение температур, как и на образце; это позволяет свести к минимуму боковые потери с образца. Применяют также засыпку теплоизоляционными материалами пространства между экранами.

Для улучшения теплового контакта между образцом и калориметром, что также существенно уменьшает боковые потери, применяют плотную посадку головки образца в медный блок калориметра, притирку контактирующих поверхностей, теплопроводные смазки и т. п.

В области высоких температур нагрев образца иногда осуществляют индукционным методом, а измерение температурного градиента с помощью оптического пирометра. Калориметрическими методами редко пользуются в условиях нагрева выше  $500^{\circ}\text{C}$ . Область их применения обычно ограничивается средними и низкими температурами.

К недостаткам калориметрических методов следует отнести большой градиент температур на рабочем участке образца и сравнительно узкую температурную область исследования.

Достоинствами являются прямое измерение теплового потока, проходящего через образец, и относительная простота аппаратуры и методики измерения. Погрешности при калориметрических методах исследования теплопроводности составляют обычно 3—5%.

### **9.2.1.2. Энергетические методы**

Стационарные энергетические методы исследования теплопроводности металлических материалов основаны на измерении электрической мощности, затрачиваемой на создание теплового потока в исследуемом образце.

В случае косвенного нагрева образца величина теплового потока, входящего в образец, определяется путем измерения мощности, затрачиваемой в нагревателе.

При направлении теплового потока по оси образца нагревателями обычно служат миниатюрные печи сопротивления, мощность которых легко и точно находится измерением электрических параметров. При прохождении всей выделяемой мощности через образец величина теплового потока определяется значительно точнее, чем при помощи калориметра.

Указанный принцип положен в основу работы установки Манхена. Схема ее приведена на рис. 9.2. Электрический нагреватель в приборе Манхена помещен внутри образца, что значительно сокращает тепловые потери. Образец представляет собой цилиндр с несколько увеличенным диаметром на одном конце. В этом конце (головка) просверливается углубление, в которое вставляется электрический нагреватель. Сверху отверстие закрывается шайбой из того же испытуемого материала. Нижний (холодный) конец через теплоизолирующие прокладки крепится на дне цилиндра. Для охлаждения этого конца образца его вместе с нижней частью установки помещают в ванну с постоянной температурой. В данной установке отсутствует боковая экранизация образца, что, естественно, снижает точность измерения  $X$ . Чтобы учесть тепловые потери головки образца, производят отдельный опыт. Головку образца отрезают и вместе с вмонтированным в нее нагревателем подвешивают на нитях. Затем с помощью нагревателя температуру головки доводят до температуры опыта. Требуемая для этого электрическая мощность представляет собой тепловые потери с головки образца.

В данной установке перепад температур вдоль образца определяется двумя термодарами.

Чтобы избежать потери тепла, Хаттори применил охранный цилиндр в виде трубы, вдоль которой поддерживается такое же распределение температур, как и вдоль образца, с помощью спирали, надетой на трубу на той же высоте, что и на-

греватель образца. Вся установка помещена в электрическую печь. Потеря тепла через верхнюю часть образца уменьшается с помощью стального блока, нагреваемого специальной спиралью до тех пор, пока не будет уничтожена разница в температурах блока и крышки образца.

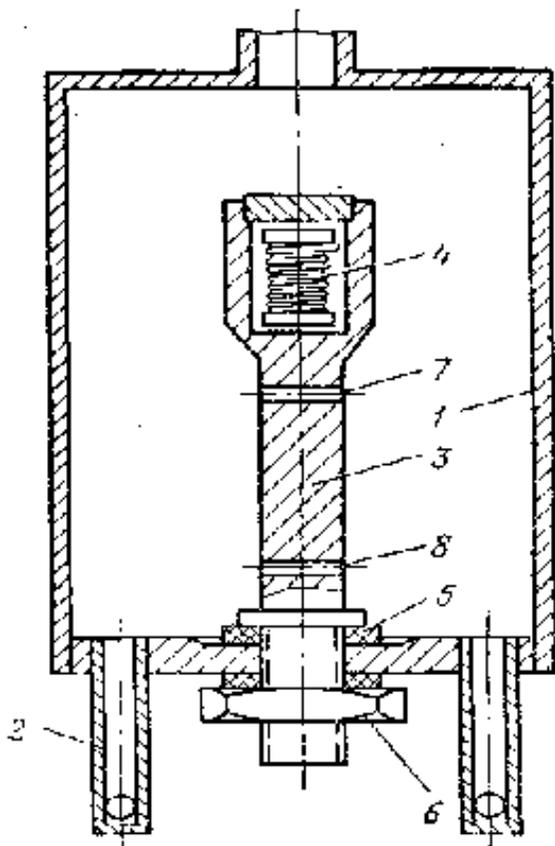


Рис. 9.2. Схема установки Манхена:

- 1—цилиндр; 2—пустотелые ножки; 3—образец; 4—нагреватель; 5—теплоизолирующие прокладки; 6—гайка; 7 и 8—отверстия для термопар

Максимальная рабочая температура установки 700 °С. По оценке автора, точность метода при комнатной температуре  $\pm 1\%$ , при 500 °С -  $\pm 5\%$  и при 700 °С -  $\pm 8\%$ . Возможны конструкции, в которых нагреватель делается съемным, наружным; этим устраняются трудности, связанные с тем, что далеко не из всех исследуемых материалов можно изготовить достаточно большой образец, в который можно поместить спираль.

Существуют методы, в которых тепловой поток определяется как по величине электрической мощности, потребляемой нагревателем, так и по повышению температуры охлаждающей жидкости в калориметре. Такой способ позволяет значительно точнее устанавливать величину теплового потока и боковые потери, поскольку известно количество тепла, входящего в образец, и количество выходящего из образца тепла. Примером может служить установка Фридмана и Томашева, представленная на рис. 9.3.

Большое значение при определении теплопроводности в области низких температур приобретают меры, применяемые для предотвращения тепловых потерь и искажений, связанных с теплопроводностью термоизмерительных проводов (термометров сопротивления и термопар, потенциальных выводов, с помощью которых измеряется падение электрического напряжения на нагревателе, токоподводах и т. п.). В области температур ниже 20 К термопары становятся малочувствительными и для измерения градиента температур обычно пользуются термометрами сопротивления.

Розенберг применял для измерения градиента гелиевые газовые термометры. В этих опытах температура до 1,4 К достигалась с помощью гелия, кипящего при пониженном давлении. Охлаждение до 10 К осуществлялось в процессе расширения гелия, находящегося под высоким давлением. При более высоких температурах использовались жидкий водород и кислород. Промежуточные температуры достигались при помощи проволочного нагревателя на держателе одного из концов образца.

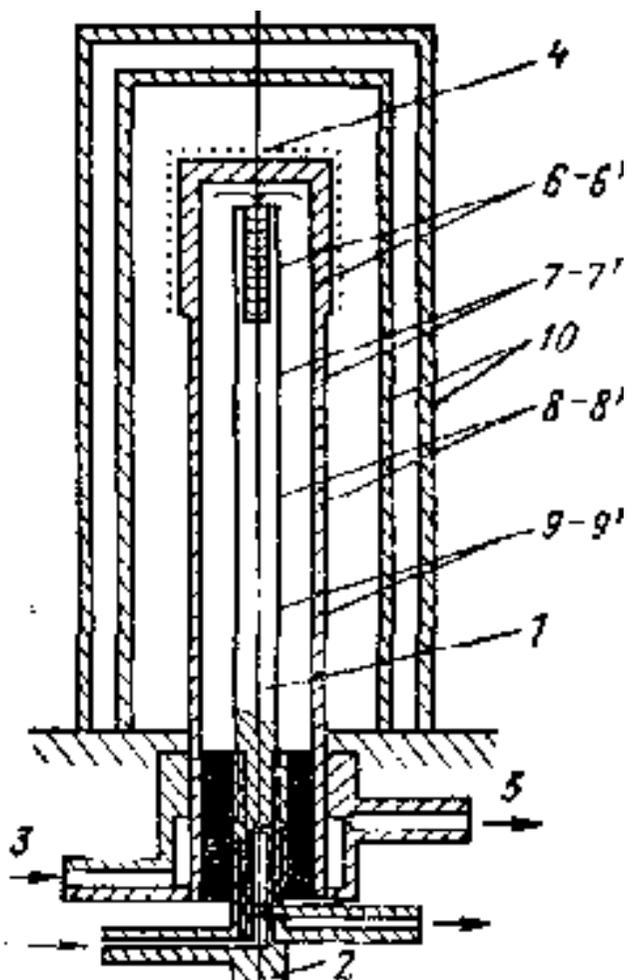


Рис. 9.3. Установка Н. Д. Томашева и Я. Б. Фридмана:  
 1—образец; 2—водяной холодильник; 3, 4, 5—защитный цилиндр; 6 и 6'—нагреватели образца и экрана соответственно; 7 и 7', 8 и 8', 9 и 9'—термопары образца и экрана; 10—алюминиевые кожухи

Энергетические методы относятся к числу наиболее прецизионных (при низких температурах погрешности измерения в ряде работ не превышают  $\pm 2\%$ ). Необходимым условием является точность электроизмерительной аппаратуры и применение (в области низких температур) вакуумных камер и специальных криостатов.

Металлы являются проводниками электрического тока, что дает возможность нагревать образец проходящим через него электрическим током и измерять затрачиваемую на нагрев мощность. В этом случае для элемента длины образца в стационарном состоянии справедливо уравнение

$$\lambda S \frac{d^2 T}{dx^2} - p \alpha \Delta t + \frac{I^2 \rho}{S} = 0, \quad (9.7)$$

где  $\alpha$  - коэффициент теплоотдачи на боковой поверхности;  $p$  - периметр боковой поверхности;  $I$  - сила тока в цепи образца;  $\rho$  - удельное электрическое сопротивление материала образца;  $\Delta t$  - перепад температур между образцом и окружающей средой.

Предполагается, что перепад температур на рабочем участке мал и  $\lambda$ ,  $\rho$  и  $\alpha$  не зависят в его пределах от температуры, а перепад температур в поперечном сечении образца отсутствует.

Если потерями с поверхности образца можно пренебречь, уравнение принимает вид

$$\lambda S \frac{d^2 T}{dx^2} + \frac{I^2 \rho}{S} = 0. \quad (9.8)$$

В том случае, когда единственным видом теплообмена боковой поверхности с окружающей средой является излучение (опыт проводится в вакууме)

$$\lambda S \frac{d^2 T}{dx^2} - p \varepsilon \sigma (T^4 - T_0^4) + \frac{I^2 \rho}{S} = 0 \quad (9.9)$$

где  $\varepsilon$  — степень черноты боковой поверхности образца;  $\sigma$  — коэффициент лучеиспускания абсолютно черного тела;  $T_0$  — температура стенок камеры.

(Предполагается, что размеры камеры значительно превосходят размеры образца).

В качестве примера из этой группы рассмотрим метод Кольрауша. Метод основан на исключении боковых потерь, которые либо считаются пренебрежимо малыми (низкие температуры), либо компенсируются окружающими образец оболочками, засыпками и т. п. В этом случае справедливо уравнение (9.8).

Образец для испытаний представляет собой стержень с большой величиной отношения длины к поперечному сечению, нагреваемый электрическим током.

При отсутствии боковых потерь, распределение температур по длине образца определяется только концевыми потерями, зависящими от теплопроводности материала образца. Поперечный градиент температур пренебрежимо мал, и распределение температур вдоль образца описывается симметричной кривой (для этого концы образца обычно помещаются в термостаты, создающие для них одинаковые температурные условия).

В центральной части образца температура имеет максимум  $T_2$ , а температура концов рабочего участка одинакова  $T_1 = T_3$ .

Интегрируя уравнение (9.8), для указанных краевых условий можно получить основное расчетное уравнение

$$\lambda = \frac{1}{2} \frac{(V_2 - V_0) \cdot (V_0 - V_1)}{\rho(T_2 - T_1)}, \quad (9.10)$$

где  $T_2$  — максимальная температура в центре рабочего участка;  $T_1 = T_3$  — температура концов рабочего участка;  $V_2 - V_0$  — разность потенциалов между концом и серединой рабочего участка;  $V_0 - V_1$  — разность потенциалов между серединой и другим концом рабочего участка.

Считая, что  $V_2 - V_0 = V_0 - V_1 = \frac{V_2 - V_1}{2}$ ,

$$\lambda = \frac{1}{8} \frac{(V_2 - V_1)^2}{\rho(T_2 - T_1)} = \frac{1}{8} \frac{l \cdot I \Delta V}{S \Delta T}, \quad (9.11)$$

где  $l$  — длина рабочего участка;  $I$  — сила тока.

Создать идеальную адиабатическую изоляцию невозможно, поэтому метод Кольрауша в области высоких температур неточен. Для уменьшения его погрешностей применяют различные системы поправок. Наибольшее распространение получила система, разработанная Егером и Диссельхорстом.

Эти поправки, учитывающие наличие теплообмена на боковой поверхности образца, определяются экспериментально и позволяют, как показывает практика, значительно повысить точность метода Кольрауша.

При высоких температурах (выше 1000 °С) неучтенные тепловые потери с боковой поверхности образца делают большими и метод становится недостаточно точным.

### 9.2.2. Относительные методы

В практике большое распространение получили относительные методы, основанные на сравнении теплопроводности исследуемого образца с теплопроводностью эталона.

Относительные методы в большинстве своем основаны на определении величины входящего в образец или выходящего из образца теплового потока с помощью дополнительного образца из эталонного материала, обладающего известным и воспроизводимым коэффициентом теплопроводности. Такой образец-эталон и исследуемый образец, имеющие обычно одинаковое поперечное сечение, соединяют торцами друг с другом по возможности плотно для уменьшения теплового сопротивления в месте стыка.

По концам сборки с помощью двух нагревателей или нагревателя и холодильника создается разность температур. Вдоль образца и эталона устанавливается некоторый градиент температур, который и измеряют, как на исследуемом образце, так и на эталонах; зная коэффициент теплопроводности материала эталона, можно легко определить величину теплового потока, проходящего через него, и, следовательно, входящего в исследуемый образец или выходящего из него в зависимости от взаимного расположения образца и эталона. Для повышения точности измерений часто применяют два или более эталона, между которыми заключается образец. В этом случае определяется величина входящего в исследуемый образец и выходящего из него тепловых потоков и могут быть определены также боковые потери. С. М. Рождественский сконструировал установку, основанную на описанном принципе, в которой испытываются одновременно четыре одинаковых образца, что еще больше повышает точность измерений.

В этой установке (рис. 9.4) исследуемый образец располагается между двумя образцами-эталонами из нержавеющей стали 1X18H9T. Такой составной образец помещают между двумя нагревателями, имеющими разные температуры. Пространство между сборными образцами заполняют теплоизолирующей шамотной засыпкой. Образцы закладывают в обойму из шамотного кирпича. Обойма, в свою очередь, окружена толстым металлическим экраном, на котором теми же нагревателями создается перепад температур. Поскольку исследуемый образец находится между двумя эталонами, то величины входящего в него и выходящего тепловых потоков известны. Коэффициент теплопроводности образца может быть вычислен по формуле

$$\lambda_2 = \frac{\lambda_1 S_1 \frac{\Delta T_1}{\Delta x_1} + \lambda_3 S_3 \frac{\Delta T_3}{\Delta x_3}}{2 S_2 \frac{\Delta T_2}{\Delta x_2}}, \quad (9.12)$$

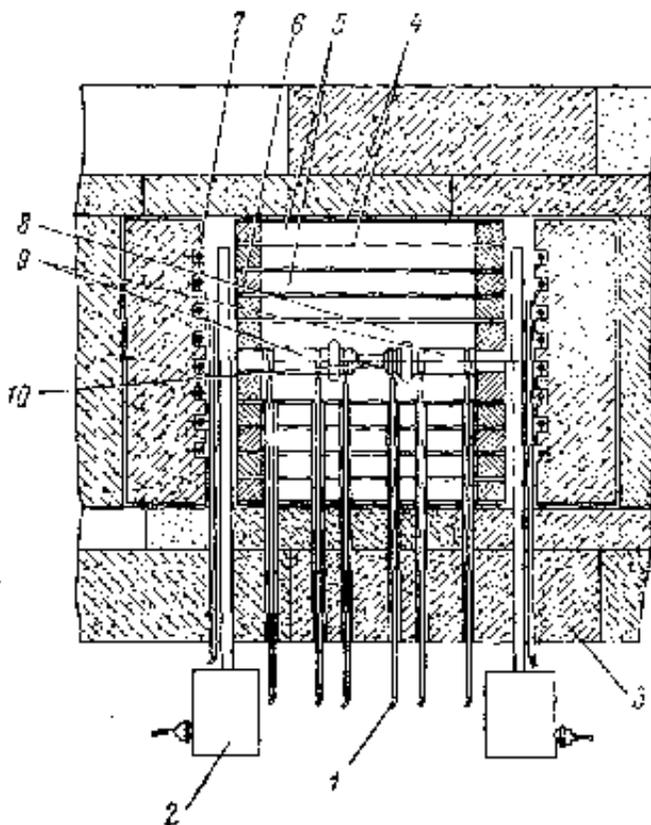


Рис. 9.4. Схема установки С. М. Рождественского:

1—термопары; 2 и 2' - терморегуляторы; 3—  
теплоизоляционный слой (пеношамотный кирпич); 4 - экра-  
ны; 5—пеношамотный кирпич; 6—тепловые конденсаторы;  
7—нагревательные элементы; 8—порошкообразный шамот;  
9—эталоны; 10—образец

где  $\lambda$  — теплопроводность;  $S$  — сечение;  $\Delta T$  - перепад темпе-  
ратур в образце на расстоянии  $\Delta x$ .

