

Füüsikalised uurimismeetodid.

YFX0300

Professor Jüri Krustok
juri.krustok@taltech.ee
<http://staff.ttu.ee/~krustok>

Kursus

- Prof. J. Krustok (4 nädalat)
- Dots. Arvo Mere (4 nädalat)
- KBFI (4 nädalat)
- Dots. Pavel Suurvarik (4 nädalat)

Kursuse sisust

- Füüsikalisi uurimismeetodeid on ülimalt palju!
Kõiki ei jõuaks kuidagi käsitleda.
- Valik:
 - Vaatleme põhiliselt neid meetodeid, mis on Eestis ja eelõige Tallinnas momendil kättesaadavad

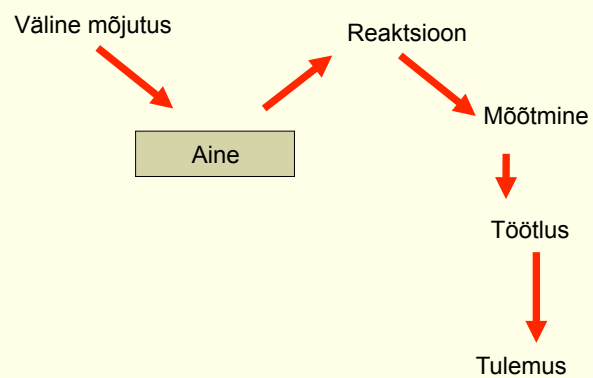
Kursuse esimeses osas vaatleme:

- Laserid ja laserspektroskoopia meetodid
- Raman spektroskoopia
- Pinna analüüsi meetodid (AES, UPS, XPS)
- Luminestantsanalüüs
- Mahtuvuslikud meetodid pooljuhtide analüüsiks
- Massispektroskoopia ja SIMS
- Optiline spektroskoopia

Sissejuhatus

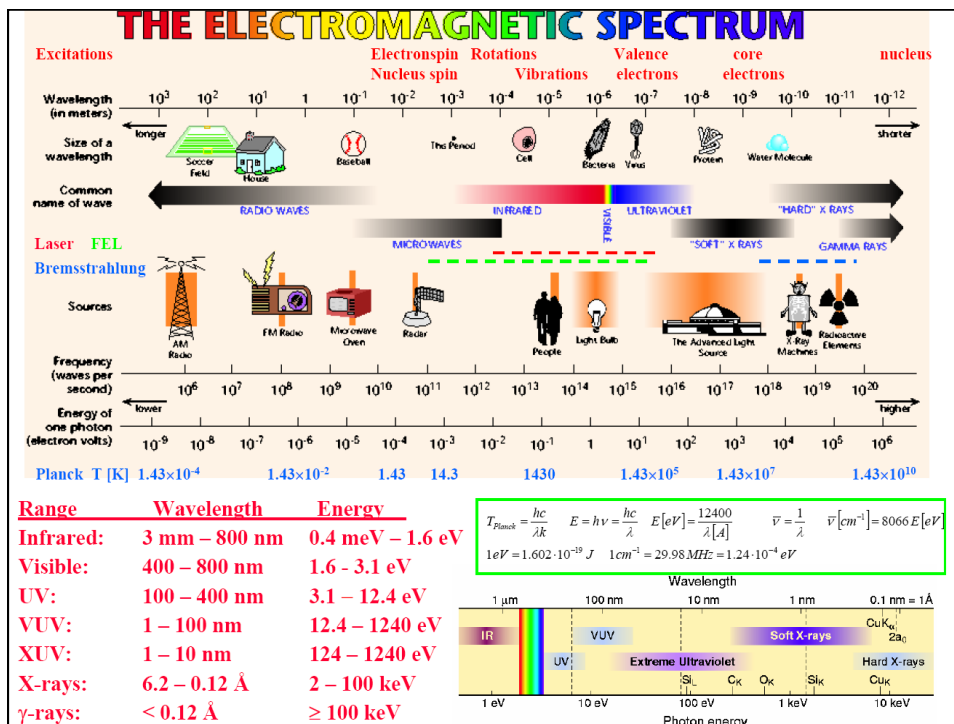
- Materjalid:
 - Tahked:
 - Dielektrikud
 - Pooljuhid
 - Metallid
 - Vedelikud
 - Gaasid

