Міністерство освіти і науки України

Запорізька державна інженерна академія

Світанько М.В.

МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ МАТЕРІАЛІВ ТА КОМПОНЕНТІВ ЕЛЕКТРОННОЇ ТЕХНІКИ

Методичні вказівки до виконання лабораторного практикуму

для студентів ЗДІА спеціальності

7(8).05080102 „Фізична та біомедична електроніка”

заочної форми навчання

Запоріжжя

2010

Міністерство освіти і науки України

Запорізька державна інженерна академія

МЕТОДИ ДОСЛІДЖЕННЯ МАТЕРІАЛІВ ТА КОМПОНЕНТІВ ЕЛЕКТРОННОЇ ТЕХНІКИ

Методичні вказівки до виконання лабораторного практикуму

для студентів ЗДІА спеціальності

7(8).05080102 „Фізична та біомедична електроніка”

заочної форми навчання

Рекомендовано до видання

на засіданні кафедри ФБМЕ,

протокол №8 від 01.12.100

Методи дослідження матеріалів та компонентів електронної техніки. Методичні вказівки до виконання лабораторного практикуму для студентів ЗДІА спеціальності 7(8).05080102 „Фізична та біомедична електроніка” заочної форми навчання/ Укл. Світанько М.В. – Запоріжжя, 2010. – 85 с.

Методичні вказівки, призначені для студентів, що навчаються за спеціальністю „Фізична та біомедична електроніка”, для керівництва при виконанні лабораторного практикуму. Вказівки містять теоретичні відомості, вказівки до виконання робіт, перелік контрольних запитань, перелік літературних джерел для підготовки до виконання робіт та їх захисту.

Укладачі: ***М.В. Світанько, доцент***

Відповідальний за випуск*: зав. кафедрою ФБМЕ*
професор Є.Я. Швець

ЗМІСТ

ВСТУП.....4
Лабораторна робота №1 Чотиризондовий метод вимірювання питомого опору напівпровідників.....5
Лабораторна робота №2 Дослідження ефекту Холла.....18
Лабораторна робота №3 Визначення дифузійної довжини і часу життя нерівновісних носіїв струму у напівпровідниках…….....26
Лабораторна робота №4 Дослідження поверхневих рівнів напівпровідникової структури за допомогою вольт-амперної характеристики МДН транзистора….....33
Лабораторна робота №5 Дослідження спектральних характеристик фото діодів на основі p-n – переходу і бар'єра Шоттки.....40
Лабораторна робота №6 Дослідження дифракції рентгенівських променів.....54
Лабораторна робота №7 Дифрактометричний метод визначення невідомої фази речовини.....69

ВСТУП

Згідно до вимог робочої програми „Методи дослідження матеріалів та компонентів електронної техніки" студенти спеціальності 7(8).05080102 „Фізична та біомедична електроніка" після вивчення дисципліни **повинні вміти** спланувати експеримент по дослідженню основних характеристичних параметрів напівпровідникових структур, **здобути навички** проведення вимірювання цих параметрів та аналізу отриманих результатів.

З цією метою студентам пропонуються до виконання лабораторні роботи в аудиторіях кафедри ФБМЕ.

Завдання до лабораторного практикуму студенти виконують згідно з варіантами, які визначаються відповідно до номеру в академічному журналі обліку успішності і відвідування занять студентами групи.

Студент допускається до виконання чергової роботи практикуму після підтвердження наявності необхідних знань теоретичного матеріалу і послідовності виконання роботи.

Для заліку виконаної лабораторної роботи студент повинен надати викладачу і захистити індивідуальний звіт з виконання роботи, обґрунтувавши отримані результати.

Згідно з кредитно-модульною системою організації навчального процесу в робочій програмі приведено розподіл максимальних балів рейтингу.

Звіти до лабораторного практикуму виконуються згідно із загальними правилами оформлення науково-технічних звітів і відповідно до вимог Держстандарту і міжнародної системи одиниць СІ. Для написання звітів використовуються аркуші паперу формату А4, графіки розміщують на міліметровому або спеціально розлінованому папері. Зараховані роботи зберігаються на кафедрі протягом навчального року.

Критерії оцінювання виконаних лабораторних робіт: згідно з Положеннями про кредитно-модульну систему лабораторна робота вважається такою, що складена, за умови її виконання, написання відповідного звіту та його захисту.

Лабораторна робота № 1

ЧОТИРИЗОНДОВИЙ МЕТОД ВИМІРЮВАННЯ ПИТОМОГО ОПОРУ НАПІВПРОВІДНИКІВ

1.1 Мета: оволодіння одним з найбільш широко застосовуваних методів визначення провідності напівпровідників - чотиризондовим методом.

1.2 Зміст роботи: ознайомитися з техничним описом вимірювального стенда, визначити питомий опір зразків, за графіком Ірвіна визначити концентрацію легуючої домішки, пояснити результати вимірювань питомого опору.

1.3 Теоретичні відомості

Провідність напівпровідників

Одним з основних електрофізичних параметрів речовини є її питомий опір ρ (Ом·см) або обернена їй величина – питома електрична провідність ($Ом^{-1}·см^{-1}$).