Здесь индексы «1» и «3» относятся к образцам-эталонам, а индексы «2» — к исследуемому образцу.

Применяемые в установке Рождественского С.М. образцы имеют диаметр 20 и длину 52 мм. Для повышения точности результата автор использовал два стационарных режима: сначала тепловой поток распространялся в одном направлении, за тем — в другом. Погрешность измерений по оценке автора не превышает 5 %.

Большим достоинством относительных методов является простота эксперимента и высокая производительность. Применяют их обычно при исследованиях в интервале температур от комнатной до 900 °С.

Точность относительных методов невелика и для области средних температур обычно составляет 5—8 %.

### 9.2.3. Нестационарные методы

Для исследования теплопроводности металлов с успехом применяются также и динамические методы, использующие неустановившееся температурное состояние в образце. Объектом измерения в этом случае является коэффициент температуропроводности

$$\alpha = \frac{\lambda}{\rho C_p}. \quad (9.13)$$

Для определения  $\lambda$  необходимо знать удельную теплоемкость образца  $C_p$  и плотность  $\rho$ .

При исследовании в области средних температур большое развитие получил метод Ангстрема, сущность которого состоит в следующем: один конец длинного неизолированного металлического стержня периодически нагревается, при этом длина стержня такова, что температурные волны в нем затухают, не достигнув второго конца ( $x=L$ ), т. е. стержень можно

считать полуограниченным. Сечение образца предполагается малым, так что температура его в центре может быть принята равной температуре поверхности. Если теплообмен с боковой поверхности стержня линейно зависит от его температуры, то уравнение теплового баланса

$$\frac{dT}{d\tau} = \alpha \frac{\partial^2 T}{\partial x^2} - \nu T, \quad (9.14)$$

где  $\tau$  — время;  $x$  — расстояние от нагреваемого конца до выбранного сечения;  $T = T(x) - T_m$  — разность между температурой образца и температурой окружающей среды;

$$\nu = \frac{2\alpha_1}{C_p \cdot \rho \cdot r}, \quad (9.15)$$

где  $\alpha_1$  — коэффициент теплоотдачи стержня в окружающую среду;  $r$  — радиус стержня.

Граничное условие при  $x = 0$

$$T = \sum_{n=0}^{\infty} A \cdot \cos(n\omega\tau + \varepsilon_n). \quad (9.16)$$

Решением данного уравнения является зависимость:

$$T_x = \sum_{n=0}^{\infty} A_n \cdot e^{-a_n x} \cdot \cos(n\omega\tau - b_n x + \varepsilon_n), \quad (9.17)$$

где

$$a_n = \pm \frac{1}{\sqrt{2a}} \sqrt{\nu + \sqrt{\nu^2 + n^2 \omega^2}}; \quad \left. \vphantom{a_n} \right\} \quad (9.18)$$

$$b_n = \pm \frac{1}{\sqrt{2a}} \sqrt{-v + \sqrt{v^2 + n^2 \omega^2}} . \quad ]$$

В решении использованы отрицательные значения  $a_n$  и  $b_n$  как имеющие физический смысл.

Таким образом, измерив отношение амплитуд температурных волн в двух разных точках ( $x$  и  $x+1$ ) для  $n$ -ной гармоники и разность фаз, можно найти значение для температуропроводности по формуле

$$\alpha = \frac{\pi l^2}{T(\varepsilon_n' - \varepsilon_n'') \ln \frac{B_n}{C_n}}, \quad (9.19)$$

где  $B_n$  и  $C_n$  — амплитуды в данных точках.

Естественно, что наиболее надежными будут результаты, полученные при обработке 1-й гармоники.

Реализация данного метода связана с определенными экспериментальными трудностями, так как необходимо измерить разность фаз и отношение амплитуд в двух точках. Существующие разновидности метода основаны на способах и форме подвода тепла к горячему концу образца и на различных приемах измерения и обработки температурных волн.

При исследовании температуропроводности в области высоких (свыше 1000 °С) температур с успехом применяется электронный нагрев образца.

### 9.3. Примеры применения различных методов измерения теплопроводности

В связи с большим практическим значением теплопроводности конструкционных и функциональных материалов для многих инженерных расчетов большинство опубликованных работ посвящено определению коэффициентов теплопровод-

ности различных групп сплавов и полупроводников в различных диапазонах температур.

Результаты этих работ суммированы в различных монографиях и справочниках.

Твердый раствор  $\text{Bi}_2\text{Te}_3 - \text{Bi}_2\text{Se}_3$ , являющийся материалом n- типа, был впервые получен в СССР. Теплопроводность этой системы наиболее подробно измерена, проанализирована и показано, что тепловые сопротивления твердых растворов  $W_{\text{т.р.}}$  в отсутствие добавочных механизмов теплопереноса можно представить в виде

$$W_{\text{т.р.}} = W_0 + \Delta W, \quad (9.20)$$

где  $W_0$  – тепловое сопротивление  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , а  $\Delta W$  – добавочное тепловое сопротивление, возникающее из-за введения второй компоненты. Было показано, что  $\Delta W$  зависит только от концентрации и вида второй компоненты и не зависит от температуры. Электронная составляющая теплопроводности для всех сплавов этой системы определялась по закону Видемана-Франца по общей формуле для числа Лоренца при параметре рассеяния  $r = - 0,5$ . Такое значение  $r$  было обусловлено тем, что в твердых растворах к рассеянию на акустических колебаниях кристаллической решетки добавляется рассеяние на флуктуациях состава. Фононная теплопроводность в результате образования твердого раствора и дополнительного рассеяния фононов уменьшается от  $3,5 \cdot 10^{-3}$  у  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  до  $2,6 \cdot 10^{-3}$  кал/см·с·°С у сплава, содержащего 10 мол. %  $\text{Bi}_2\text{Se}_3$ , а затем увеличивается для сплава, содержащего 20 мол. %  $\text{Bi}_2\text{Se}_3$ . Увеличение теплопроводности объясняется наличием в системе соединений  $\text{Bi}_2\text{Te}_2\text{Se}$ .

Псевдобинарная система  $\text{Bi}_2\text{Te}_3 - \text{Sb}_2\text{Te}_3$ , являющаяся материалом p- типа, впервые была предложена в СССР в 1949 году. Теплопроводность этой системы исследована достаточно подробно и принято, что аналогично предыдущей системе, фактор рассеяния  $r = - 0,5$  при определении электронной

составляющей теплопроводности. С учетом этого фононная составляющая теплопроводности в системе изменяется от  $3,4 \cdot 10^{-3}$  кал/см·с·°С у  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  до  $3,8 \cdot 10^{-3}$  кал/см·с·°С у  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$ , и имеет минимум, равный  $2,3 \cdot 10^{-3}$  кал/см·с·°С, в области (60 – 70) мол. %  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$ . Такое изменение теплопроводности обеспечивает высокую добротность этой системы, составляющую примерно  $3,2 \cdot 10^{-3}$  К<sup>-1</sup> при комнатной температуре. Малая ширина запрещенной зоны приводит к резкому уменьшению добротности при повышении температуры по закону  $Z \sim T^{-2}$ . Поэтому составы с большим содержанием  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$ , вследствие большей величины  $\Delta E$ , оказываются эффективнее в области температур (500 – 600) К. Отметим, что большого эффекта не наблюдается из-за роста фононной теплопроводности.

## 10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛООВОГО РАСШИРЕНИЯ

### 10.1. Общие сведения

Тепловое расширение металлов и сплавов является следствием асимметрии сил притяжения и отталкивания между атомами кристаллической решетки в процессе колебательных движений, совершаемых ими около положения равновесия. При повышении температуры, т. е. при увеличении энергии колебаний атомов асимметрия сил притяжения и отталкивания возрастает и при этом увеличивается смещение атомов относительно друг друга. Смещение атомов, суммируясь во всей кристаллической решетке, приводит в своем внешнем проявлении к изменению объема и линейных размеров тела. Это изменение обратимо и если, помимо теплового расширения, с изменением температуры в теле не происходит структурных превращений, то при возвращении температуры к прежнему уровню восстанавливаются и исходные размеры тела.

Тепловое расширение имеет чрезвычайно большое значение в технике. Изменение размеров деталей конструкций, связанное с нагревом или охлаждением, всегда являлось объектом

внимания конструкторов и технологов. Вследствие теплового расширения возможно возникновение термических напряжений в местах сопряжения деталей или слоев из разнородных материалов, при неравномерном нагреве, в деталях сложной формы и т. д. Возможны также термические напряжения вследствие анизотропии теплового расширения в металлах и сплавах некубических систем. Во многих случаях необходимо учитывать изменение объема тел, связанное с изменением температуры; у различных емкостей, например, могут изменяться как собственный объем, так и объем содержимого.

Помимо обратимого изменения размеров, зависящего только от температуры, тела при нагреве и охлаждении могут изменять размеры в связи с фазовыми превращениями. Эти превращения могут быть связаны с полиморфизмом вещества, с распадом пересыщенных твердых растворов и другими структурными превращениями. При этом изменение размеров зависит от времени, характер его может меняться в различных температурных областях и при изменении скорости нагрева.

Изучением изменения размеров тел, связанным с нагревом и охлаждением, занимается дилатометрия, а приборы, служащие для исследования теплового расширения, называются дилатометрами.

Основными задачами дилатометрии являются:

1. Определение коэффициентов, характеризующих тепловое расширение материалов при различных температурах.
2. Исследование превращений в материалах в процессе их нагрева, охлаждения, а также при изотермических выдержках.

Первый аспект применения, имеющий большое практическое значение, не нуждается в толковании. Существует довольно много приборов для определения коэффициентов расширения, основные типы которых будут описаны ниже. В том случае, когда материал испытывает фазовое превращение и монотонное изменение размеров при нагреве нарушается, определение коэффициентов расширения вблизи этих участков делается затруднительным. Обычно измеряют

лишь температуру начала и конца превращения, а характеристики теплового расширения материала определяют только для температурных интервалов, в которых имеет место собственно тепловое расширение.

## 10.2. Параметры теплового расширения

В качестве характеристики теплового расширения принят коэффициент теплового расширения, выражающий относительное изменение линейных размеров или объема тела при изменении температуры на один градус температурной шкалы.

Истинным коэффициентом линейного теплового расширения при температуре  $T$  называют коэффициент  $\alpha$

$$\alpha = \frac{dl}{dT} \cdot \frac{1}{l_T} \left[ \frac{1}{\text{град}} \right]$$

где  $l$  — длина образца;  $T$  — температура.

Таким образом, коэффициент  $\alpha$  определяется как первая производная функции  $l=f(T)$  при некоторой температуре  $T_1$  и численно равен тангенсу угла наклона касательной к кривой  $l=f(T)$  в точке, соответствующей  $T_1$ .

В первом приближении в качестве истинного коэффициента принимают средний коэффициент расширения в узком интервале температур  $\Delta T$  около  $T_1$ . В этом случае

$$\alpha = \frac{\Delta l}{\Delta T} \cdot \frac{1}{l_T} \quad . \quad (10.1)$$

Принимая во внимание линейный характер зависимости  $l=f(T)$ , обычно считают допустимым определение истинного коэффициента расширения  $\alpha$  в интервале  $\Delta T = 100^\circ$ . При этом

данный коэффициент относят к середине температурного интервала.

В области низких температур (ниже температуры Дебая) коэффициент линейного расширения резко изменяется и интервал температур  $\Delta T$  следует уменьшать.

Средним коэффициентом линейного расширения  $\bar{\alpha}$  называют коэффициент, характеризующий тепловое расширение в широком интервале температур. Обычно  $\bar{\alpha}$  определяют в области температур от  $20^\circ$  или от  $0^\circ$  С до заданной. Средний коэффициент линейного расширения

$$\bar{\alpha} = \frac{l_{T_n} - l_{T_0}}{l_{T_0}} \cdot \frac{1}{T_n - T_0}, \quad (10.2)$$

где  $\bar{\alpha}$  — средний коэффициент линейного расширения в интервале температур от  $T_0$  до  $T_n$ ;  $l_{T_n}$  — длина образца при температуре  $T_n$ ;  $l_{T_0}$  — длина образца при начальной температуре  $T_0$ ;  $l_{T_n} - l_{T_0}$  — изменение длины образца при изменении температуры от  $T_0$  до  $T_n$ .

Изменение объема при тепловом расширении может быть выражено уравнением, аналогичным уравнению, характеризующему линейное расширение

$$\beta = \frac{dV}{dT} \cdot \frac{1}{V_T} \left[ \frac{1}{\rho \text{ рад}} \right], \quad (10.3)$$

где  $V$  — объем образца;  $\beta$  — коэффициент объемного расширения.

Для изотропных в отношении теплового расширения материалов с кубической кристаллической решеткой линейный и объемный коэффициент расширения связаны зависимостью

$$\beta = 3\alpha. \quad (10.4)$$

Для анизотропных материалов некубических систем расширение по различным кристаллографическим направлениям в общем случае неодинаково. Если обозначить коэффициент вдоль главной кристаллографической оси  $\alpha_{\parallel}$ , а для направления, перпендикулярного главному  $\alpha_{\perp}$ , связь между коэффициентом объемного расширения  $\beta$  и линейными коэффициентами  $\alpha_{\parallel}$  и  $\alpha_{\perp}$

$$\beta = \alpha_{\parallel} + 2 \alpha_{\perp}. \quad (10.5)$$

Для любого направления под углом  $\varphi$  к главной кристаллографической оси

$$\alpha = \alpha_{\parallel} \cdot \cos \varphi + 2 \alpha_{\perp} \cdot \sin \varphi. \quad (10.6)$$

### 10.3. Методы измерения и техника эксперимента

Методы определения теплового расширения могут быть условно разделены на две основные группы:

1. Методы непосредственного определения коэффициентов расширения, или так называемые прямые методы измерения.
2. Относительные методы измерения, основанные на сравнении коэффициента расширения исследуемого материала с коэффициентом расширения эталона.

Методы первой группы применяются главным образом для определения характеристик теплового расширения, а второй — широко используются для исследования фазовых превращений в материалах.

#### 10.3.1. Прямые методы

Непосредственное измерение изменения длины образца в процессе нагрева (охлаждения) относится к сравнительно сложным метрологическим задачам. Поэтому прямые мето-

ды измерения коэффициентов линейного расширения применяют реже, чем более удобные относительные. Однако в ряде случаев они являются единственными, как например, при тарировке эталонов, в исследованиях при высоких и низких температурах, для которых отсутствуют надежные эталоны и т. п.

Для использования большинства разновидностей прямого метода, кроме рентгенографического и интерференционного, необходимы сравнительно длинные образцы, расширение которых при изменении температуры определяют с помощью оптических, рычажных или иных измерительных приборов.

### ***Метод компаратора***

С помощью компаратора (измерительного микроскопа) можно очень точно определять тепловое расширение путем непосредственного измерения удлинения свободно лежащего на опоре образца. Приборы этого типа применяются главным образом в области низких и средних температур. В настоящее время компараторы получили сравнительно большое распространение как за рубежом, так и в России при исследовании теплового расширения также в области высоких температур. В этом случае несколько усложняется система нагрева образца и значительно снижается точность измерений, но методика самого измерения остается простой и удобной.

На рис. 10.1 изображена схема установки для измерения теплового расширения при высоких температурах. Образец 1, расположенный на опоре из термостойкого материала, свободно расширяется при нагревании в трубе 2. Вокруг керамической трубы 2 расположены нагреватели в виде селитовых стержней. Исследование проводится либо в вакууме  $10^{-4}$  -  $10^{-5}$  Торр, либо в защитной газовой атмосфере. Наблюдение за расширением образца ведется через иллюминаторы 3, с противоположной стороны печи имеются аналогичные иллюминаторы 4 для освещения концов образца. Визирными точками на образце могут быть концы образца, особые метки (углубление и

т. п.) и, наконец, тонкие проволоочки, закрепленные в пазах образца и натянутые перпендикулярно оси образца висящими на них грузами. При этом применяют различные антивибрационные приспособления (демпфирование колебаний в масле и т. п.).

Длину образца измеряют с помощью микроскопов различных систем. Измерительным микроскопом может служить отечественный прибор типа МГ, позволяющий измерять расстояние между визирными точками (возможная длина образца) в пределах 70-170 мм с точностью отсчета 5 мкм. Измерение производят в стационарных температурных условиях. Температуру можно измерять термопарами (до 1000—1200° С) и оптическими пирометрами. При применении термопар их горячие спаи следует располагать внутри образца.

Образцами для испытаний служат стержни, имеющие длину, определяемую расстоянием между визирными линиями, или величиной хода измерительного микроскопа.

При использовании микроскопа типа МГ-1 обычно применяют стержни длиной 80—100 мм с поперечным сечением порядка 10X10 мм. Форма поперечного сечения — квадратная, прямоугольная или круглая.

Систематические погрешности при измерении теплового расширения методом компаратора невелики, но случайные и субъективные ошибки могут достигать большой величины. Основными причинами случайных погрешностей метода являются: а) коробление образца и связанное с ним изменение положения на опоре; б) неоднородность температурного поля по образцу, связанная с влиянием отверстий в нагреваемой трубе для наблюдения и освещения; в) субъективные ошибки экспериментатора.