Uurimismeetodid



Välised mõjutused

- Elektriväli
 - Takistuse mõõtmine, juhtivus, mahtuvuslikud mõõtmised
- Jõud või rõhk
 - Elastsuskoefitsiendi mõõtmine, ultraheli spektroskoopia
- Magnetväli
 - Zeemani efekt, Hall'i efekt, ESR, NMR
- Elektromagnetväli:



Elektromagnetvälja rakendused

- Raadiolainete sagedus
 - ESR, NMR, mikrolainete neeldumine
- IR diapasooson
 - IR neeldumine, Fourier spektroskoopia, IR kustutamine, laserspektroskoopia
- Nähtav valgus
 - Optiline spektroskoopia, luminesentsents, Raman spektroskoopia

Elektromagnetvälja rakendused

- Ultraviolett diapasooson
 - Ergastusspektroskoopia, neeldumine, peegeldus
- X-ray
 - XRD (röntgendifraktsioon), röntgenspektroskoopia, XPS
- γ -kiired
 - Mössbaueri spektroskoopia

Mitmesugused osakesed välise mõjutusena

- Elektronid
 - Auger spektroskoopia, aeglaste elektronide difraktsioon, elektronmikroskoopia jt
- Neutronid
 - Neutronite hajumisel põhinevad meetodid
- Paljude elementide ioonid (Ar^+ jt.)

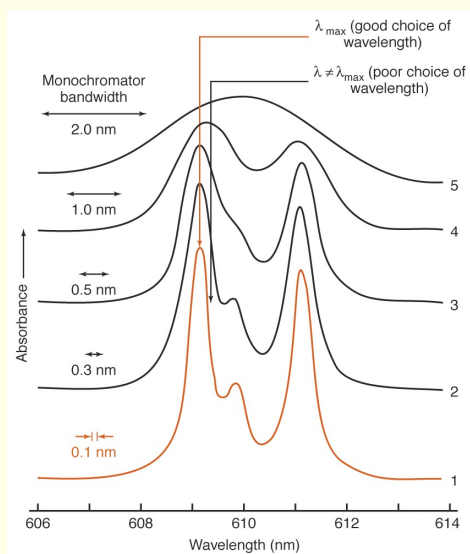
Temperatuuri mõju

- Mõõtmise erinevatel temperatuuridel võimaldab tihti määrata protsesside aktivatsioonienergiad.
- Termo EMJ
- Termostimuleeritud juhtivus
- DLTS

Reaktsioonide mõõtmine

- Metroloogia!
 - Signaali ja müra suhe
 - Müra allikad
 - Signaali ja müra suhte parandamine

Lahutusvõime



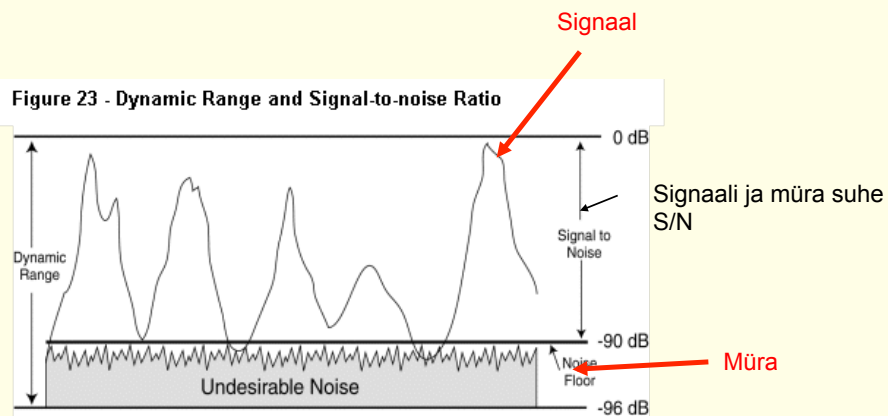
Lahutusvõime ja tundlikkus

- Alati tuleb leida kompromiss nende vahel
- Suurem lahutusvõime- nõrgem signaal
- Väiksem lahutusvõime- tugevam signaal

Signaal ja müra

- **Signaal** on see kasulik informatsioon, mida me saada tahame
- **Müra** on lisandunud informatsioon, mida põhjustavad elektroonikaskeemide mürad, juhuslikud objekti häired jne.
- Müra on üldjuhul konstantne ja signaalist **sõltumatu**
- Müra muutub oluliseks nõrkade signaalide mõõtmisel

