



PS 小球阵列制备及二维激光衍射 综合实验设计

谷平, 程勇, 谌静*

(南京邮电大学 电子与光学工程学院、柔性电子(未来技术)学院, 南京 210023)

摘要: 为促进本科生科研创新思维和工程实践能力的培养, 践行“研教协同”育人理念, 以 Langmuir-Blodgett 技术组装高度有序的聚苯乙烯(PS)小球阵列实验为例, 要求学生分析制备样品的形貌特征、有序度和激光衍射现象。该综合实验设计涵盖了自组装原理、结构制备、形貌表征及二维激光衍射等多个知识点, 有利于培养学生的科研意识和能力, 为培养具有创新科研思维的新型复合人才进行了有益的探索。

关键词: 科研实验; 自组装; 胶体晶体; 二维激光衍射

中图分类号: O43

文献标志码: A

DOI: 10.12179/1672-4550.20220557

Design of Comprehensive Scientific Research Experiment on Preparation and Two-dimensional Laser Diffraction of PS Microspheres Array

GU Ping, CHENG Yong, CHEN Jing*

(Department of Electronic and Optical Engineering & Department of Flexible Electronics (Future Technology), Nanjing University of Posts and Telecommunications, Nanjing 210023)

Abstract: To promote the cultivation of undergraduates' scientific research innovative thinking and practical ability, and to practice the collaborative education mechanism of “research and teaching”, the Langmuir-Blodgett (L-B) self-assembly technology to prepare a highly ordered polystyrene (PS) microspheres array experiment is taken as an example, which requires students to analyze the morphology, degree of order and laser diffraction of the as-prepared samples. This comprehensive experiment covers multiple knowledge points such as the principle of self-assembly, structural fabrication, morphology characterization and two-dimensional laser diffraction. It is beneficial for improving student's scientific consciousness and practical ability, and it provides an advantageous exploration for cultivating new talents with innovative scientific thinking.

Key words: scientific research experiment; self-assembly; colloidal crystal; two-dimensional laser diffraction

为培养具有创新科研思维、工程实践能力的创新型人才, 探索为本科生开设综合性科研实验训练课程, 旨在培养学生的科研创新思维, 提升实践能力, 培养学生发现问题、分析问题和解决问题的能力, 践行“研教”协同育人理念^[1-5]。教师的科研实验课题往往具有前沿性、创新性和实践性等特点, 因此将任课教师的科研实验课题引入教学, 在课程体系中增设具有科研特色的综合性实验设计, 有利于拓展学生的前沿视野、激发

创新思维、培养学生的实践能力^[6-9]。本文将以“PS 小球阵列制备及二维激光衍射综合实验设计”实验为例, 介绍综合科研实验的设计和对大学生创新及综合能力的培养。

1 实验设计背景

贵金属纳米结构支持的局域表面等离子共振能够将光的能量束缚在数十纳米的空间范围内, 实现局域电磁场的极大增强, 这些特性已经

收稿日期: 2022-09-15; 修回日期: 2024-03-07

基金项目: 2016 年度电子信息类专业教学指导委员会研究课题(2016-Y14); 2022 年度南京邮电大学教学改革项目(JG10622JX02); 2023 年度南京邮电大学教学改革项目(JG10623JX39)。

作者简介: 谷平(1989-), 男, 博士, 副教授, 主要从事胶体小球自组装、纳米光子学和超快光纤激光器的研究。

*通信作者: 谌静(1983-), 男, 博士, 教授, 主要从事纳米光子学和人工电磁超材料方面的研究。E-mail: jchen@njupt.edu.cn

成为设计开发微纳米器件的重要依据^[10]。目前,电子束曝光刻蚀技术(EBL)、离子束刻蚀技术(FIB)、纳米压印技术和胶体纳米小球阵列模板印刷技术等已被广泛用于制造高质量的金属纳米结构阵列,其中自组装形成的胶体纳米小球阵列模板具有超大样品面积、低成本制造的独特优点,有望在光伏薄膜太阳能电池领域获得商业化应用^[11]。而大面积高度有序的、无缺陷的胶体纳米小球阵列模板则是决定所制造的金属纳米结构质量及其微纳米器件性能的关键因素。据此设计了利用Langmuir-Blodgett(L-B)自组装技术制备大面积、高度有序的PS小球单层结构,表征PS小球的微观排列、长程有序度,探究激光的二维衍射图案及衍射规律的综合性实验。