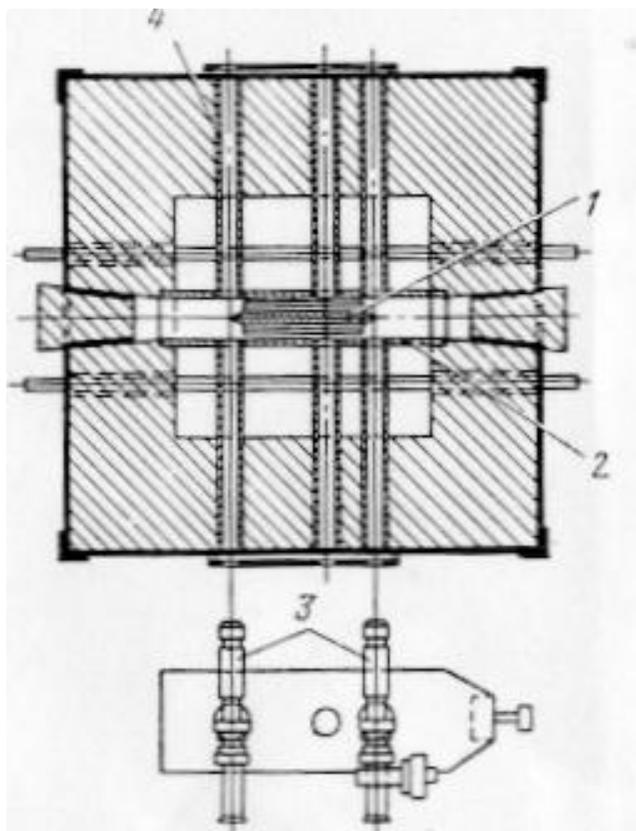


Рис. 10.1. Схема измерения по методу компаратора

Анализ всех возможных ошибок довольно затруднителен. Можно считать, что суммарная ошибка при аккуратной работе не превышает 2—3 % для температур до 1000° и 7—8 % для более высоких температур.

К недостаткам метода следует отнести необходимость визуального измерения и связанные с этим большие субъективные ошибки. В связи с этим не всегда представляется возможным фиксировать изменения длины образца, вызванные фазо-

выми превращениями; в результате получается лишь суммарное изменение длины образца при изменении температуры. Этот недостаток свойственен всем методам, в которых отсутствует непрерывная регистрация процесса теплового расширения.

К достоинствам метода следует отнести относительную простоту, возможность точного непосредственного измерения теплового расширения при высоких температурах.

### *Интерференционный метод*

Интерференционный метод определения теплового расширения основан на интерференции света в зазоре между двумя параллельными отражающими поверхностями, расстояние между которыми изменяется в соответствии с тепловым расширением исследуемого образца.

Схема подобного прибора представлена на рис. 10.2. Образец 4 представляет собой либо кольцо, либо состоит из двух-трех отдельных частей одинаковой длины. В обоих случаях противоположные плоские стороны образцов должны быть строго параллельны и хорошо отполированы.

Образец помещают между двумя тщательно полированными прозрачными пластинками 3 из плавленого кварца. Контакт между пластинами и образцом должен быть плотным и неизменным во время опыта. Внешняя плоскость верхней пластины обычно имеет наклон относительно нижней, равный приблизительно  $20'$ , чтобы предотвратить попадание в поле зрения отражающихся от нее лучей; с этой же целью нижнюю поверхность второй кварцевой пластины делают матовой. Луч света падает на верхнюю кварцевую пластинку перпендикулярно ее внутренней поверхности. При нагреве всей сборки (с<sub>на</sub>-зец и кварцевые пластины) в печи изменяется зазор между внутренними поверхностями кварцевых пластин, при этом

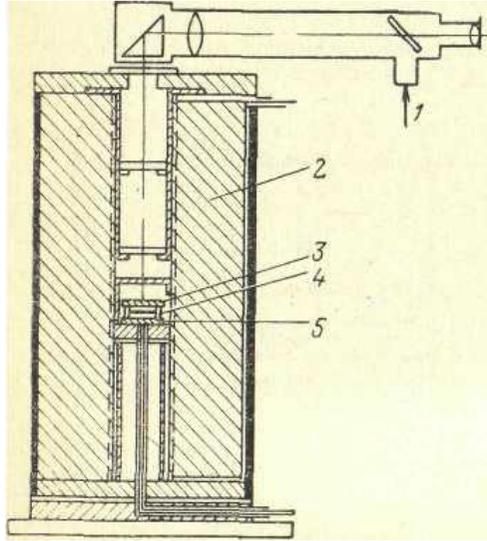


Рис. 10.2. Схема интерференционного метода:  
 1— юстировочная труба; 2—теплоизоляция; 3— кварцевые пластины; 4—образец; 5—термопары

интерференционные полосы смещаются пропорционально изменению зазора. Наблюдение за смещением полос ведут через юстировочную трубу 1 визуалью. В качестве источника света применяют ртутные лампы, натриевые источники света и т. п.

Относительное изменение длины образца — можно вычислить по уравнению

$$\frac{\Delta l}{l_0} = \frac{\lambda N}{2l_0}, \quad (10.7)$$

где  $l_0$  — начальная длина образца;  $\Delta l$  — изменение длины;  $\lambda$  — длина волны света;  $N$  — число интерференционных полос.

Отсчет смещения полос производят с помощью окуляр-микрометра.

Интерференционный метод позволяет определять изменение длины при тепловом расширении порядка 0,02—0,03 мкм. Погрешности при работе в вакууме не превышают 1%.

Основным преимуществом метода является возможность исследования теплового расширения на образцах малой толщины (2—3 мм) с достаточной точностью. К недостаткам относится необходимость визуального наблюдения (хотя имеются работы, в которых смещение полос фотографировалось на движущейся киноленте, а также сложность аппаратуры, требующая высокой квалификации экспериментатора, и возможность случайных ошибок. Метод применяется при температурах испытания не выше 1000 °С.

### *Рентгеновский метод*

Рентгеновский метод определения коэффициентов теплового расширения кристаллических веществ основан на взаимосвязи изменения параметров кристаллической решетки вещества с изменением макроскопических размеров тела. Вместо относительного удлинения образца при изменении температуры в этом случае определяется относительное увеличение параметра кристаллической решетки. Большая разрешающая способность метода позволяет на современном оборудовании измерять параметры решетки с точностью до 0,0001 Å, а так как величина большинства параметров решетки металлов имеет порядок нескольких ангстрем, то точность определения коэффициента расширения можно считать равной (в оптимальном варианте) 1—2 %.

Для прецизионного определения параметров кристаллической решетки поликристаллов обычно применяют камеры Дебая или пользуются обратной съемкой (камеры РКЭ, КРОС).

Параметры решетки определяют при температурах  $T_1$ ,  $T_2$ ,  $T_n$ , а затем рассчитывают по относительному изменению пара-

метров решетки коэффициенты теплового расширения в данном температурном интервале  $T_1-T_2$  и т. д.

$$\alpha_{T_1-T_2} = \frac{a_{T_1} - a_{T_2}}{a_{T_1}(T_1 - T_2)}, \quad (10.8)$$

где  $\alpha$  — коэффициент линейного расширения в направлении параметра  $a$  в температурном интервале  $T_1-T_2$ ;  $a_{T_1} - a_{T_2}$  — параметры решетки при температуре  $T_1 - T_2$  соответственно.

Коэффициенты теплового расширения можно рассчитывать также и не измеряя непосредственно параметры решетки по значениям углов отражения  $\theta_T$ , соответствующих определенным температурам.

На основании уравнения Вульфа — Брэгга

$$n\lambda = 2d \sin \theta, \quad (10.9)$$

где  $d$  — межплоскостное расстояние для семейства плоскостей  $(hkl)$ ;  $n$  — порядок отражения от плоскостей  $(hkl)$ ;  $\theta$  — угол отражения луча;  $\lambda$  — длина волны рентгеновских лучей, можно вычислить коэффициент линейного расширения в интервале  $T_1 - T_2$

$$\alpha_{T_1-T_2} = \frac{\sin \theta_{T_1} - \sin \theta_{T_2}}{\sin \theta_{T_1}(T_1 - T_2)}. \quad (10.10)$$

В этом случае при различных температурах определяют углы отражения  $\theta$  и по ним вычисляют соответствующие данному температурному интервалу коэффициенты линейного расширения для данной выбранной кристаллографической плоскости измерения. Для анизотропных кристаллов по известным кристаллографическим плоскостям рассчитывают коэффициенты линейного расширения вдоль главной оси  $\alpha_{\parallel}$  и по направлению, перпендикулярному главной оси  $\alpha_{\perp}$ . Вычислив

объемный коэффициент расширения  $\beta$  как указано выше, определяют по нему средний коэффициент линейного расширения для данного кристалла  $\bar{\alpha} = \frac{1}{3}\beta$ .

Основными достоинствами рентгеновского метода являются:

- возможность исследования анизотропии теплового расширения кристаллических материалов некубических систем;
- использование для измерений очень небольших образцов;
- большая разрешающая способность метода, позволяющая измерять очень малые коэффициенты расширения, что дает возможность производить исследования в области низких температур.

К недостаткам рентгеновского метода следует отнести сложность аппаратуры, трудности, связанные с проведением прецизионных измерений параметров решетки в области высоких температур. Метод не может быть использован для некристаллических материалов.

### 10.3.2. Относительные методы

Относительные (дифференциальные) методы определения коэффициентов линейного расширения основаны на сравнении теплового расширения образцов исследуемого материала с расширением эталона с известным и постоянным коэффициентом линейного расширения.

Эти методы получили широкое распространение в лабораторной практике. Их применяют как для определения характеристик теплового расширения, используемых в инженерных расчетах, так и для исследования фазовых превращений.

Большинство относительных методов основано на применении так называемого метода трубки (см. рис. 10.3). В этом случае сравнивают тепловое расширение образца 2 из исследуемого материала с тепловым расширением трубки 1, в которой он помещается.

Трубку изготавливают из эталонного вещества. При исследованиях в области температур до 1100 °С таким материалом может служить плавленный кварц, обладающий устойчивой температурной зависимостью коэффициента линейного расширения, по крайней мере, до 1100° С. Значения коэффициентов линейного расширения плавленного кварца приводятся в табл. 10. 1.

При температурах выше 1100° плавленный кварц испытывает превращение (образуется кристобалит) и его коэффициент линейного расширения резко возрастает.

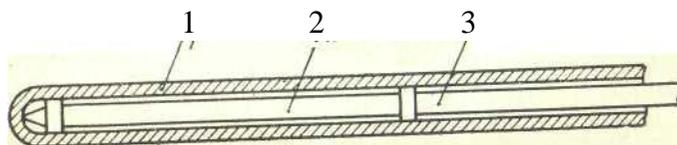


Рис. 10.3. Дилатометрический пирометр:  
1 - трубка; 2—образец-эталон; 3—толкатель

При измерениях цилиндрический образец помещают в трубку с запаянным дном так, чтобы при небольшом зазоре между стенками трубки и образцом последний мог свободно удлиняться при нагреве, не испытывая сопротивления вследствие сил трения.

Таблица 10.1

Средние коэффициенты линейного расширения плавленного кварца

Интервалы температур, К	80 - 300	300- 330	300- 400	300 - 1100	300 - 1500
Средний коэффициент линейного расширения, $\alpha \cdot 10^6$ , (град <sup>-1</sup> )	0,256	0,42	0,50	0,546	0,585

Нижнюю часть трубки с образцом нагревают в печи или ванне так, чтобы температура по длине образца была постоянной. Верхняя часть трубки выведена из нагретой зоны и может иметь комнатную температуру. Над образцом (при вертикальном расположении) в трубке с небольшим зазором помещают стержень 3 из того же материала, что и трубка, доходящий до ее верхнего края. Стержень над образцом находится в тех же температурных условиях, что и окружающая его часть трубки, и их тепловое расширение одинаково. Таким образом, относительное смещение верхнего торца стержня и края трубки определяется только разностью удлинений образца и окружающей его нижней части трубки, находящихся в изотермической камере.

Зная коэффициент линейного расширения материала трубки (например, плавленного кварца), легко рассчитать коэффициент линейного расширения исследуемого материала. Измерение относительного удлинения может производиться либо с помощью микроскопа визуально в условиях установившейся температуры, либо путем непрерывной фотографической регистрации процесса расширения с одновременной записью соответствующих температур.

Принцип метода трубки использован в дилатометрическом пирометре Шевенара (рис. 10.3).

В качестве образца 2 (см. рис. 10.3) в пирометре применяют эталон из сплава, обладающего известной, близкой к линейной, температурной зависимостью коэффициента расширения. В этом случае расширение эталона является величиной, определяющей температуру печи, в которой он находится. Удлинение эталона можно измерять при установившейся температуре, а также путем механической записи или фотографической регистрации непрерывного процесса расширения эталона. Малые удлинения эталона могут быть увеличены с помощью механических и оптических рычагов. При использовании дилатометрического пирометра тепловое расширение плавленного кварца

или иного материала, из которого состоит трубка, учитывается при градуировке.

Эталонный образец (2) изготавливают обычно из сплавов на основе никеля. Наибольшее распространение получил сплав Пирос следующего химического состава (в вес. %): 82% Ni; 7% Cr; 5% W; 3% Fe; 3% Mn.

Известны также сплавы Хронин и др., но они менее распространены.

Пирос испытывает при нагреве только магнитное превращение при 200 °С, которое сопровождается настолько незначительным объемным изменением, что не оказывает влияния на точность при измерении температуры. Свыше 200 °С Пирос немагнитен и не претерпевает никаких превращений. Расширение его практически обратимо и не меняется при многократных нагревах и охлаждениях. Ниже в табл. 10.2 приводятся значения истинного коэффициента линейного расширения Пироса.

Таблица 10.2

Коэффициент линейного расширения Пироса при различных температурах

Темпе- °С	$\alpha \cdot 10^6$	Темпе- °С	$\alpha \cdot 10^6$	Темпера- °С	$\alpha \cdot 10^6$	Темпе- °С	$\alpha$
0	12,5	550	17,64	250	15,13	800	19,6
50	13,1	600	18,04	300	15,56	850	20,0
100	13,7	650	18,44	350	15,99	900	20,4
150	14,2	700	18,85	400	16,41	950	20,8
200	14,6	750	19,25	450	16,82	1000	21,2
				500	17,23		

Применение метода трубки позволило создать дифференциальные dilatометры, обладающие высокой точностью, практически безынерционные и, самое главное, дающие воз-

возможность более точно исследовать фазовые превращения в твердом состоянии. Конструкцию наиболее типичного дилатометров подобного типа рассмотрим ниже.

**Дифференциальный оптический дилатометр.** В настоящее время известно несколько моделей дифференциальных оптических дилатометров, отличающихся лишь некоторыми конструктивными особенностями. Принцип действия их предложен Шевенаром и основан на одновременной записи кривых расширения эталонного и испытуемого образцов. Схема головки дилатометра Шевенара и схема записи изображена на рис. 10.4. Эталоны и образцы имеют одинаковые размеры и форму.

При испытании образец 4 и эталон 3 помещают в одинаковые запаянные с одного конца трубки из плавленого кварца 2 и 1 (см. рис. А, а). Посредством стержней из плавленого кварца 5 и б их удлинение передается стальным толкателям 7 и 5, а последние передают удлинение подвижным опорам бис оптического рычага 9, к которому прикреплено зеркальце 10. Оптический рычаг выполнен в виде пластинки из инвара с тремя опорными штифтами *a*, *b* и *c*, расположенными по вершинам прямоугольного треугольника.

Штифт *b* (вершина прямого угла) упирается в углубление на торце стержня 7, штифт *c* — в гладкий торец стержня 8, а штифт *a* — в неподвижную опору 11. При расширении образца или эталона оптический рычаг отходит от своего первоначального положения. При сокращении длины образца или эталона оптический рычаг возвращается к прежнему положению при помощи пружин, обеспечивающих плотность прилегания всех соприкасающихся частей передаточного механизма в течение всего опыта.

Пучок света от осветителя проходит через систему диафрагм и линз и попадает на зеркальце. Отражаясь от зеркала, световые лучи фокусируются в виде светящейся точки на матовом стекле или светочувствительной пленке (бумаге, пластинке).

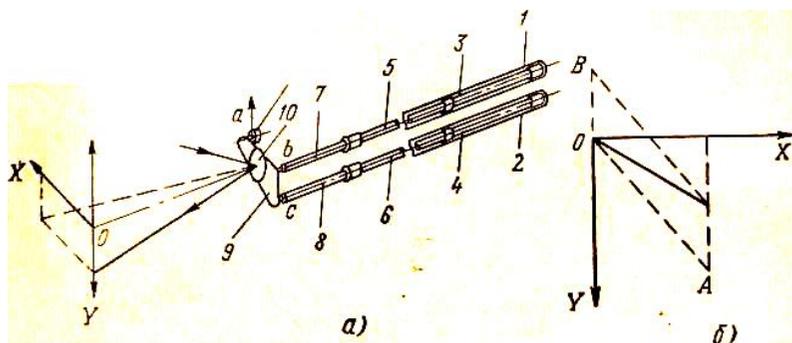


Рис. 10.4. Дилатометр Шевенара:  
а - схема головки; б-схема записи

Нагрев образца и эталона осуществляется с помощью электрической трубчатой печи.