Signaal ja müra



Signaali ja müra suhe

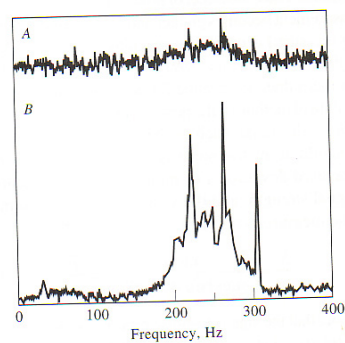


Figure 5-2 Effect of signal-to-noise ratio on the NMR spectrum of progesterone: A, $S/N = 4.3$; B, $S/N = 43$.
(Adapted from R. R. Ernst and W. A. Anderson, *Rev. Sci. Instr.*, 1966, 37, 101. With permission.)

Müra allikad

- Mõõteobjektiga seotud
 - Temperatuuri fluktuatsioonid, rõhu fluktuatsioonid jt.
- Mõõtesüsteemiga seotud
 - Termiline müra: elektronide soojusliikumine
 - Juhuslikud elektronide "hüpped" üle p-n üleminekute, anoodidel, katoodidel
 - Mõõtesüsteemide nullitriiv-oluline madalatel sagedustel.
 - Väliste väljade mõjul tekkivad mürad

Väliste väljade mürad

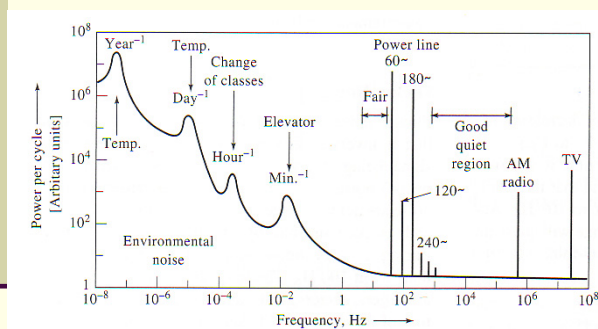


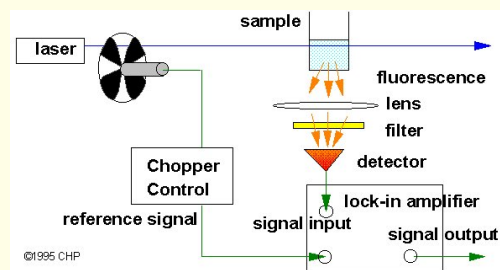
Figure 5-3 Some sources of environmental noise in a university laboratory. Note the frequency dependence and regions where various types of interference occur. (From T. Coor, J. Chem. Educ., 1968, 45, A540. With permission.)

Signaali- müra suhte parandamise võimalused

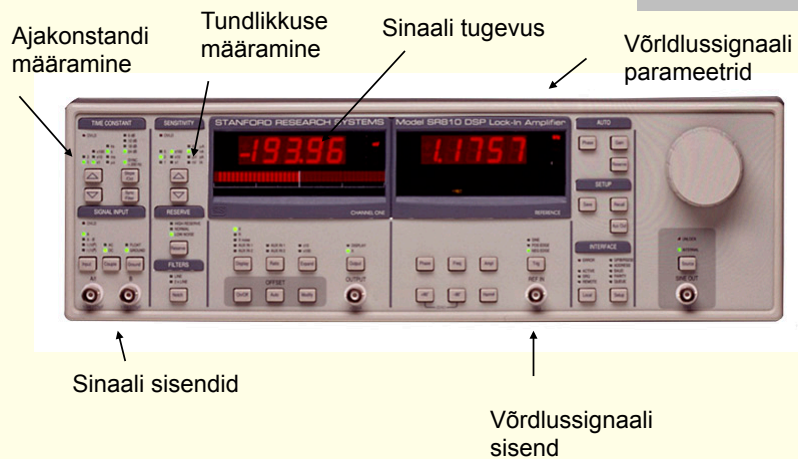
- Instrumentaalsed ja digitaalsed võimalused
 - Instrumentaalsed
 - Filtrid, modulaatorid, ekraanid, diferentsiaalvõimendid, kitsasribavõimendid, Lock-In võimendid, detektorid
 - Digitaalsed filtrid ja programmilised võimalused (signaali kogumine, keskmistamine)
- Maandamine ja väliste väljade eest ekraneerimine

Lock-in võimendi

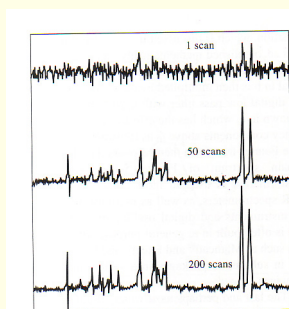
- Aitab tunduvalt parandada signaali-müra suhet
- Võimaldab mõõta teatud kindlal faasi väärtusel vaheldusignaale.