2 实验原理

胶体小球自组装技术是利用胶体纳米小球自身重力、小球之间的静电吸附力、沟道的毛细作用力以及与衬底材料之间的范德瓦尔斯力等作用力,自发地在衬底表面形成六方或四方密堆排列的单层及多层结构的制备技术^[12-15]。自组装技术在构建胶体小球阵列模板方面具有大样品面积、高重复性以及低成本等诸多特点。因而有望在纳米传感器、分子检测器及太阳能电池等诸多微纳器件开发及商业化应用方面具有重要的潜力^[10,16]。

利用L-B技术组装PS小球单层是一种特殊的自组装技术,其主要利用PS小球之间的静电力和水的表面张力在水/空气界面处自组装形成密堆的单层结构。L-B自组装技术在获得高质量、超大面积的密堆排列单层结构方面具有独特的优点,因而获得了广泛的研究关注^[17-19]。这一技术在水/空气界面组装PS小球单层的关键点在于原PS小球溶液与无水乙醇之间通过超声混合均匀并形成稳定的絮状物,从而当混合溶液在水面上扩散时能够在一定时间内避免因自身重力而沉入水中导致组装失败,进而在静电力和水的表面张力的作用下束缚在水/空气界面处,最终自组装形成密堆的单层结构,PS小球的自组装原理及详细过程如图1所示^[20]。随之将水/空气界面处自组装形成的单层结构通过排水装置缓慢排水自然沉降方法转移至特定的基片表面上,即完成样品的制备。L-B自组装技术具有多个独特的优点:首先,自组装的过程主要是在水/空气界面处完成,因而自组装过程不

受基片的材质、尺寸和表面粗糙等因素的影响,可以大大减小密堆单层结构中的点缺陷和线缺陷,获得高质量、超大面积的密堆单层结构;其次,自然沉降转移法容易将水/空气界面处的密堆单层结构转移至各种基片表面上(如玻璃、硅片、金属薄膜、铜网及光纤端面等),同时能保持水/空气界面处原始的密堆排列结构,因而可以在各种基片上制备超大面积、高质量的六角密堆单层结构^[21-22];最后,这一制备技术还可用于构建层数精确可控的多层结构^[23]。与电子束曝光刻蚀技术和离子束刻蚀技术制备金属或介质微纳米结构相比,L-B技术自组装形成的胶体小球阵列具有接近米级的超大样品面积和低成本等诸多优点^[11]。

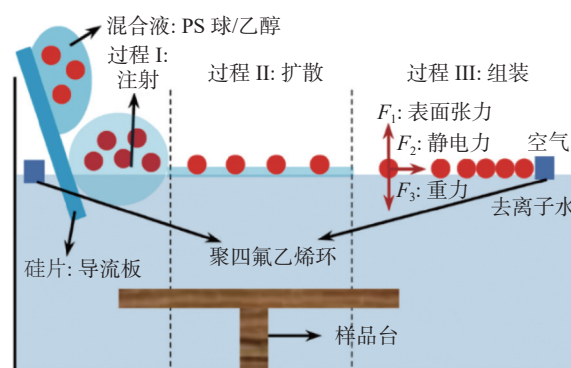


图1 L-B技术在水/空气界面组装PS小球单层的原理图

3 实验内容

3.1 实验试剂与仪器

1) 实验试剂

单分散PS小球溶液(直径为994 nm,直径标准偏差 $CV < 3\%$)购自美国杜克公司,无水乙醇(无须进一步处理,直接使用),去离子水,高纯石英基片(尺寸为 $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$),高纯硅片,聚四氟乙烯环(直径约10 cm),1 mL医用注射器。

2) 实验仪器设备

高精度注射泵(LSP01-2A型),雷勃儿高速离心机(LG16-C),钰洁牌超声波清洗机(AK-040S),高真空镀膜仪(Gatan 682.HA),场发射扫描电子显微镜(Zeiss Gemini 500, SEM),He-Ne半导体激光器(JDW3-250,波长633 nm)。

3.2 实验方法

3.2.1 L-B自组技术制备高度有序的PS小球密堆单层

1) 利用高速离心机将1%固含量的PS小球原液浓缩至固含量为10%(转速为10 000 r/min,时

射角:

$$\theta = \arctan\left(\frac{d}{d'}\right) \quad (3)$$

实验测试的 994 nm 直径 PS 小球密堆阵列的一级衍射角的 3 组数据如表 1 所示, 通过计算得到一级衍射角的平均值为 47.3°。已知 PS 小球的直径为 994 nm, 激光波长为 633 nm, 通过式(1)~式(3)可以得到一级衍射角的理论值为 47.34°。结果发现理论预测值与实验测量值惊人的吻合, 因此成功地建立了 PS 小球单层六角密排结构对激光的衍射规律, 并成功地将一维光栅的衍射拓展至二维结构, 这一拓展不仅可以大大丰富激光衍射实验, 而且拓展过程也体现了对学生创新能力的培养。