Перемещение световой точки на фотопластинке соответствует изменению длины образца и эталона. Удлинение образца вызывает перемещение световой точки по вертикальной оси  $OB$ , удлинение эталона соответствует перемещению точки по линии  $OA$ , расположенной под углом  $65^\circ$  к горизонтальной оси (см. рис. 10.4, б).

Дилатометрическая кривая на фотопластинке является результирующей обоих перемещений, соответствующих удлинению образца и эталона. Расположение кривой по отношению к горизонтальной оси (выше или ниже) определяется знаком разности  $\Delta l_{\text{обр}} - \Delta l_{\text{эт}}$  эт-

Градуировка дилатометра (определение коэффициентов увеличения по осям координат, построение температурной шкалы и регулировка координатных осей) осуществляется в процессе нескольких несложных операций.

Коэффициент линейного расширения испытуемого образца

$$\alpha_{обp} = \pm \frac{k_1}{k_2} \operatorname{tg} \varphi (\alpha_{эм} - \alpha_{кв}) + \alpha_{эм}, \quad (10.11)$$

где  $k_1$  - оптическое увеличение по оси абсцисс;  $k_2$  — оптическое увеличение по оси ординат;

$\varphi = \frac{dy}{dx}$  — угол наклона дилатометрической кривой к оси абс-

цисс;  $\alpha_{эм}$  — коэффициент линейного расширения эталона;  $\alpha_{кв}$  — коэффициент линейного расширения кварца.

Существуют и другие конструкции дилатометров.

## 11. СПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА

Разнообразные методы спектроскопии чрезвычайно распространены в экспериментальной физике и играют важную роль в материаловедении. В широком смысле под спектрами понимают совокупность дискретных значений физической величины или непрерывные функции, которые характеризуют какую либо систему или процесс. Исследуемой величиной могут быть: частота колебаний, энергия, длина волны, импульс, масса, время пролета частицами заданного расстояния.

Процессы в исследуемых материалах чаще всего характеризуют в терминах частот, длин волн и соответствующих квантов электромагнитных колебаний. В зависимости от используемого диапазона частот это могут быть радио-, оптические (в видимой, инфракрасной (ИК) и ультрафиолетовой (УФ) частях спектра) или рентгеновские методы и средства.

В табл.11.1 приведены некоторые основные методы спектроскопии, используемые для анализа поверхностных слоев твердых тел, классифицированные согласно типу частиц, используемых для возбуждения спектра и частиц - носителей информации о составе вещества. Методы электронной спектроскопии основаны на измерении энергетического спектра

электронов, испускаемых с поверхности твердого тела под действием тех или иных возбуждающих факторов.

Различают спектры испускания, поглощения и рассеяния. Они могут быть дискретными или непрерывными, т.е. состоять из отдельных линий или сплошных полос. Первые характерны для отдельных атомов, малоатомных молекул, кластеров, квантовых точек и т.п., вторые - для жидкостей, твердых тел при повышенных температурах. Рассмотрим некоторые из используемых методов спектральных исследований.

## **11.1. Оже-электронная спектроскопия**

### **11.1.1. Физические основы Оже-спектроскопии**

Это раздел электронной спектроскопии, основанный на измерении энергии и интенсивности эмиссии Оже-электронов, которая возникает в результате безызлучательного перехода электронов с верхних электронных уровней на короткоживущие вакантные нижние (см. рис. 11.1, где показаны и другие электронные переходы, соответствующие некоторым физическим эффектам и области их применения).

В электронной Оже-спектроскопии (ЭОС) для возбуждения используется пучок электронов, называемых *первичными электронами*. Обычно применяются первичные электроны с энергией от 1 до 25 кэВ. Рассмотрим процессы, происходящие в твердом теле под действием первичных электронов. Во-первых, имеет место *упругое рассеяние электронов* на потенциале электронных оболочек атомов. Электроны, покинувшие образец после одного или нескольких актов упругого рассеяния, имеют ту же энергию, что и первичные электроны.

Часть энергии первичных электронов (рис.11.2) может быть передана в результате неупругого рассеяния электронам внутренних оболочек атомов, в результате чего последние, вместе с неупругорассеянными первичными электронами могут эмитироваться с поверхности твердого тела. Эти

электроны называют *вторичными*, их количество в спектре быстро падает с ростом энергии.

Таблица 11.1

Основные методы спектроскопии, используемые для  
диагностики состава поверхностных слоев

Средства возбуж- дения  Носители информа- ции	Фотоны	Электроны	Ионы
Фотоны	<b>РФС</b> (рентгенов- ская флуорес- центная спектро- скопия)	<b>РЭС</b> (рентге- новская эмис- сионная спек- троскопия)	<b>ИРС</b> (ион- но-рентге- новская спектро- скопия)
Электроны	<b>РФЭС</b> (рентге- новская фото- электронная спектроскопия) <b>УФЭС</b> (ультра- фиолетовая фото- электронная спектроскопия)	<b>ЭОС</b> (элек- тронная Оже- спектроскопия)	<b>ИОС</b> (ион- ная Оже- спектро- скопия)
Ионы	<b>ЛМС</b> (лазерная масс- спектрометрия)	<b>ИМС</b> (искро- вая масс- спектрометрия)	<b>ВИМС</b> (вторично- ионная масс-спект- рометрия)

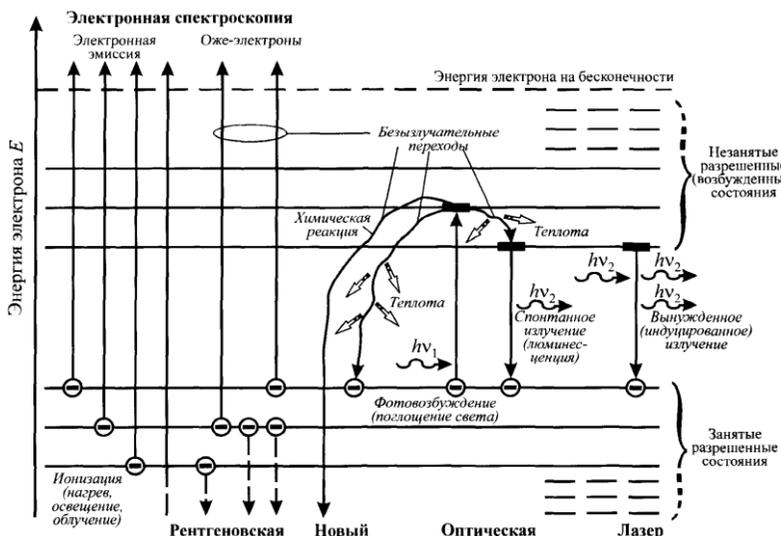


Рис. 11.1. Схематическое изображение некоторых электронных процессов в твердых телах при облучении и путей их использования

. Образовавшаяся за счет неупругого столкновения вакансии на оболочке атома через короткое время ( $\tau \sim 10^{-16}$  с) заполняется электроном одного из вышележащих уровней. Избыток энергии может пойти на испускание *рентгеновского кванта*<sup>1</sup> или передан третьему электрону, который может быть испущен атомом. Кинетическая энергия этого электрона зависит от разности потенциальных энергий начального (уровень K), промежуточного ( $L_1$ ) и конечного состояния ( $L_2$ ), поэтому спектр энергии таких электронов будет *характеристичен* для атомов каждого химического элемента.

<sup>1</sup> Спектр эмиссии рентгеновских квантов является характеристичным и может быть использован для химического анализа; соответствующий метод называют рентгеновской эмиссионной спектроскопией

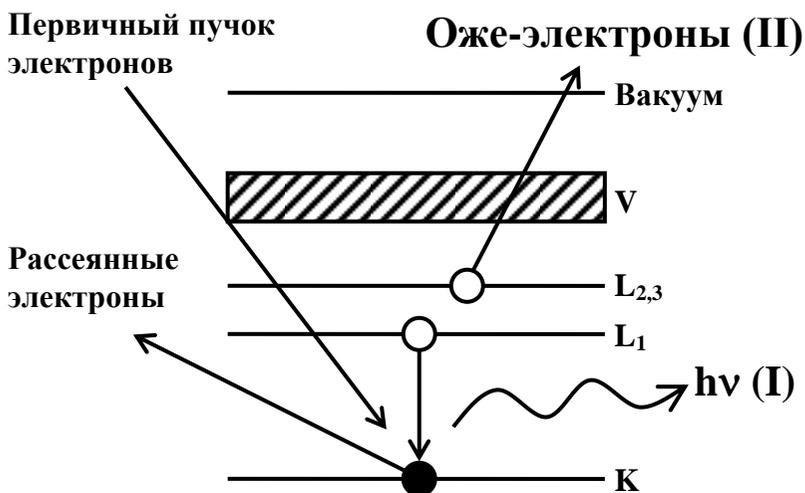


Рис. 11.2. Схема процесса возбуждения электронов, приводящего к образованию характеристического рентгеновского излучения (I) или Оже-электронов (II)

Процесс заполнения вакансии за счет электронных переходов между внутренними оболочками атома с передачей избытка энергии третьему электрону называется *эффектом Оже*, а эти электроны – *Оже-электронами*. Таким образом, в основе метода ЭОС лежат такие процессы, как ионизация внутренних атомных уровней первичным электронным пучком, безызлучательный Оже-переход и выход Оже-электрона в вакуум, где он регистрируется при помощи электронного спектрометра.

Точно также, как и при возбуждении электронным пучком, Оже-электроны могут испускаться и в том случае, когда вакансия на внутренней электронной оболочке атома создается под действием ускоренных ионов или за счет поглощения рентгеновского кванта с испусканием фотоэлектрона. Соответствующий метод называется Оже-спектроскопией с ионным или рентгеновским возбуждением. Эффект Оже был открыт в 1925 году Пьером Оже, работавшим с рентгеновскими лучами.

На рис. 11.3 качественно представлен типичный спектр электронов, испускаемых твердым телом под действием пучка высокоэнергетичных первичных электронов с энергией  $E_p$ . На нем обычно наблюдаются сильный пик упругорассеянных электронов с максимумом около  $E_p$  и низкоэнергетическая полоса вторичных электронов. Оже-электроны дают небольшие пики на кривой энергетического распределения  $N(E)$  на сильном фоне вторичных электронов. Выделение спектра Оже-электронов на этом фоне представляет собой весьма трудную экспериментальную задачу. Метод, в котором возбуждаемые электронным пучком Оже-электроны используются для идентификации компонентов на поверхности, был предложен в 1953 году Лэндером, однако широкое применение Оже-спектроскопии для химического анализа началось после 1968 года, когда Харрис предложил дифференцировать кривые энергетического распределения  $N(E)$  для подавления фона вторичных и неупругорассеянных Оже-электронов.

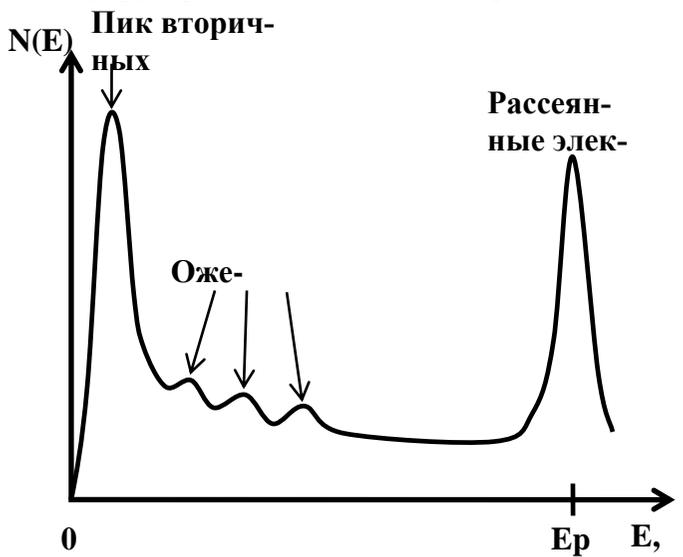


Рис. 11.3. Типичный спектр вторичных, рассеянных и Оже-электронов

На рис. 11.4 в качестве примера приведен Оже-спектр серебра в интегральной и дифференциальной форме.

Рассмотрим подробнее связь энергетического положения Оже-линии в спектре с энергетическим спектром атомов вещества. Пусть первичная вакансия образовалась в К-оболочке атома, соответствующий уровень имеет энергию  $E_K$  (рис.11.2), и она заполняется электроном из L-оболочки, имеющим энергию  $E_{L1}$ , а разность энергии  $E_{L1} - E_K$  передается электрону с уровня  $L_2$ . Энергия Оже-электрона будет

$$E_m = E_K - E_{L1} - E_{L2} - \varphi_A, \quad (11.1)$$

где  $\varphi_A$  – работа выхода анализирующего электрода спектрометра. Рассмотренный Оже-переход идентифицируется как переход  $KL_1L_2$ . Возможен целый ряд подобных переходов ( $KL_1L_1$ ,  $KL_1L_2$ ,  $M_2M_4M_4$ , ...) с разными вероятностями. Характерной особенностью метода Оже-спектроскопии является то, что энергия Оже-электронов не зависит от энергии электронов возбуждающего пучка, а определяется исключительно разницей энергий электронных уровней атомов элемента и, в некоторой степени, его химическим окружением.

В отличие от ЭОС, в методе рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС) спектральное положение характеристических пиков фотоэлектронов зависит от энергии возбуждающего рентгеновского кванта  $h\nu$  и энергии уровня (например  $E_k$ ), с которого выбит фотоэлектрон:

$$E_m = h\nu - E_k - \varphi_A. \quad (11.2)$$

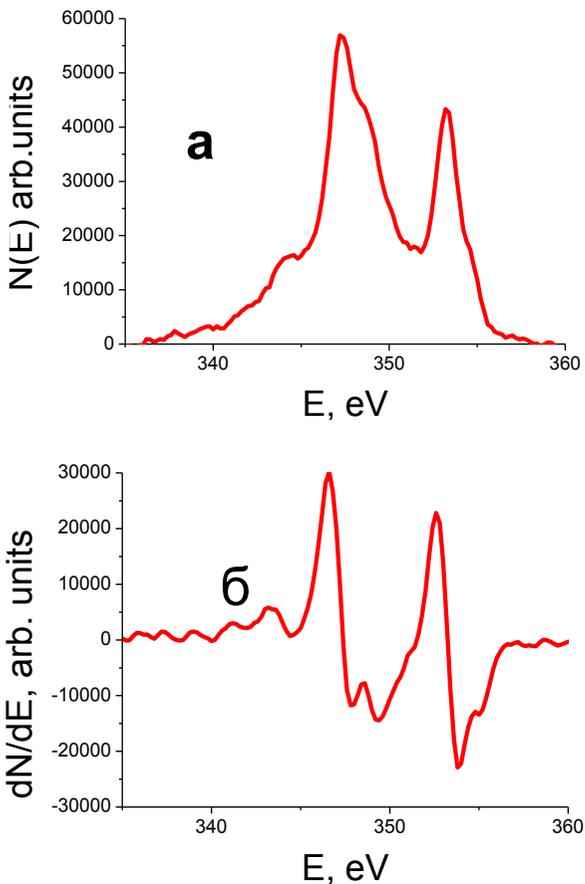


Рис. 11.4. Оже-спектр Ag:

а - интегральный  $N(E)$ ; б - дифференцированный  $dN/dE$

Поскольку для Оже-процесса нужны, по крайней мере, два энергетических уровня и три электрона, в отдельных атомах Н и Не Оже-электроны возникать не могут. Точно так же не могут быть источниками Оже-электронов изолированные атомы Li, имеющие на внешней оболочке один электрон. Все остальные элементы могут быть идентифицированы методом

ЭОС. Наиболее вероятные Оже-переходы, наблюдаемые в электронной Оже-спектроскопии, представлены на рис. 11.5. Это переходы электронов между соседними орбиталями, т.е. серии KLL, LMM, MNN, NOO и OOO. Хотя, как говорилось выше, Оже-эффект в изолированных атомах Li невозможен, в твердом теле валентные электроны обобщены, а потому возможны переходы типа KVV с участием валентных электронов. Это позволяет определять литий методом ЭОС в различных соединениях.

Как упоминалось выше, заполнение вакансии на внутренних оболочках может происходить как с эмиссией Оже-электрона, так и с излучением рентгеновского кванта (рис. 11.6). Вероятность релаксации в результате Оже-эмиссии превышает вероятность испускания рентгеновского кванта для относительно неглубоких уровней с энергией не превышающей  $\sim 2$  эВ. Это утверждение справедливо для всех атомных уровней – K, L, M, N и т.д.

Метод ЭОС, как и другие методы электронной спектроскопии, позволяет получать информацию только о составе приповерхностных слоев образца. Причиной этого является малая средняя длина свободного пробега электронов с энергией, типичной для Оже-электронов (50 – 2000 эВ) вследствие их интенсивного неупругого рассеяния в твердом теле. Оже-электроны, отдавшие энергию на возбуждение плазменных колебаний, на возбуждение внутренних оболочек или на межзонные переходы, исключаются из наблюдаемых характеристических Оже-пиков и становятся частью почти однородного фона вторичных электронов, на который накладываются Оже-пики.