Lock-in võimendi SR-810



Signaali kogumine



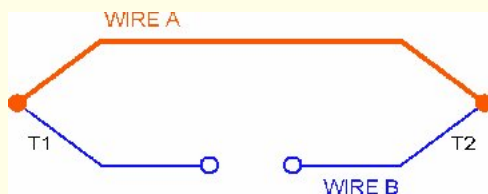
Signaali kogumine aitab parandada signaali-müra suhet

Andurid

- Reaktsioonide mõõtmiseks tuleb nad kuidagi muuta elektrilisteks signaalideks
- Selleks on ANDURID.
- Näiteks temperatuuri teisendamine pingeks termopaaride abil.

Termopaarid

Thomas Johann Seebeck 1891
(Tallinnas sündinud füüsik!)



Termopaarid

- **Type K (Chromel (Ni-Cr alloy) / Alumel (Ni-Al alloy))**
 - Populaarseim termopaar. Temperatuuride vahemik $-200\text{ }^{\circ}\text{C}$ kuni $+1200\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tundlikkus: $41\text{ }\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$.
- **Type E (Chromel / Constantan (Cu-Ni alloy))**
 - Suur tundlikkus ($68\text{ }\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$), sobib hästi madalatel temperatuuridel tööks.
- **Type J (Iron / Constantan)**
 - Temperatuuride vahemik -40 kuni $+750\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tundlikkus $\sim 52\text{ }\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$
- **Type N (Nicrosil (Ni-Cr-Si alloy) / Nisil (Ni-Si alloy))**
 - Kõrge stabiilsus ja vastupidavus oksüdeerumisele kõrgetel temperatuuridel.

Termopaarid

B, R, S termopaarid on suhteliselt kallid, kuid väga stabiilsed. Samas on neil väga väike tundlikkus ($10\text{ }\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$).

- **Type B (Platinum-Rhodium/Pt-Rh)**
 - Sobib kõrgetemperatuurilisteks mõõtmisteks kuni $1800\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- **Type R (Platinum /Platinum with 7% Rhodium)**
 - Samuti sobilik kõrgetemperatuursetel mõõtmistel kuni $1600\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- **Type S (Platinum /Platinum with 10% Rhodium)**
 - Sama mis S
- **Type T (Copper / Constantan)**
 - Temperatuuride vahemik -200 kuni $350\text{ }^{\circ}\text{C}$. Tundlikkus $\sim 43\text{ }\mu\text{V}/^{\circ}\text{C}$

Kuidas elektrilist signaali arvutisse saada?

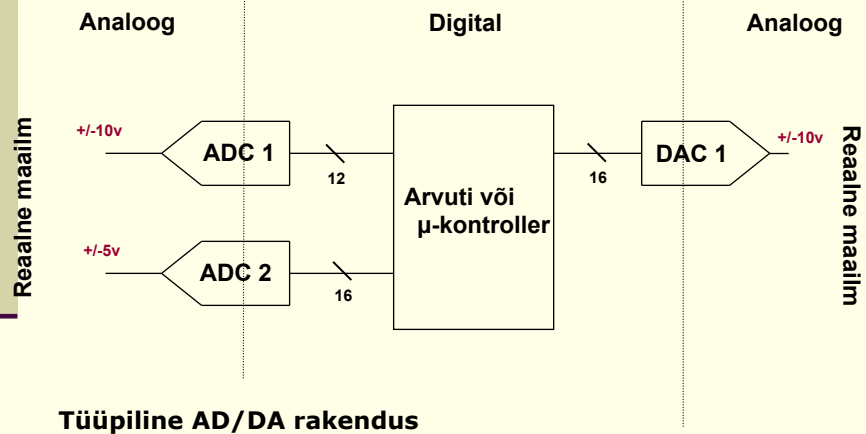
- AD/DA konverterid
- DA kaardid
- Digitaalse väljundiga mõõteriistad
 - Järjestikport RS-232
 - IEEE-488 väljund
 - USB väljundiga