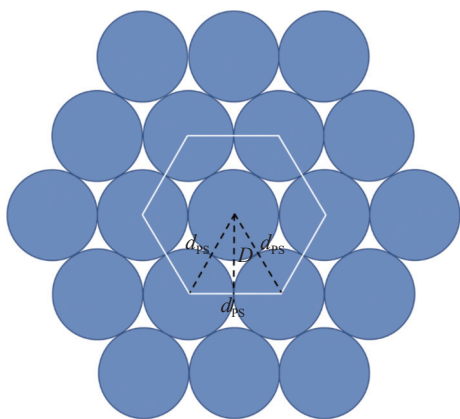


图4 PS 小球二维六角密堆排列结构的元胞

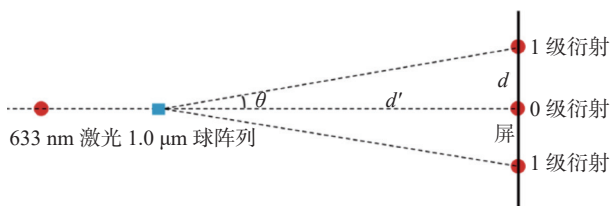


图5 633 nm He-Ne 激光通过 PS 小球阵列发生衍射的平面图

表1 PS 小球单层六角密堆排列结构一级衍射角的实验测量

d/mm	d'/mm	$\tan(\theta)$	$\theta/(\text{°})$
62.5	57	1.0965	47.6°
81.5	77	1.0584	46.6°
100	91	1.0989	47.7°

4.4 PS 小球二维六角密堆结构激光衍射实验的拓展

在成功建立 PS 小球二维六角密堆结构激光衍射规律的基础上, 还可以将此衍射实验进行拓展, 以此丰富二维结构的激光衍射实验, 培养学生的发散思维和创新能力。

1) 给定 PS 小球的直径($d_{\text{PS}} = 994 \text{ nm}$), 通过激光一级衍射角的实验测量, 推断所使用的激光波长。

2) 给定激光波长($\lambda = 633 \text{ nm}$), 通过激光一级衍射角的实验测量, 推断所使用的 PS 小球的直径, 并建立 PS 小球二维六角密堆排列结构的光栅常数与其直径的内在关系。

通过前面阐述, 利用 PS 小球二维六角密堆排列结构的激光衍射及其拓展实验的综合设计, 不仅能够激发学生的学习兴趣, 拓展其前沿视野, 还能培养学生的科研创新思维和动手实践能力。

5 综合科研实验设计实施的探讨

利用前沿科研实验综合设计培养学生的创新意识和综合能力, 采取以下措施对课程和综合实验环节进一步的完善。

1) 建立“教室-实验室”协同培养学生能力的机制。教师在课堂教学中讲授综合实验的理论知识和文献资料的查阅方法, 分享科研实验流程及实验操作环节的注意事项, 讲解实验数据处理的方法技巧及实验报告写作的相关要求, 通过课堂讲授让学生初步了解科研实验的大致流程, 对科研实验有一定的认识, 激发其探索新事物、新知识的兴趣。在实验室, 学生在教师的指导下, 制定实验方案, 完成一系列实验操作, 得到实验数据, 完成数据处理和撰写实验报告, 最后制作 PPT 进行交流汇报。在整个实验环节中, 可以培养学生的动手操作能力、数据处理能力、写作能力和口头表达能力。

2) 完善综合科研实验设计方案。在“教室-实验室”协同培养体系中, 实验室是培养学生创新和综合能力的重要环节。考虑到综合科研实验的复杂性和系统性, 可以将实验部分分拆为“样品制备及形貌表征”“激光衍射光路搭建”和“实验测试和数据分析”等几大模块, 学生可以根据自己的兴趣进行选择 and 分组, 并且在交流汇报环节分享相关知识、掌握的实践经验和技巧。将综合设计实验进行模块化的拆解, 不仅有助于学生深入了解、学习和掌握所选择模块的有关知识和操作技巧, 而且交流汇报环节能够让学生在了解整个综合实验的全部流程的同时, 还能很好地培养学生的团队协作意识和能力。