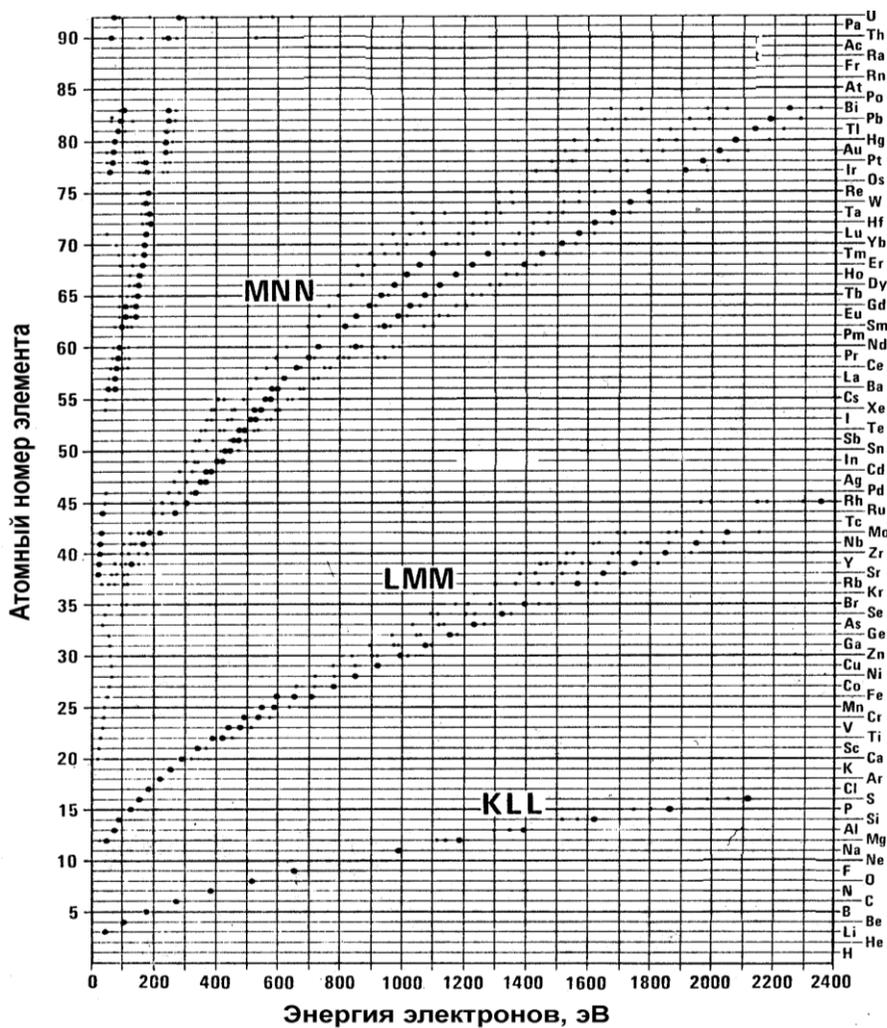


Рис. 11.5. Наиболее четко выраженные Оже-переходы, наблюдаемые в ЭОС. Точки, имеющие более интенсивную черную окраску, представляют собой наиболее вероятные Оже-переходы

**Вероятность выхода  
электронов, относ. ед.**

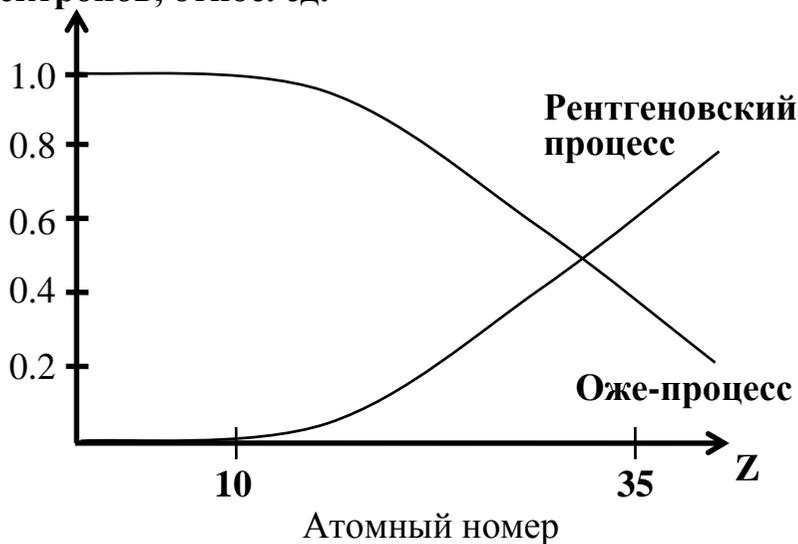


Рис. 11.6. Относительные вероятности релаксации после образования дырки на *K*-оболочке путем эмиссии Оже-электрона и путем испускания рентгеновских фотонов с характеристической энергией

На рис. 11.7 показана зависимость глубины выхода Оже-электронов от их энергии. Глубина выхода слабо зависит от вида матрицы, т.к. основные механизмы потерь включают в себя возбуждение электронов валентной зоны, а плотность валентных электронов не является сильно меняющейся функцией *Z*. Фактически, эмиссия за пределы твердого тела оказывается заметной только для Оже-электронов, испущенных атомами поверхности и приповерхностных слоев (2 – 5 монослоев). В силу этого, метод Оже-спектроскопии чувствителен к составу атомов на поверхности и нескольких приповерхностных слоев образца. Уже при наличии на поверхности исследуемого образца одного монослоя

адсорбата, линии веществ, составляющих адсорбат, доминируют в Оже-спектре.

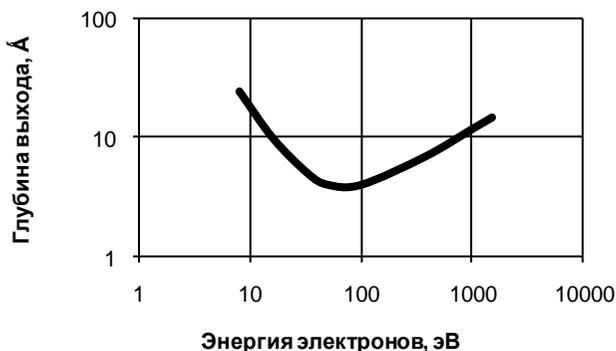


Рис. 11.7. Зависимость глубины выхода Оже-электронов от их энергии

Ввиду этого, анализ твердых тел методом Оже-спектроскопии необходимо проводить в условиях сверхвысокого вакуума ( $p \sim 10^{-10}$  Торр), позволяющего исследовать атомно-чистые поверхности.

Поскольку в Оже-электронной эмиссии могут участвовать электроны валентных оболочек атомов, участвующих в образовании химических связей, форма линии и энергия максимума зависят от химического окружения атомов вещества. В силу этого из Оже-спектров можно получать информацию о химической связи в исследуемом веществе. Если имеется сильная химическая связь между двумя или большим числом атомов, то внутренние гибридные электронные уровни могут сдвинуться на несколько электронвольт по сравнению с их энергией в изолированных атомах (так называемые химсдвиги). На рис. 11.8. в качестве примера приведены дифференциальные Оже-спектры атомов Si в образцах на основе диоксида кремния и элементарного кремния в области перехода LVV кремния.

При ионной связи электронные уровни электроотрицательных элементов сдвигаются в сторону меньших энергий, а электроположительных – в сторону более высоких энергий. Соответствующий химический сдвиг в кинетической энергии Оже-электрона наблюдается экспериментально. Если с изменением химического состава меняется электронная плотность состояний в валентной зоне, то наблюдается изменение формы Оже-пиков, обусловленных переходами, в которых участвуют валентные электроны.

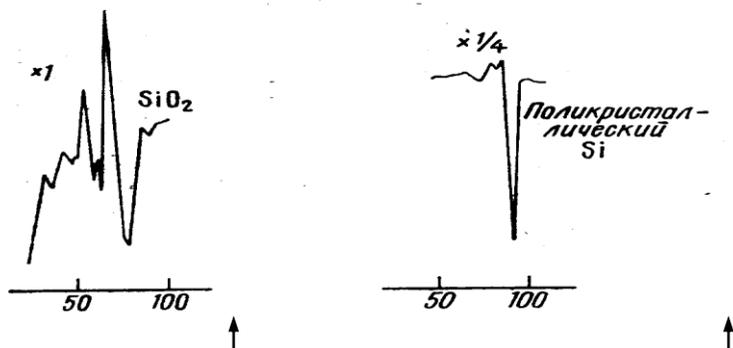


Рис. 11.8. Спектры Оже-электронов кремния, соответствующие переходу LVV для  $\text{SiO}_2$  (76 эВ) и Si (92 эВ)

Тонкая структура Оже-спектров не всегда обусловлена лишь распределением электронной плотности в валентной зоне. Оже-электроны, выходящие с поверхности, могут терять дискретные количества энергии, отдавая ее на возбуждение плазмонов, ионизацию внутренних уровней, межзонные возбуждения, чему соответствуют различные пики. В Оже-спектре такие пики будут иметь характерные энергии, меньшие, чем энергия основной линии. При формировании тонкой структуры Оже-спектра основное значение имеют плазмонные потери. Плазмоны – квазичастицы, которые могут

создаваться быстрыми электронами, теряющими дискретные количества энергии на возбуждение коллективных колебаний плазмы твердого тела. Плазмонные потери энергии есть величина, характерная для данного твердого тела и изменяющаяся при изменении химического состава.

Сдвиг спектра также может происходить вследствие накопления заряда на поверхности из-за малой проводимости образца. При этом также может происходить уширение энергетических линий на Оже-спектре и уменьшение отношения сигнал/шум. В случае металлического или сильнолегированного полупроводникового образца зарядки поверхности не происходит, в отличие от образца с плохой проводимостью. Рассмотрим подробнее второй случай.

На поверхности присутствует некий не равный нулю потенциал  $\phi_s$ , который может изменяться (рис. 11.9). После включения электронной пушки происходит перераспределение заряда и токов. Так как ток Оже-электронов пренебрежимо мал, то формула для распределения токов будет выглядеть следующим образом:

$$I_p = I_{SE} + I_D. \quad (11.3)$$

Ток через образец постоянен и зависит только от проводимости образца, тогда из (11.3) видно, что на перераспределение токов, а, следовательно, и заряда могут оказывать влияние изменение тока первичного пучка ( $I_p$ ) и изменение тока вторичных электронов ( $I_{SE}$ ). Первый может изменяться за счет нестабильности тока во времени, за счет нестабильности фокусирующей системы и за счет перемещения пучка. Второй может претерпевать изменения за счет перемещения пучка на участок с другим коэффициентом выхода вторичных электронов. Изменение соотношения (11.3) приводит к тому, что разность потенциалов  $\phi_A - \phi_s$  изменяется,

следствием чего и является сдвиг линий спектра, а также их размытие и искажение.

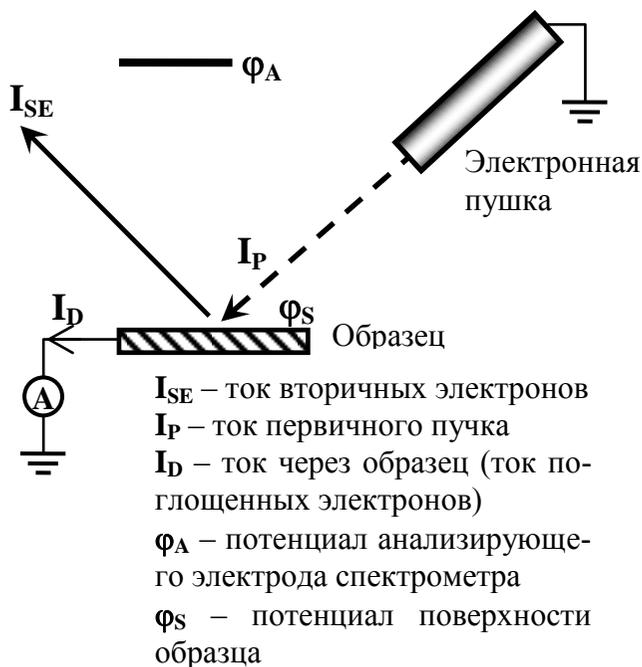


Рис. 11.9. Схематическое изображение распределения токов и потенциалов в системе электронная пушка – образец – анализатор

Существует несколько способов, позволяющих избежать зарядки образца:

1. Для стока заряда на поверхность образца с плохой проводимостью сначала напыляют тонкую пленку металла, а затем узким пучком ионов протравливают отверстие, в которое затем позиционируют электронный зонд. При этом расстояние от анализируемого участка до металлического контакта будет небольшим, что способствует стеканию заряда;

2. Для компенсации заряда на поверхности в

дополнение к электронному зонду на нее направляют пучок медленных ( $E=5-10$  эВ) электронов, радиус которого в несколько раз превышает диаметр зонда. Ток этого пучка регулируют таким образом, чтобы в стационарном режиме полный ток двух электронных пучков точно компенсировал заряд, уносимый вторичными электронами и стекающий через образец;

3. Заряд можно устранить путем подбора угла падения электронного пучка на поверхность, изменяя угол позиционирования с помощью манипулятора. Так как коэффициент выхода вторичных электронов сильно зависит от угла падения первичных, то в ряде случаев удается подобрать некий угол, при котором изменение заряда поверхности во времени будет нулевым.

### **11.1.2. Аппаратура и методика измерений Оже-спектра**

В первых коммерческих Оже-спектрометрах (70 - 80 гг XX в.) в качестве диспергирующего элемента применялся анализатор энергии электронов типа "*цилиндрическое зеркало*" (АЦЗ), также часто называемый «цилиндр Венальда». Этот анализатор состоял из двух концентрических цилиндров. Энергия электронов, проходящих через щели и попадающих в детектор, определяется напряжением между обкладками цилиндрического конденсатора  $U$ . Измерением этого напряжения осуществляется развертка спектра. Кроме него, на цилиндр подается модулирующее переменное напряжение с амплитудой  $\Delta \ll U$ . С помощью подачи модулирующего сигнала производится аппаратное дифференцирование спектра: сигнал, поступающий с выхода синхронного усилителя, пропорционален  $dN(E)/dE$ . Использование модуляционной методики позволяет значительно повысить величину отношения сигнал/шум в регистрируемом спектре.

В современных электронных спектрометрах чаще применяется *полусферический анализатор* энергий (ПСА),

схема которого представлена на рис. 11.10. Этот анализатор состоит из коллиматора, где электронный пучок становится параллельным и фокусируется, и полусферического конденсатора.

Уравнение анализатора выглядит следующим образом:

$$eV_0 = E \left( \frac{R_2}{R_1} - \frac{R_1}{R_2} \right), \quad (11.4)$$

где  $V_0$  – напряжение между полусферическими электродами,  $E$  – энергия пропускания электронов,  $R_1$  и  $R_2$  – радиусы внутренней и внешней сферы энергоанализатора.

Развертка спектра в полусферическом анализаторе энергий может осуществляться двумя способами. В режиме *постоянного задерживающего потенциала* между входной и промежуточной линзой подается постоянное напряжение задержки  $\varphi_s$ , а развертка по энергии электронов производится изменением напряжения между полусферами (рис. 11.10). Этот режим удобен для анализа электронов с малыми энергиями (до 150 эВ), так как в этом случае задерживающим напряжением отсекается интенсивный пик низкоэнергетичных вторичных электронов, и, как следствие, повышается чувствительность и разрешение.

В режиме *постоянного потенциала полусферических электродов* напряжение между полусферическими электродами  $V_0$  остается постоянным, а развертка по энергии электронов осуществляется изменением напряжения задержки. Этот режим удобен для детектирования электронов с энергиями свыше 150 эВ.

В качестве детекторов на выходе анализатора используются вторичные электронные умножители (ВЭУ). Одна из конструкций ВЭУ представляет собой свернутую в спираль стеклянную трубку (рис. 11.11), внутренняя стенка которой покрыта материалом с высоким коэффициентом

выхода вторичных электронов. При многократном соударении электронов в ВЭУ образуется электронная лавина, которая формирует импульс тока, регистрируемый счетной электронной схемой.

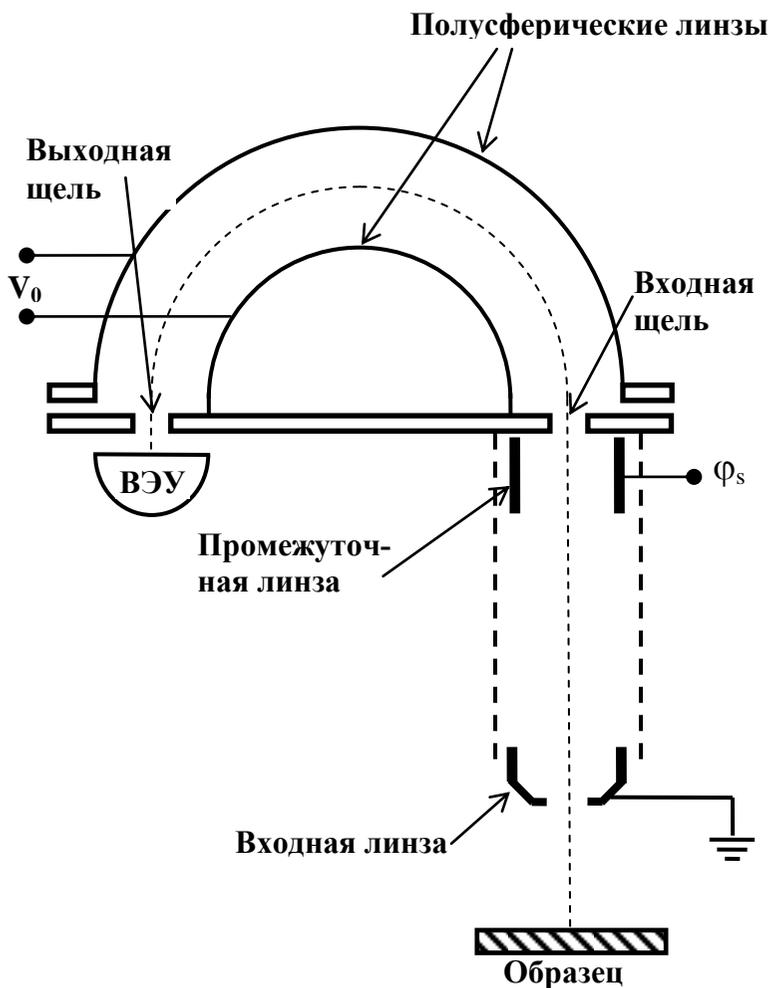


Рис. 11.10. Схематическое изображение полусферического энергоанализатора

Импульсный, электронно-счетный режим регистрации Оже-электронов часто применяется в современных спектрометрах с компьютерным управлением. При этом получается Оже-спектр в интегральной форме  $N(E)$ . Для того, чтобы произвести аппаратное дифференцирование спектра, модулирующий сигнал может подаваться как между полусферическими электродами, так и на промежуточную линзу.