AD/DA konverterid

- Analoo-digitaal (A/D) konverter muundab analoogsignaali (tavaliselt pinge) digitaalseks numbriks
- Digitaal-analoo konverter (D/A) muundab numbrilise info analoogpingeks väljundis

AD/DA konverterid



AD-DA konverterite omadused

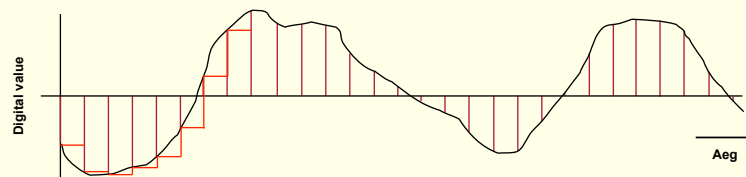
- Resolutsioon- bittide arv
- Kiirus ja täpsus
- Sisendi, väljundi tase (1V, 10V, 100V...)
- Hind

Digitaalne kodeering

Resolutsioon = $2^n - 1$ [n = bittide arv]

n	2^n	1biti täpsus ppm [1×10^{-6}]
■ 8bitti	256	3906
■ 10bitti	1024	976
■ 12bitti	4096	244
■ 14bitti	16384	61
■ 16bitti	65536	15
■ 18bitti	262144	3.8
■ 20bitti	1,048576	0.95
■ 22bitti	4,194304	0.24
■ 24bitti	16,777216	0.06

Ajas muutuva signaali digitaliseerimine



- Signaal digitaliseeritakse võrdsete ajavahemike tagant Δt
- Iga mõõtetulemus annab signaali amplituudi mõõtmise momendil
- Mõõtmiste vahel jääb digitaalne väärtus muutumatuks

DAC ajalugu



**1969
DAC**



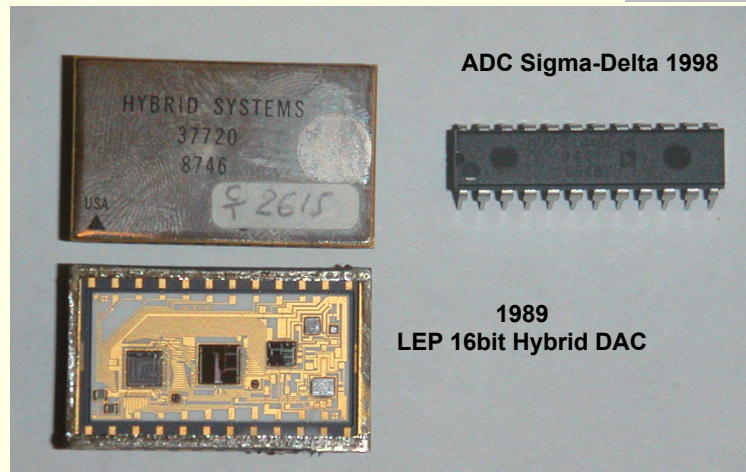
**1973
DAC
[16bitti]**

Tollased arvutid



NAIRI (RAM 64kB, programmid perfolindilt)

DAC ajalugu

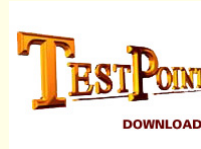


SOFT

- Alati võib mõõteriistade juhtimiseks ja andmete kättesaamiseks kasutada standardseid programmeerimiskeeli. Kõige mugavam on töötada **Python** keelega.
- Samas võimaldab ka Exceli **VISUAL BASIC** nende ülesannetega hakkama saada.