3) 根据已有科研实验成果, 安排综合实验设

计课题。从教师研究领域提炼的科研实验具有内在的前沿性、新颖性和可探索性,能够很好地培养学生的科研创新能力和综合素养。但是这里需要注意的是综合科研实验的课题首先要与学生的专业背景相关,相关的专业背景不仅有助于学生掌握和完成科研实验,而且还能让学生巩固和拓展其专业知识。其次是综合科研实验的设计要具备简单可操作性,让学生经过简单的仪器培训能独立操作和完成实验,复杂的科研实验对本科生的动手和分析能力有较高的要求,超出其能力范围,因而不适宜给本科生开设。最后,综合科研实验设计要注重对学生综合能力的培养,通过实验的各个环节,综合培养学生查阅最新文献资料、实验操作、数据分析、交流汇报及团队协作等各种能力,最终实现对学生创新思维和综合能力的培养。

6 结束语

基于 L-B 自组装技术制备的超大面积、高质量 PS 小球阵列无论是在科学研究方面还是在教学方面都具有较大的价值。

在科学研究方面,基于 L-B 技术内在的低成本和高产量,以及制备接近米级的超大样品面积^[11]、高度有序的 PS 小球单层结构上的独特技术优势,加之 PS 小球具有良好的弹性和阵列结构对光的衍射在不同角度呈现出的不同颜色,这些技术优势和光学特性使之有望在低成本的压敏膜、智能穿戴和改色车衣等场景获得重要的应用^[18,24]。此外,利用超大面积、高度有序的 PS 小球密堆阵列作为模板,沉积半导体材料则有望在低成本、高效用太阳能光伏板等器件的制造上展现重要的应用价值^[11,16]。

在教学方面,基于 L-B 自组装技术的综合实验设计制备了高质量的单层 PS 小球六角密堆排列结构,系统分析了 PS 小球的微观排列、有序度、激光衍射的图案及规律,成功获得了 PS 小球二维六角密堆排列结构的衍射规律。在实验过程中,学生从前沿文献资料查阅、实验仪器操作和光学系统搭建、实验测试和数据处理、实验报告撰写和交流汇报等环节系统地完成了一次完整的科研实验的训练,锻炼了学生查阅前沿文献能力、动手实践能力、数据分析和处理能力、提出-分析-解

决问题的创新能力和团队协作能力,是对课堂教学和课本知识的有益补充和拓展,因而为培养创新型的新时代复合型人才进行了有益探索。

参考文献

- [1] 侯向锋,周兆丰,司佑全,等. 学研教协同在传感技术及应用课程中的应用[J]. 湖北师范学院学报(自然科学版), 2014, 34(3): 92-95.
- [2] 邹念育,张云翠,贺晓阳,等. 专业转型背景下教学科研一体化的研究探索[J]. 实验室科学, 2018, 21(6): 226-229.
- [3] 宋哲,冯秋菊. 教师科研引入“电子科学技术专业实验”课程教学模式的探索[J]. 实验科学与技术, 2018, 16(6): 71-74.
- [4] 赵青山,李健,孙占海. 教学与科研实验室协同开放的探索[J]. 实验科学与技术, 2019, 17(6): 157-160.
- [5] 姬海宁,余鹏,童鑫,等. 基于导师科研团队的研究生国际合作联合培养模式研究[J]. 实验科学与技术, 2022, 20(2): 57-61.
- [6] 王金发,戚康标,何炎明. 实行研究性实验教学培养学生的研究能力[J]. 中国大学教学, 2005(4): 8-9.
- [7] 杨双伟,项华,史艺,等. 小课题,大作为:基于教研组的科研意识与能力提高的行动研究[J]. 物理教师, 2011, 32(4): 43-44.
- [8] 于亚婷,杜平安,王振伟. “科研-教学”互动模式驱动下的本科教学[J]. 实验科学与技术, 2019, 17(2): 138-141.
- [9] 何禄英,余响林,喻发全,等. MoS₂ 微球制备及电化学性能综合研究型实验设计[J]. 实验技术与管理, 2021, 38(5): 79-83.
- [10] 王振林. 表面等离子激元研究新进展[J]. 物理学进展, 2009, 29(3): 287-324.
- [11] GAO P Q, HE J, ZHOU S Q, et al. Large-area nanosphere self-assembly by a micro-propulsive injection method for high throughput periodic surface nanotexturing[J]. *Nano Letters*, 2015, 15: 4591-4598.
- [12] KIM M H, IM S H, PARK O O. Rapid fabrication of two-and three-dimensional colloidal crystal films via confined convective assembly[J]. *Advanced Functional Materials*, 2005, 15: 1329-1335.
- [13] SUN J, LI Y, DONG H, et al. Fabrication and light-transmission properties of monolayer square symmetric colloidal crystals via controlled convective self-assembly on 1D grooves[J]. *Advanced Materials*, 2008, 20: 123-128.

(下转第 73 页)