Основные отличия двух наиболее широко используемых анализаторов, АЦЗ и ПСА, заключаются в следующем. В АЦЗ полный телесный угол сбора электронов составляет около  $1 \text{ ср}$ , тогда как в ПСА он составляет около  $10^{-2} \text{ ср}$ . Таким образом "светосила" АЦЗ примерно в 100 раз больше, чем у ПСА. Естественно, что больший угол сбора приводит к увеличению интенсивности сигнала в спектрометрах с анализатором в виде цилиндрического зеркала. Однако, разрешающая способность спектрометра с ПСА обычно в 2 – 3 раза лучше для того же отношения сигнала к шуму в спектре, чем при использовании цилиндрического зеркала.

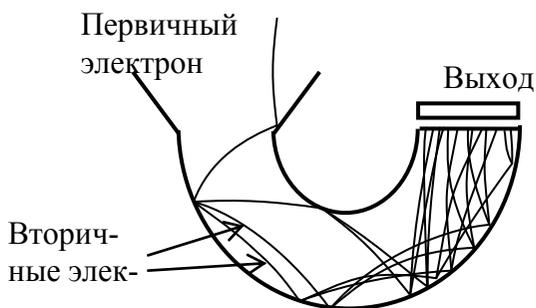


Рис. 11.11. Схема вторичного электронного умножителя (ВЭУ)

### 11.1.3. Методика подготовки образцов

Перед проведением исследований методом электронной Оже-спектроскопии поверхность образца необходимо специальным образом подготовить. Как было сказано выше, Оже-электроны эмитируются из поверхностного слоя (толщиной порядка 0.5-2 нм). Следовательно, при наличии на поверхности образца адсорбата и/или окисла, спектр будет содержать линии адсорбата (в частности, углерода) и кислорода, информация о составе анализируемого образца будет искаженной.

Существует ряд способов препарирования поверхности.

1. Термический отжиг в вакууме позволяет для некоторых веществ, не критичных к высоким температурам, удалить как пленку адсорбата, так и оксидную пленку.

2. Скалывание образца в вакууме позволяет получить моноатомно-чистую поверхность. Этот метод особенно хорошо подходит для анализа монокристаллов, имеющих плоскость спайности, таких, например, как GaAs.

3. Ионное травление – стандартный метод очистки поверхности от загрязнений и окисла. Принцип этого метода заключается в распылении поверхностного слоя твердого тела под действием бомбардировки ионами инертного газа (обычно Ar) с энергией  $\sim 5$  кэВ, для чего в состав Оже-спектрометра обычно входит ионная пушка.

Ионное травление в ЭОС используется не только для очистки поверхности образцов перед измерением, но и для получения профилей изменения состава образца по глубине. Ионный пучок создает на поверхности образца кратер (рис. 12), диаметр которого (обычно 5-20 мм) намного больше диаметра электронного зонда ( $\sim 0,5$  мм). Профиль концентрации по глубине получают путем непрерывной регистрации элементного состава на дне кратера в ходе распыления (или после прекращения травления). Ионная бомбардировка, проводимая одновременно с электронной, оказывает малое влияние на Оже-

анализ, поскольку число вторичных электронов, возбуждаемых ионным пучком, намного меньше, чем при возбуждении первичным электронным пучком.

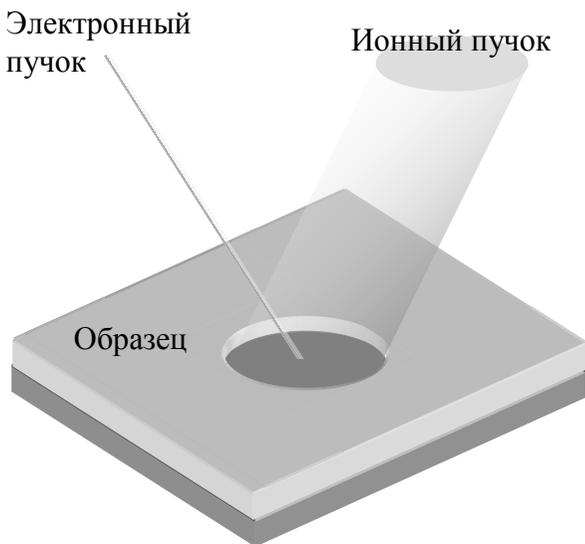


Рис. 11.12. Послойный элементный анализ методом ЭОС с ионным травлением

При послойном анализе разрешение по глубине определяется несколькими факторами. К ним относятся однородность ионного пучка на исследуемом участке поверхности, глубина выхода Оже-электронов и однородность образца. Потерями в разрешении из-за неоднородности ионного пучка можно пренебрегать в тех случаях, когда его размеры велики по сравнению с электронным пучком. Вклад глубины выхода составляет несколько ангстрем и остается постоянным в процессе распыления. Наиболее важным фактором, ограничивающим разрешение по глубине, является неоднородность образца, обусловленная неодинаковой толщиной тонких пленок на исследуемых поверхностях,

наличием поликристаллических зерен, сравнимых по размерам с толщиной пленки, а также образованием выделений элементов пленки. Эти артефакты можно устранить, применив метод деконволюции к полученному профилю концентрации.

Непрерывная регистрация спектра в процессе ионного травления применяется также для контроля очистки поверхности. Уменьшение и последующее исчезновение линии углерода (если углерод не входит в состав исследуемого образца) свидетельствует об удалении адсорбата, кислорода – о полном стравливании окисла.

#### **11.1.4. Качественный и количественный анализ**

Цель качественного анализа поверхности твердых тел методом ЭОС – определить наличие того или иного элемента, получить, если это возможно, информацию о химических связях этого элемента с компонентами матрицы и дать приблизительную оценку его концентрации.

Количественный анализ методом ЭОС применяется для определения концентрации присутствующих на поверхности элементов с указанием границ доверительного интервала или стандартного отклонения для измеренной величины содержания компонента. Точность элементного анализа определяется возможностями используемой методики анализа.

*Качественный анализ.* После записи Оже-спектра необходимо определить, каким именно химическим элементам соответствуют зарегистрированные максимумы спектра. Для такой идентификации используются справочники с таблицами энергий Оже-переходов и атласы эталонных Оже-спектров.

В процессе обработки и анализа Оже-спектров широко используются такие методы численного анализа экспериментальных данных, как вычитание фона (рис. 11.13), фильтрация шума, дифференцирование спектра  $N(E)$  (см. рис. 11.14) сглаживание, усреднение, аппроксимация формы линии функцией Гаусса:

$$G(x) = \frac{I}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma^2}\right) \quad (11.5)$$

(рис. 11.14а), а также разделение близко расположенных пиков.

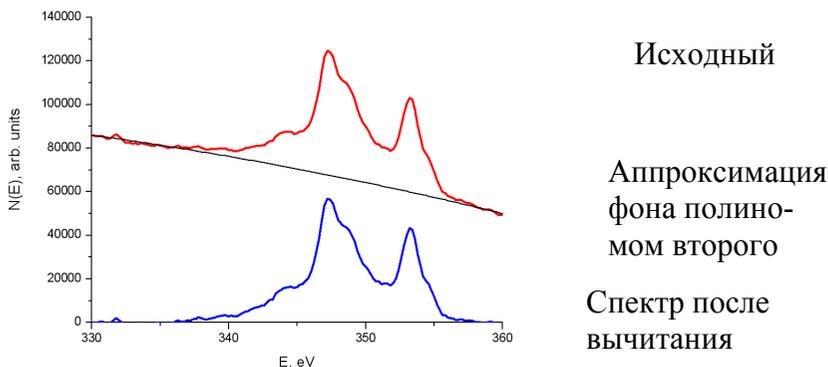


Рис. 11.13. Пример первичной обработки Оже-спектра образца серебра при помощи программы Origin 6.1: вычитание фона

Программные средства для обработки Оже-спектров обычно включают основные методы численного анализа, часто используемые в спектроскопии, а также базы данных об энергиях и относительной интенсивности Оже-переходов.

При использовании функции Гаусса для описания линий в интегральных спектрах  $N(E)$  под энергией максимума  $E_m$  понимают положение максимума (значение параметра  $x_0$ ) подгоночной гауссианы. Ширину пика  $\Delta E$  оценивают как полную ширину гауссианы на уровне 1/2 максимума (FWHM – Full Width at Half Maximum)  $\Delta E = 2\sigma$ . В качестве интенсивности линий берут амплитуду  $A$  или интегральную интенсивность  $I$  (площадь под гауссианой).

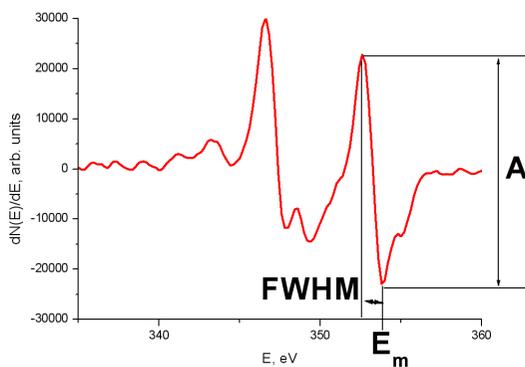
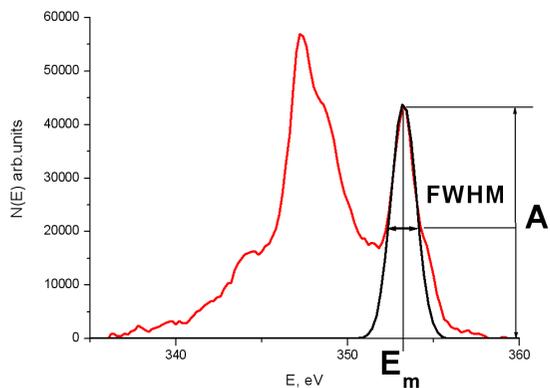


Рис. 11.14. К определению параметров спектральных линий

В дифференциальных спектрах  $dN/dE$  (рис. 11.14б) под величиной  $E_m$  понимают спектральное положение минимума, ширина пика определяется как расстояние между максимумом и минимумом по шкале энергий, интенсивность (амплитуда) - как разность значений в максимуме и в минимуме, под интегральной интенсивностью пика понимают амплитуду, умноженную на ширину.

В результате измерений и математической обработки полученных спектров по положениям пиков, не проводя дополнительных измерений, можно качественно определить наличие того или иного элемента на поверхности и его приближительную концентрацию. В ряде случаев, при регистрации химсдвигов можно определить химическую форму определяемого элемента.

**Количественный анализ.** Для проведения количественного анализа методом ЭОС необходимо установить связь между током Оже-электронов данного элемента и концентрацией этого элемента в поверхностной области. Ток Оже-электронов, возникающих в результате Оже-перехода  $WXY$  в элементе  $\alpha$  можно записать в виде:

$$I_{\alpha}(WXY) = \int_{\Omega} \int_{E_w}^{E_p} \int_0^{\infty} I_p(E, Z) \sigma_{\alpha}(E, E_w) N_{\alpha}(Z) \gamma_{\alpha}(WXY) \exp\left(-\frac{Z}{\lambda}\right) d\Omega dE dZ, \quad (11.6)$$

где  $\Omega$  – возбуждаемый объем,  $E$  – энергия Оже-электронов (распределение энергий Оже-электронов Гауссово или Лоренцево),  $E_p$  и  $I_p(E, Z)$  – энергия и плотность возбуждающего потока первичных электронов,  $E_w$  – энергия внутреннего уровня  $W$ ,  $\sigma_{\alpha}(E, E_w)$  – сечение ионизации внутреннего уровня  $W$ ,  $N_{\alpha}(Z)$  – атомная концентрация элемента  $\alpha$  на глубине  $Z$  от поверхности,  $\lambda$  – глубина выхода Оже-электронов,  $\exp(-Z/\lambda)$  – вероятность выхода Оже-электрона,  $\gamma_{\alpha}(WXY)$  – вероятность Оже-перехода  $WXY$ . Для простоты предполагается двумерная однородность элементного состава в слоях, параллельных поверхности.

Для дальнейшего уточнения можно предположить трехмерную однородность химического состава в области, где значительна вероятность выхода. Кроме того, имеет смысл разделить плотность возбуждающего потока на две компоненты:  $I_p(E, Z) = I_p + I_B(E, Z)$ , где  $I_p$  – первичный возбуждаю-

щий поток,  $I_B(E, Z)$  – возбуждающий поток, вызванный рассеянными первичными электронами. Тогда можно написать:

$$I_\alpha(WXY) = I_p T N_\alpha \gamma_\alpha(WXY) \sigma_\alpha(E, E_w) \lambda (1 + R_B), \quad (11.7)$$

где  $R_B$  – коэффициент обратного рассеяния, а  $T$  – пропускание анализатора.

Чтобы проводить количественный анализ на основе формулы (11.7), необходимо знать с требуемой точностью сечение ионизации, выход Оже-электронов и коэффициент обратного рассеяния. Кроме того, нужно точно измерить абсолютные значения тока Оже-электронов. Анализ усложняется и шероховатостью поверхности, которая обычно уменьшает выход Оже-электронов по сравнению с гладкой поверхностью. Поскольку все эти требования нельзя выполнить в условиях обычного лабораторного Оже-анализа, количественный анализ, основанный на теоретическом определении физических величин, пока что практически невозможен. Тем не менее, существует ряд методов, которые делают возможным количественный анализ методом ЭОС.

#### *1. Метод внешних эталонов.*

В этом методе Оже-спектры исследуемого образца сравнивают со спектрами эталона, содержащего интересующий элемент с известной концентрацией. Концентрацию элемента  $\alpha$  в исследуемом образце  $N_\alpha^P$  можно определить по концентрации этого элемента в эталоне  $N_\alpha^S$ , пользуясь формулой (11.7):

$$\frac{N_\alpha^P}{N_\alpha^S} = \frac{I_\alpha^P}{I_\alpha^S} \frac{\lambda^S}{\lambda^P} \left( \frac{1 + R_B^S}{1 + R_B^P} \right) \quad (11.8)$$

Важным преимуществом такого метода является то, что не нужно знать сечение ионизации и выход Оже-электронов, т.е. все сводится к относительным измерениям. Если состав исследуемого образца близок к составу эталона, то глубина выхода и коэффициент обратного рассеяния выпадают из формулы (11.8), и все сводится к измерению отношения токов. Очевидно, что все сказанное справедливо, если измерения с исследуемым и эталонным образцами проводятся в одинаковых условиях.

Если образец и эталон различаются по составу, то нужно по возможности более точно учесть влияние матрицы на коэффициент обратного рассеяния и на глубину выхода. Кроме того, если из-за различий в матрице изменится форма Оже-пика, то высота Оже-пика в дифференцированном Оже-спектре не может служить точной относительной мерой Оже-тока.

Коэффициент обратного рассеяния можно оценить, сравнив кривые зависимости выхода Оже-электронов от  $E_p$  с теоретическими зависимостями сечения ионизации от  $E_p$  или с данными, характеризующими выход Оже-электронов в зависимости от  $E_p$  для газов, ибо в случае газов коэффициент обратного рассеяния пренебрежимо мал. Коэффициент обратного рассеяния увеличивается с ростом плотности матрицы и энергии первичных электронов. При наличии данных о коэффициенте обратного рассеяния в форме  $R_B(E_p, E_w, D)$ , где  $D$  – массовая плотность матрицы, можно обеспечить достаточную точность для количественного анализа.

## *2. Метод коэффициентов элементной чувствительности.*

Менее точным, но весьма ценным методом количественного анализа является метод, основанный на введении коэффициентов элементной чувствительности. Полагая, что для каждого элемента можно ввести определенный коэффициент чувствительности, атомную концентрацию элемента  $X$  записывают в виде:

$$N_x = \frac{I_x}{S_x \sum_{\alpha=1}^N \frac{I_\alpha}{S_\alpha}}, \quad (11.9)$$

где  $S_\alpha$ ,  $S_x$  – коэффициенты относительной чувствительности к элементу  $\alpha$  и  $x$ , соответственно. Очевидно, что, вводя коэффициенты чувствительности, не зависящие от матрицы, мы пренебрегаем изменением обратного рассеяния и глубины выхода в зависимости от материала, и, следовательно, метод, в общем, является полуколичественным. Два важных преимущества такого метода – отсутствие эталонов и нечувствительность к шероховатости поверхности. Последнее объясняется тем, что все Оже-пики одинаковым образом зависят от топографии поверхности.