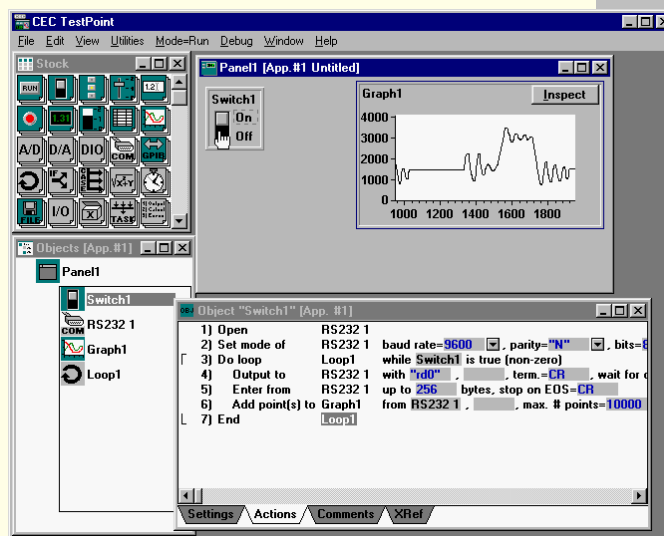
Soft vältimaks keerulist programmeerimist

- Soft mõõteriistade ühendamiseks arvutiga
 - TestPoint (Keithley firma soft) **POLE ENAM KASUTUSEL**
 - LabView (National Instruments soft)

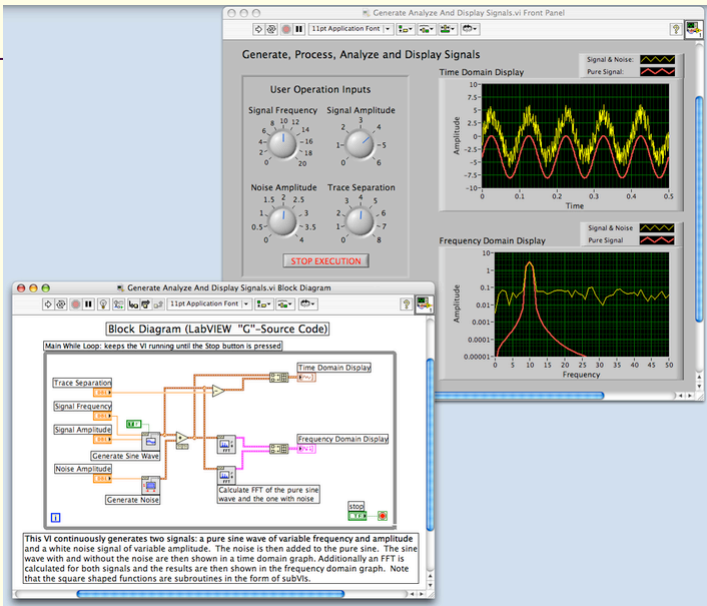


- Soft mõõtmistulemuste töötlemiseks ja esitamiseks
 - EXCEL
 - Origin


TestPoint

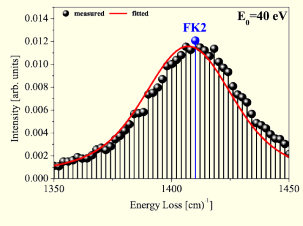


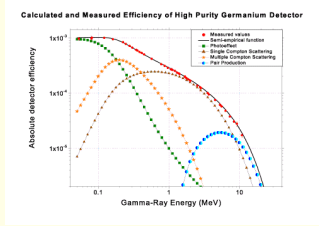
LabView- kaasaja standard

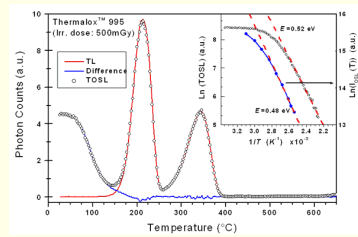


ORIGIN- kaasaja teadusgraafika standard



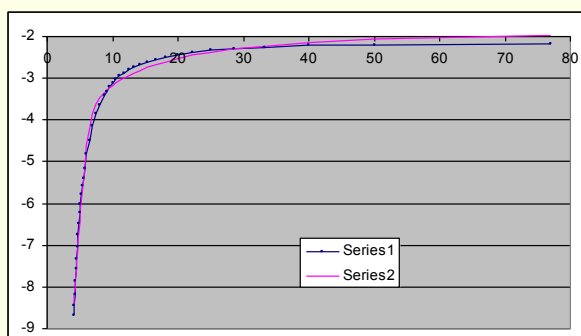






Excel

- Ka EXCEL võimaldab mõõtmistulemusi graafiliselt esitada, neid töödelda ning ka näiteks "fittida".
- Eriti kasulik on Exceli add-in nimega SOLVER



Näide:
Solveri abil
PL intensiivsuse
temperatuursõltuvuse
lähendamine
teoriaga

EXCEL ja SOLVER

- Teeme väikese demo!