### 3. Метод учета коэффициентов выхода.

Интенсивность линии интересующего элемента в этом методе относится не к суммарной интенсивности всех линий, наблюдаемых в Оже-спектре, а к интенсивности линии эталона. Для каждого элемента можно ввести определенный коэффициент выхода  $D$  (зависящий от энергии первичного пучка и от матрицы). Коэффициентом выхода называется количество эмитированных Оже-электронов в расчете на один первичный электрон. Атомная концентрация элемента  $X$  рассчитывается путем сравнения интенсивности его линии  $I_x$  с интенсивностью линии эталона  $I_{et}$ , измеренной в тех же условиях:

$$N_x = \frac{I_x}{D_x} \frac{D_{et}}{I_{et}}, \quad (11.10)$$

где  $D_x$  и  $D_{et}$  – коэффициенты выхода Оже-электронов для исследуемого и эталона, соответственно. В качестве эталона в методе ЭОС обычно используется серебро (линия MVV,  $E_m = 354$  eV). Значения коэффициентов выхода для каждого элемен-

та для разных значений  $E_p$  (энергии первичного пучка) приведены в справочниках.

## **11.2. Другие методы электронной спектроскопии**

В заключение изложения физических основ метода Оже-спектроскопии и его практического применения кратко рассмотрим основные характеристики распространенных методов электронной спектроскопии для диагностики поверхности и приповерхностных слоев (табл. 11.2).

### **11.2.1. Метод фотоэлектронной спектроскопии (РФЭС)**

В основе метода фотоэлектронной спектроскопии лежит явление внешнего фотоэффекта – испускание электронов атомами вещества под действием рентгеновского или ультрафиолетового электромагнитного излучения. Соответственно этому, различают рентгеновскую фотоэлектронную спектроскопию (РФЭС) и ультрафиолетовую фотоэлектронную спектроскопию (УФС). Энергия фотоэлектронов зависит от энергии электронных оболочек (термов), с которых они были испущены, поэтому спектр фотоэлектронов характеричен для атомов каждого химического элемента, что и делает возможным применение методов фотоэлектронной спектроскопии для диагностики химического состава, т.е. анализа. Основными достоинствами метода РФЭС по сравнению с ЭОС являются более высокая разрешающая способность. Метод РФЭС в наши дни хорошо развит и широко применяется обычно для выяснения химического состояния компонентов твердого тела и адсорбатов. За развитие метода РФЭС К.М Зигбану в 1981 была присуждена Нобелевская премия в физике.

Таблица 11.2

Некоторые характеристики методов РФЭС, УФС и ЭОС

	РФЭС	УФС	ЭОС
Возбуждающие частицы	фотоны	фотоны	электроны
Энергия возбуждающих частиц	~1000 – 1500 эВ (MgK <sub>α</sub> , Al, Cu, W)	2 – 15 эВ	3 – 10 кэВ
Область, откуда эмитируются характеристичные частицы	Латеральный размер – диаметр рентгеновского пучка Глубина – 0.5 – 2 нм	Латеральный размер – диаметр УФ пучка. Глубина – 1–3 нм	Латеральный размер – диаметр электронного пучка Глубина – 0.5 – 2 нм
Энергия регистрируемых частиц	10 – 2 500 эВ	1 – 10 эВ	10 – 2 500 эВ
Естественная ширина линий в спектре, ΔE/E·100%	~0.2%	~0.2%	~0.5%
Относительный предел обнаружения, % ат (ат/см <sup>2</sup> )	~0.1 (~10 <sup>13</sup> )	~0.1 (~10 <sup>13</sup> )	~0.1 (~10 <sup>13</sup> )
Особенности	Значительная величина химсдвига линий спектра. Значение энергий линий в фотоэлектронном спектре зависит от энергии возбуждающих квантов (фотонов)		Энергия линий в спектре не зависит от энергии возбуждающего пучка. Возможна высокая локальность (до 10 нм)
Применение	Исследование природы химсвязи компонентов твердого тела	Исследование электронной структуры валентной зоны твердых тел	Качественный и полуквантитативный элементный анализ твердых тел. В отдельных случаях – изучение химсдвигов

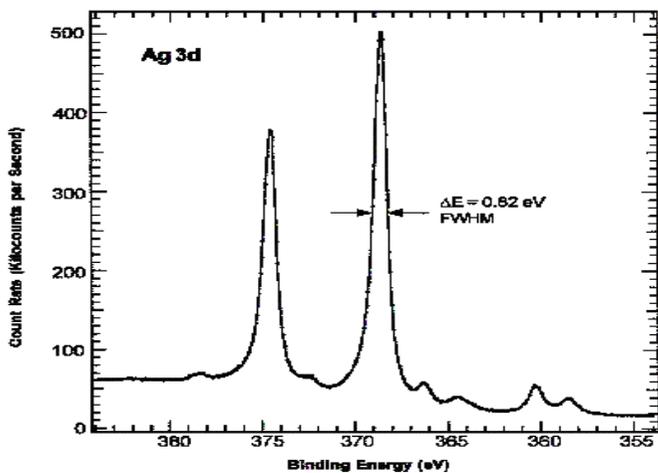
### **11.2.2. Метод ультрафиолетовой спектроскопии**

При возбуждении электромагнитным излучением ультрафиолетового диапазона фотоэлектроны эмитируются с валентных электронных оболочек атомов или из валентной зоны твердого тела. В силу этого в спектрах УФС наиболее ярко выражены химические сдвиги, поэтому этот метод в основном применяется для исследования химических связей и электронной структуры валентной зоны твердых тел.

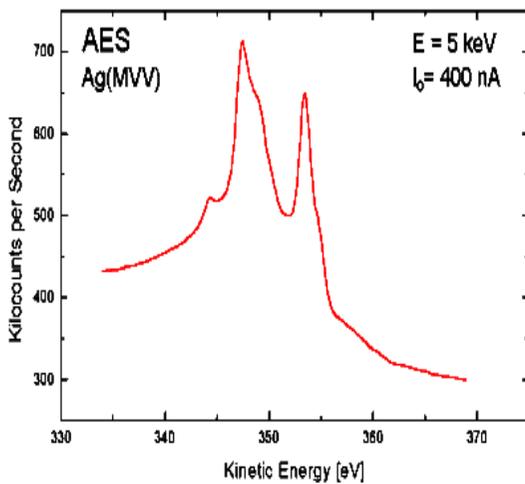
Таким образом, метод электронной Оже-спектроскопии применяется для определения элементного состава поверхности и нескольких приповерхностных слоев атомов твердого тела. По спектру энергий Оже-электронов производится качественный элементный анализ участка поверхности, облучаемого первичными электронами, а по интенсивности спектральных линий - количественный. Также в ряде случаев он позволяет получить информацию о химических связях. Метод ЭОС, проигрывая в спектральном разрешении методам РФЭС и УФС, имеет преимущество перед ними в локальности. Благодаря тому, что диаметр электронного пучка в современных электронных пушках может быть уменьшен до 10-15 нм, а глубина выхода Оже-электронов составляет 2-5 нм, становится возможен локальный элементный анализ областей микро- и нанометровых масштабов (Оже-микроанализ).

### **11.3. Вторично-ионная масс-спектрометрия**

Взаимодействие быстрых ионов с твердым телом приводит к выбиванию атомов и молекул материала как в нейтральном, так и в заряженном состоянии. На таком явлении сравнительного эффективного образования заряженных частиц (вторичных ионов) и на принципе высокочувствительных масс-спектрометрических измерений и основан метод ВИМС.



a



б

Рис. 11.15. Спектр РФЭС (а) и ЭОС (б) серебра. Для сравнения на спектрах (а) и (б) отмечены ширины линий

Наиболее важными характерными особенностями метода, которые вызывают повышенный интерес к нему, являются очень низкий порог чувствительности для большинства элементов (меньше  $10^{-4}$  моноатомного слоя), измерение профилей концентрации малых количеств примесей с разрешением по глубине меньше 50Å, разрешение по поверхности порядка микрометра, возможность изотопического анализа и обнаружение элементов с малыми атомными номерами (H, Li, Be и т. д.).

Основные физические и приборные параметры, характеризующие метод ВИМС, охватываются формулами (11.11) - (11.13). Коэффициент вторичной ионной эмиссии  $S_A^\pm$ , т. е. число (положительных или отрицательных) ионов на один падающий ион, для элемента А в матрице образца дается выражением

$$S_A^\pm = \gamma_A^\pm C_A S, \quad (11.11)$$

где  $\gamma_A^\pm$  - отношение числа вторичных ионов (положительных или отрицательных) элемента А к полному числу нейтральных и заряженных распыленных частиц данного элемента, а  $C_A$  - атомная концентрация данного элемента в образце. Множитель S - полный коэффициент распыления материала (число атомов на один первичный ион). В него входят все частицы, покидающие поверхность, как нейтральные, так и ионы. Величины  $\gamma_A^\pm$  и S сильно зависят от состава матрицы образца, поскольку отношение  $\gamma_A^\pm$  связано с электронными свойствами поверхности, а S в большой степени определяется элементарными энергиями связи или теплотой атомизации твердого тела. Любой теоретический способ пересчета измеренного выхода вторичных ионов в атомные концентрации должен, давать абсолютное значение отношения  $\gamma_A^\pm$  или набор его приведенных значений для любой матрицы.

Вторичный ионный ток  $i_A^\pm$  (число ионов в секунду), измеряемый в приборе ВИМС, дается выражением

$$i_A^\pm = \eta_A S_A^\pm I_p, \quad (11.12)$$

где  $i_A^\pm$  - ионный ток для моноизотопного элемента (для данного компонента многоизотопного элемента ионный ток равен  $f_a i_A^\pm$ , где  $f_a$ ,- содержание изотопа  $a$  в элементе  $A$ ). Величина  $\eta_A$  -эффективность регистрации ионов данного изотопа в используемом приборе ВИМС. Она равна произведению эффективности переноса ионов через масс-анализатор на чувствительность ионного детектора. Множитель  $\eta_A$  обычно можно рассматривать как константу, не зависящую от вида элемента или массы изотопа, если энергетические распределения вторичных ионов примерно одинаковы и имеют максимум при нескольких электрон-вольтах, так что зависящее от массы изменение чувствительности детектора частиц мало. Наконец,  $I_p$  полный ток первичных ионов (число ионов в секунду), падающих на образец.

Конечно, величина  $I_p$  связана с плотностью тока первичных ионов  $D_p$  (число ионов за секунду на  $1 \text{ см}^2$ ) и диаметром пучка  $d$  (см). Если для простоты принять, что сечение пучка круглое, а плотность  $D_p$  тока постоянна в пределах сечения, то

$$I_p = (0,25\pi) D_p d^2. \quad (11.13)$$

Самое важное значение в вопросе о возможностях ВИМС как метода анализа поверхностей имеет взаимосвязь между параметрами пучка первичных ионов, скоростью распыления поверхности и порогом чувствительности для элементов. Из-за отсутствия информации о такой взаимосвязи часто возникают неправильные представления о возможностях метода. Скорость удаления (число монослоев в секунду) атомов мишени при заданной энергии ионов пропорциональна плотности их тока  $D_p$ , а порог

чувствительности при регистрации методом ВИМС (минимальное количество элемента, которое можно обнаружить в отсутствие перекрывания пиков масс-спектра) обратно пропорционален полному току ионов  $I_p$ . Коэффициент пропорциональности между порогом чувствительности ВИМС и  $I_p$  определяется исходя из результатов измерений для ряда элементов в различных матрицах путем приближенной оценки, основанной на экспериментальных значениях для типичных пар элемент - матрица. При построении графика на фиг.5 предполагалось, что площадь захвата анализатора, из которой вторичные ионы отбираются в анализатор, не меньше сечения пучка первичных ионов. Данное условие обычно выполняется в масс-спектрометрии, если диаметр области, из которой поступают ионы, не превышает 1 мм.

Разрешающая способность масс-спектрометров определяется отношением  $R = m/A_m$ ,  $m$  - масса иона;  $A_m$  - разность масс между двумя ближайшими надежно различимыми пиками. В современных спектрометрах  $R$  лежит в диапазоне от сотен до сотен тысяч.

Любой масс-спектрометр содержит ионизатор исследуемого вещества, собственно масс-анализатор, приемник (коллектор) ионов и регистратор полного тока. Весь прибор вакуумируется для беспрепятственного пролета по нему ионных пучков.

Принцип действия большинства масс-анализаторов основан на чувствительности направления и скорости движения ионов к приложенным внешним электрическим и магнитным полям. В зависимости от конструктивных особенностей различают несколько типов масс-спектрометров:

- секторные магнитные и электрические;
- квадрупольные;
- с ловушкой для ионов;
- времяпролетные;
- циклотронные с преобразованием Фурье.

В секторных масс-спектрометрах (рис. 11.16) траектории ионов и место их локализации на коллекторе зависят от отношения  $m/e$ . Это дает возможность сепарировать ионы с разными массами и измерять их число. В различных времяпролетных приборах исходный пакет ионов разделяется на несколько отдельных за счет разного времени пролета заданного расстояния ионами с разной массой, но с одинаковым зарядом. Последовательность импульсов ионного тока, приходящих на коллектор, и образует масс-спектр. Разрешающая способность современных масс-спектрометров может достигать  $10^6$ , что дает возможность легко различать не только отдельные атомы в высокомолекулярных соединениях, но и их изотопы.

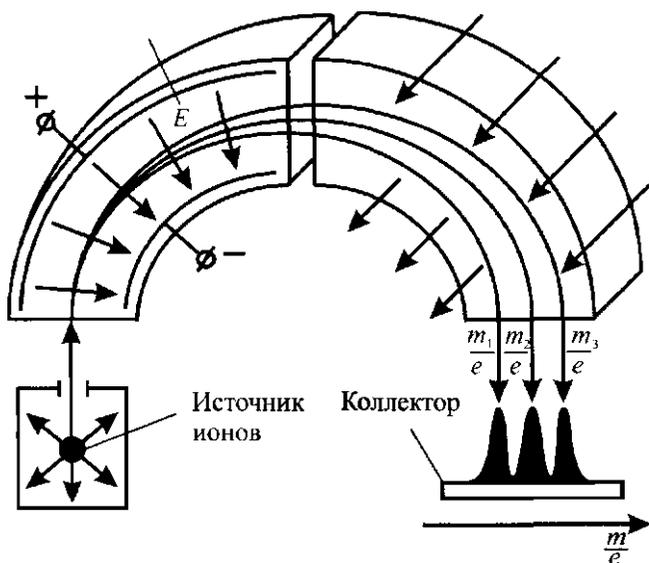


Рис. 11.16. Схема секторного масс-спектрометра с сепарацией ионов во взаимно-перпендикулярных электрических и магнитных полях:

$m$  - масса иона;  $e$  - заряд

Масс-спектрометрия находит разнообразное применение в нано- и биотехнологиях, диагностике болезней, криминалистике, задачах секвенирования ДНК и пептидов. Необходимость быстрого обнаружения токсичных и опасных биологических материалов (в частности, определенных штаммов бактерий, вирусов, белков и пр.) заставила разработать портативные масс-спектрометрические детекторы.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В связи с развитием микро и наноэлектроники – бурно развивающихся отраслей, возрастает роль методов контроля физических параметров материалов электронной техники и приборных структур на их основе. В настоящее время существует два пути развития наноэлектроники – переход к наноэлектронике от микроэлектроники за счет уменьшения размеров элементов интегральных схем до нанометрового масштаба – «подход сверху вниз» и за счет использования молекул и биологических объектов, которые ведут к молекулярной и биоэлектронике – «подход снизу вверх». Наиболее перспективным путем развития считается комбинация молекулярных и биологических объектов с традиционной микроэлектронной техникой. Поэтому дальнейшее развитие экспериментальных методов измерений требует как совершенствование уже существующих, так и разработку принципиально новых методик, основанных на новых физических принципах. При этом важное значение будет иметь автоматизация процесса измерения путем применения ЭВМ, сопряженных с измерительными приборами или встроенных в них.

Другим перспективным направлением экспериментальных методов исследований материалов и твердотельных структур является разработка комплексного измерительного оборудования, включающего несколько методик измерения и анализа полученных результатов. Такой подход позволит освоить массовый выпуск измерительного и аналитического оборудования, предназначенного для различных отраслей народного хозяйства.

## БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Кунце, Х.И. Методы физических измерений [Текст] / Х.И. Кунце. – М.: Мир, 1989. – 216 с.
2. Классен, К.Б. Основы измерений. Электронные методы и приборы в измерительной технике [Текст] / К.Б. Классен. – М.: Постмаркет, 2002. – 352 с.
3. Тартаковский, Д.Ф. Метрология, стандартизация и технические средства измерений [Текст]: учебник для вузов / Д.Ф. Тартаковский, А.С. Ястребов. – М.: Высш. шк., 2002. – 205 с.
4. Методы испытания, контроля и исследования машиностроительных материалов. Т. 1: Физические методы исследования металлов [Текст]. – М.: Машиностроение, 1971. – 554 с.
5. Павлов, Л.И. Методы измерения параметров полупроводниковых материалов [Текст] / Л.И. Павлов. - М.: Высш. шк., 1987. - 239 с.
6. Батавин, Б.Б. Измерение параметров полупроводниковых материалов и структур [Текст]/ Б.Б. Батавин, Ю.А. Концевой, Ю.В. Федорович.- М.: Радио и связь, 1985. – 264 с.
7. Рембеза, С.И. Методы измерения основных параметров полупроводников[Текст] / С.И. Рембеза. - Воронеж: ВГУ, 1989. – 224 с.
8. Рембеза, С.И. Физические методы исследования материалов твердотельной электроники [Текст]: учебное пособие / С.И.Рембеза, Б.М. Синельников, Е.С.Рембеза, Н.И.Каргин. – Ставрополь: СевКавГТУ, 2002. – 432 с.
9. Павлов, П.В. Физика твердого тела [Текст] / П.В. Павлов, А.Ф. Хохлов. - М: Высшая школа, 2000. – 494 с.
10. Пасынков, В.В. Материалы электронной техники [Текст] / В.В. Пасынков, В.С. Сорокин. – СПб.: «Лань», 2002. – 368 с.

11. Шалимова, К.Б. Физика полупроводников [Текст] / К.Б. Шалимова. - М.: Высш. шк., 1986.- 407 с.
12. Горелик, С.С. Материаловедение полупроводников и диэлектриков [Текст] / С.С. Горелик, М.Я. Дашевский. - М.: Металлургия, 1988.- 575 с.
13. Лифшиц, Б.Г. Физические свойства металлов и сплавов [Текст] / Б.Г. Лифшиц, Б.С. Крапошин, Я.Л. Линецкий. - М.: Металлургия, 1980.- 320 с.
14. Постников, В.С. Внутреннее трение в металлах [Текст] / В.С. Постников. - М.: Металлургия, 1974. - 352 с.
15. Новик, А. Релаксационные явления в кристаллах [Текст]: монография / А. Новик, Б. Берри. - М.: Атомиздат, 1975. - 472 с.
16. Тикадзуми, С. Физика магнетизма. Магнитные свойства вещества [Текст] / С. Тикадзуми. - М.: Мир, 1989. - 302 с.
17. Глазов, В.М. Микротвердость металлов [Текст] / В.М.Глазов, В.Н. Вигдорович. - М.: Металлургия, 1969. - 248 с.
18. Кучис, Е.В. Гальвано-магнитные эффекты и методы их исследования [Текст] / Е.В. Кучис. - М.: Радио и связь, 1990. - 264 с.
19. Золотаревский, В.С. Механические свойства металлов [Текст] / В.С.Золотаревский. – М.: Металлургия, 1987. – 346 с.
20. Чечерников, В.И. Магнитные измерения [Текст] / В.И. Чечерников. – М.: МГУ, 1969. – 388 с.
21. Червинский, М.М. Методы и средства измерений магнитных характеристик пленок [Текст] / М.М. Червинский, С.Ф. Глаголев, В.Б. Архангельский. – Л.: Энергоатомиздат, 1990. – 208 с.
22. Черепин, В.Т. Экспериментальная техника в физическом материаловедении [Текст] / В.Т. Черепин.- Киев: Техника, 1968. – 454 с.

23. Золотухин, И.В. Новые направления физического материаловедения [Текст] / И.В. Золотухин, Ю.Е. Калинин, О.В. Стогней. - Воронеж: ВГУ, 2000. – 360 с.

24. Эдельман, В.С. Сканирующая туннельная микроскопия [Текст] / В.С. Эдельман. // ПТЭ. -1989.- № 5. - С. 25-49.

25. Бинниг, Г. Сканирующая туннельная микроскопия – от рождения к юности [Текст] / Г. Бинниг, Г. Рорер // УФН. - 1988. - Т. 154. - Вып. 2. - С. 261-278.

26. Маслова, Н.С. Сканирующая туннельная микроскопия атомной структуры, электронных свойств и поверхностных химических реакций [Текст] / Н.С. Маслова, В.И. Панов // УФН. - 1989. - Т. 157. - Вып. 1. - С. 185-195.

27. Сканирующая зондовая микроскопия биополимеров [Текст] / Под. ред. И.В. Яминского. - М.: Научный мир, 1997. - 88 с.

28. Вертхейм, Г. Эффект Мёссбауэра [Текст] / Г. Вертхейм. - М.: Мир, 1966. - 172 с.

29. Литвинов, В.С. Ядерная гамма-резонансная спектроскопия сплавов [Текст] / В.С. Литвинов, С.Д. Каракишев, В.В. Овчинников. - М.: Металлургия, 1982. - 144 с.

30. Физическая энциклопедия [Текст]. - М.: Большая Российская энциклопедия, 1992. Т. 3.

31. Блантер, М.С. Механическая спектроскопия металлических материалов [Текст] / М.С. Блантер, И.С. Головин, С.А. Головин, А.А. Ильин, В.И. Саррак. - М.: Изд-во “Международная инженерная академия”, 1994. - 254 с.

32. Дитчберн, Р. Физическая оптика [Текст] / Р Дитчберн. – М.: Наука, 1965. – 246 с.

33. Ландсберг, Г.С. Оптика [Текст] / Г.С. Ландсберг. – М.: Наука, 1976. – 178 с.

34. Кринчик, Г.С. Физика магнитных явлений [Текст] / Г.С. Кринчик. – М.: Изд-во МГУ, 1985. - 336 с.

35. Звездин, А.К. Магнитооптика магнитных пленок [Текст] / А.К. Звездин, В.А. Котов. – М.: Наука, 1988. – 186 с.

36. Писарев, Р.В. Физика магнитных диэлектриков [Текст] / Р.В. Писарев. - Л.: Наука, 1974. – 178 с.

37. Кринчик, Г.С. Магнитооптический эффект изменения электронной структуры ферромагнитного металла при повороте вектора намагниченности [Текст] / Г.С. Кринчик, В.С. Гущин // Письма в ЖЭТФ. - 1969. - № 10. - С. 35-39.

38. Кринчик, Г.С. Ориентационный магнитооптический эффект в монокристаллах никеля и кремнистого железа [Текст] / Г.С. Кринчик, Е.А. Ганьшина, В.С. Гущин // ЖЭТФ. - 1971. - Т. 60. - С. 209-219.

39. Быков, И.В. Магниторефрактивный эффект в гранулированных пленках с туннельным магнитосопротивлением [Текст] / И.В. Быков, Е.А. Ганьшина, А.Б. Грановский, В.С. Гущин // ФТТ. - 2000. - Т.42. - С. 487 .

40. Малышев, В.И. Введение в спектральную спектроскопию [Текст] / В.И. Малышев. – М.: Наука, 1979. – 478 с.

41. Головин, Ю.И. Основы нанотехнологий [Текст] / Ю.И. Головин. – М.: Машиностроение, 2012. – 656 с.

42. Миронов, В.Л. Основы сканирующей зондовой микроскопии [Текст] / В.Л. Миронов. – Нижний Новгород: РАН, Институт физики микроструктур, 2004. – 110 с.

43. Головин, Ю.И. Наноиндетирование и его возможности [Текст] / Ю.И. Головин. – М.: Машиностроение, 2009. – 312 с.

## ОГЛАВЛЕНИЕ

Предисловие	3
Введение	4
ЧАСТЬ 1. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ И КОМПОНЕНТОВ ЭЛЕКТРОННОЙ ТЕХНИКИ	11
1. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ	11
1.1. Основные понятия и единицы измерения	11
1.2. Измерение электрического сопротивления металлов и резисторов	13
1.2.1. Метод вольтметра-амперметра	13
1.2.2. Метод непосредственной оценки	18
1.2.3. Электронные омметры	20
1.2.4. Измерительные мосты постоянного тока	23
1.2.5. Метод дискретного счета. Цифровые приборы	28
1.3. Измерение электрической проводимости в полупроводниках и диэлектриках	32
1.3.1. Подготовка образцов к измерениям	32
1.3.2. Методы получения омических контактов	34
1.3.3. Четырехзондовый метод измерения	42
1.3.4. Двухзондовый метод измерения	56
1.3.5. Однозондовый метод измерения распределения удельного электрического сопротивления	58
1.3.6. Измерение электрической проводимости пластин произвольной геометрической формы	61
1.3.7. Высокочастотные бесконтактные методы измерения удельного электрического	

сопротивления	63
1.4. Определение ширины запрещенной зоны полупроводников по температурной зависимости проводимости	66
2. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ ЭФФЕКТА ХОЛЛА	69
2.1. Эффект Холла и сопутствующие ему явления	69
2.2. Основные методы измерения эффекта Холла	74
2.2.1. Метод постоянного магнитного поля и постоянного тока	76
2.2.2. Метод переменного тока или переменного магнитного поля	78
2.2.3. Метод переменного тока и переменного магнитного поля	82
2.3. Определение параметров по измерениям тока Холла	85
2.4. Определение параметров полупроводников из измерений эффекта Холла	88
2.4.1. Определение концентрации донорных и акцепторных примесей по измерению эффекта Холла	88
2.4.2. Определение концентрации доноров и акцепторов по температурной зависимости подвижности	92
2.4.3. Ширина запрещенной зоны	94
3. ИЗМЕРЕНИЕ ПАРАМЕТРОВ НЕРАВНОВЕСНЫХ НОСИТЕЛЕЙ ЗАРЯДА В ПОЛУПРОВОДНИКАХ	95
3.1. Основные параметры	95
3.2. Методы измерения дрейфовой подвижности	96
3.3. Определение коэффициента диффузии	103
3.4. Измерение диффузионной длины методом	

подвижного светового зонда	107
3.5. Измерение времени жизни методом модуляции проводимости точечным контактом	112
3.6. Определение параметров полупроводников путем измерения оптических и фотоэлектрических свойств	117
3.6.1. Электронные переходы и фотопроводимость	117
3.6.2. Измерение стационарной фотопроводимости	123
3.6.3. Определение параметров полупроводников методом затухания фотопроводимости	125
3.6.4. Фазовый и частотный методы измерения времени жизни	131
3.6.5. Измерение спектров поглощения	135
3.6.6. Определение параметров полупроводников из спектров поглощения	141
<b>ЧАСТЬ II. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ КОНСТРУКЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ</b>	147
<b>4. МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ</b>	147
4.1. Классификация и особенности механических испытаний	147
4.2. Методы определения упругих свойств	153
4.3. Испытания на растяжение	157
4.4. Испытания на сжатие	168
4.5. Испытания на изгиб	173
4.6. Испытания на кручение	179
4.7. Испытания на замедленное разрушение	184
4.8. Испытания на ударную вязкость	185
4.9. Испытания на усталость	189
4.10. Испытания на жаропрочность	192

4.10.1. Явление ползучести	193
4.10.2. Испытания на ползучесть	195
4.10.3. Испытания на длительную прочность	199
4.11. Испытания на релаксацию напряжений	202
4.12. Методы измерения твердости	203
4.12.1. Твердость по Бринеллю	205
4.12.2. Твердость по Виккерсу	209
4.12.3. Твердость по Роквеллу	210
4.12.4. Микротвердость	213
4.12.5. Наноиндентирование	215
4.12.6. Другие методы определения твердости	218
5. НЕПОЛНАЯ УПРУГОСТЬ ТВЕРДЫХ ТЕЛ И ВНУТРЕННЕЕ ТРЕНИЕ	220
5.1. Понятие неупругости и внутреннего трения	220
5.2. Меры внутреннего трения	224
5.3. Методы измерения внутреннего трения	231
5.3.1. Метод крутильного маятника	232
5.3.2. Методика измерения внутреннего трения в тонких пленках и фольгах	237
5.3.3. Методики измерения внутреннего трения в области частот $5 \cdot 10^2 - 5 \cdot 10^5$ Гц	246
5.3.4. Измерение затухания в твердых телах в области частот $10^6 - 10^9$ Гц	250
5.3.5. Выбор методики и оценка ошибок при измерении внутреннего трения	256
5.4. Применение метода ВТ для исследования твердых тел	259
5.4.1. Феноменологическое описание релаксационных процессов	259
5.4.2. Определение энергии активации	

релаксационных процессов	268
5.4.3. Исследование коэффициента диффузии методом внутреннего трения	278
5.4.4. Определение параметров самодиффузии твердых тел из фона внутреннего трения	282
5.4.5. Физические основы демпфирующей способности твердых тел	286
ЧАСТЬ III. ФИЗИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ	290
6. МЕТОДЫ ИЗМЕРЕНИЯ МАГНИТНЫХ СВОЙСТВ	290
6.1. Основные параметры, характеризующие магнитные материалы	290
6.2. Основные методы исследования магнитных свойств вещества	294
6.3. Методы измерения напряженности магнитного поля	296
6.3.1. Использование датчика Холла	296
6.3.2. Другие методы измерения напряженности магнитного поля	298
6.4. Методы измерения парамагнитной и диамагнит- ной восприимчивости	301
6.4.1. Диамагнетизм и парамагнетизм	301
6.4.2. Методы измерения магнитной восприимчивости	302
6.5. Методы измерения параметров ферромагнитных веществ	305
6.5.1. Магнитометрический метод	304
6.5.2. Методы измерения в переменных магнит- ных полях	313
6.6. Магнитооптические методы исследования ферромагнетиков	327

6.6.1. Электромагнитные волны в среде	329
6.6.2. Магнитооптические эффекты в ферромагнетиках	338
6.6.3. Классификация магнитооптических эффектов	338
6.6.4. Феноменологическое описание экваториального эффекта Керра	346
6.6.5. Механизмы магнитооптических явлений в ферромагнетиках	348
6.6.6. Магнитооптические устройства (визуализация доменной структуры, измерения МО параметров ферромагнетиков)	354
6.6.7. Измерение оптических параметров ферромагнетиков	362
6.7. Основные методы измерения магнитострикции	364
6.7.1. Тензометрический метод измерения магнитострикции	365
6.7.2. Емкостной метод измерения	368
6.7.3. Другие методы измерения магнитострикции	370
6.8. Наблюдение доменной структуры	371
6.8.1. Метод порошковых фигур Акулова-Биттера	371
6.8.2. Метод лоренцевской электронной микроскопии	375
6.8.3. Метод растровой электронной микроскопии	376
6.8.4. Рентгенографический метод	378
7. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ ТВЕРДЫХ ТЕЛ	379
7. 1. Флотационный метод определения плотности	380

7.2. Определение плотности твердых тел методом гидростатического взвешивания	381
7.2.1. Простой метод гидростатического взвешивания	381
7.2.2. Дифференциальный метод гидростатического взвешивания	382
7.2.3. Выбор весов	383
7.2.4. Выбор вспомогательной жидкости	384
7.3. Пикнометрический метод	389
7.4. Рентгеновский метод	392
7.5. Другие методы определения плотности	393
8. ОСНОВЫ СКАНИРУЮЩЕЙ ЗОНДОВОЙ МИКРОСКОПИИ	397
8.1. Техника сканирующей зондовой микроскопии	397
8.1.1. Принципы работы сканирующих зондовых микроскопов	397
8.1.2. Сканирующие элементы (сканеры) зондовых микроскопов	399
8.1.3. Устройства для прецизионных перемещений зонда и образца	405
8.1.4. Защита зондовых микроскопов от внешних воздействий	412
8.2. Методы сканирующей зондовой микроскопии	416
8.2.1. Сканирующая туннельная микроскопия	416
8.2.2. Атомно-силовая микроскопия	422
8.2.3. Электросиловая микроскопия	428
8.2.4. Магнитно-силовая микроскопия	431
8.3. Применение метода сканирующего туннельного микроскопа	435
8.3.1. Атомное разрешение графита	435

8.3.2. Нанометрия с помощью СТМ	437
8.3.3. Наблюдение адсорбированных атомов	440
8.3.4. Реконструируемые поверхности	442
8.4. Использование СМАС для изучения биологических структур	444
9. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОПРОВОДНОСТИ	447
9.1. Основные понятия и единицы измерения	447
9.2. Методы определения теплопроводности	450
9.2.1. Абсолютные методы	451
9.2.2. Относительные методы	461
9.2.3. Нестационарные методы	464
9.3. Примеры применения различных методов измерения теплопроводности	466
10. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕПЛОВОГО РАСШИРЕНИЯ	468
10.1. Общие сведения	468
10.2. Параметры теплового расширения	470
10.3. Методы измерения и техника эксперимента	472
10.3.1. Прямые методы	472
10.3.2. Относительные методы	480
11. СПЕКТРАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА	486
11.1. Оже-электронная спектроскопия	487
11.1.1. Физические основы оже-спектроскопии	487
11.1.2. Аппаратура и методика измерений Оже-спектра	501
11.1.3. Методика подготовки образцов	505
11.1.4. Качественный и количественный анализ	507
11.2. Другие методы электронной спектроскопии	514
11.2.1. Метод фотоэлектронной спектроскопии РФЭС)	514
11.2.2. Метод ультрафиолетовой спектроскопии	516

11.3. Вторично-ионная масс-спектропия	516
ЗАКЛЮЧЕНИЕ	523
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК	524

Учебное издание

Калинин Юрий Егорович

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЙ

В авторской редакции  
Компьютерный набор И.В. Небольсиной

Подписано к изданию 08.09.2015.

Объем данных 15 Мб

ФГБОУ ВПО «Воронежский государственный технический  
университет»  
394026 Воронеж, Московский просп., 14