Розглянемо в якості приклада електронний напівпровідник [1]. Густина струму $\vec{j}$ визначається концентрацією вільних носіїв n, середньою дрейфовою швидкістю $\langle\vec{V}\rangle$ і зарядом e :

$$\vec{j} = en\langle\vec{V}\rangle \qquad (1)$$

Середня швидкість дрейфа дуже просто пов’язана з параметром, який характеризує розсіяння носіїв заряду при їхньому рухові у решітці кристала – середнім часом вільного пробігу носіїв $\langle\tau\rangle$, напруженістю електричного поля $\vec{E}$, зарядом і ефективною масою дірки чи електрона [1]:

$$\langle\vec{V}\rangle = \frac{e\langle\tau\rangle}{m}\vec{E} = \mu\vec{E}, \qquad (2)$$

де μ – рухливість.

Таким чином, из (1), (2) маємо

$$\vec{j} = en\langle\vec{V}\rangle = en\mu\vec{E}, \qquad (3)$$

а з закону Ома у диференціальній формі отримуємо, що величина $e \cdot n \cdot \mu$ має сенс питомої електричної провідності:

$$\sigma = en\mu = \frac{1}{\rho} . \qquad (4)$$

Якщо є напівпровідник з обома типами носіїв заряду, то

$$\sigma = e(n\mu_n + p\mu_p) . \qquad (5)$$

Якщо напівпровідник легований домішковими атомами якогось одного типу з малою енергією іонізації (наприклад, атомами B, P, As в Si і Ge), то наближено можна вважати, що вже за кімнатної температури усі домішки однократно іонізовані, тобто ≈ N чи p≈N, де N – повна концентрація домішки, що легує. І, якщо відомо μ , то по σ чи по ρ , які можна безпосередньо виміряти, визначається N. Концентрація легуючої домішки є дуже важливим параметром напівпровідникового матеріалу. Безпосередньо для найбільш важливих напівпровідникових матеріалів (Si, Ge, GaAs) обох типів N зручно визначати за графіком Ірвіна (див.рис.1.1)

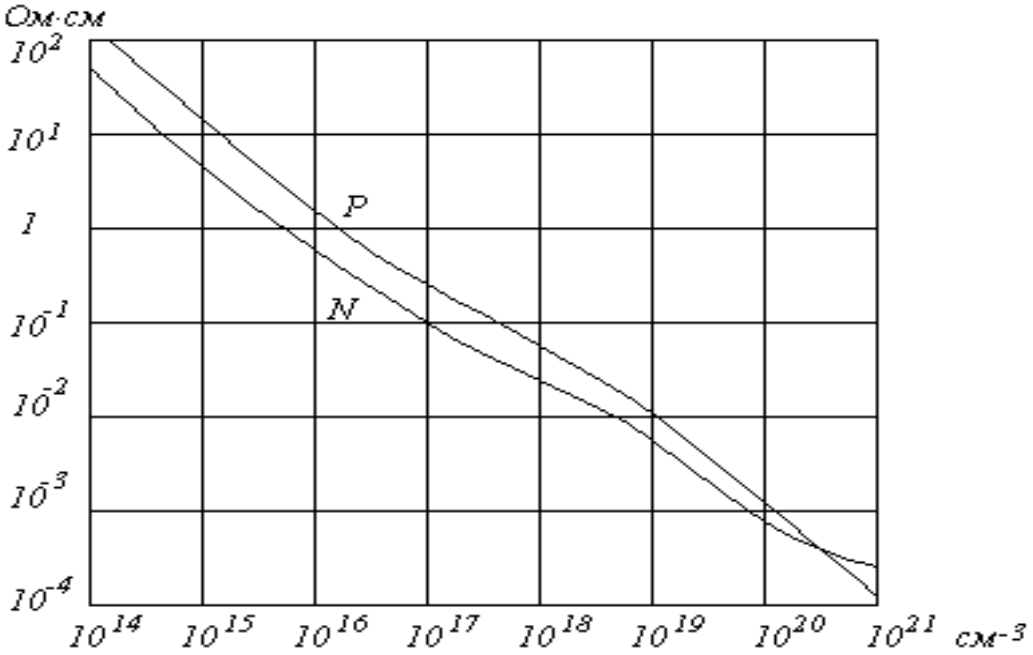

Рисунок 1.1 - Графік Ірвіна.Залежність питомого опору від концентрації легуючих домішок для напівпровідників *N* і *P* типу провідності

Цей графік отримано експериментально на основі багатьох вимірювань за кімнатної температури рухливості носіїв у напівпровідниках з відомою заздалегідь концентрацією домішки. При невеликих концентраціях домішки графік дає добру відповідність провідності і концентрації.

Визначаючи N, треба мати на увазі, що ця концентрація електрично активної домішки, а не повна концентрація, тому що при високих рівнях легування ці дві концентрації можуть відрізнятися.

Чотиризондовий метод визначення провідності напівпровідників

Методи вимірювання питомого опору можуть бути розділені на дві групи:

1. Вимірювання з приєднанням до зразка струмопровідних чи вимірювальних контактів.
2. Безконтактні вимірювання.

У даній роботі використовується перший метод.

У більшості випадків у місці контакту вимірювального зонду з напівпровідником виникає так звана контактна різниця потенціалів, яка впливає на результати вимірювань. У зв’язку з цим, величина опору напівпровідника, як правило, не може бути виміряна при простому включенні його у ланцюг омметра. Тому методика вимірювання питомого опору повинна забезпечувати або облік, або компенсацію цієї додаткової різниці потенціалів.

Крім цього, необхідно враховувати ті обставини, що на результати вимірювань можуть впливати розміри і форма зразка.

Найбільш поширеним методом визначення питомого опору напівпровідників (що дозволяє врахувати вищесказане) є чотиризондовий метод. Розглянемо його стосовно напівнескінченного зразка напівпровідника, обмеже-

ного плоскою поверхнею. На цю поверхню, перпендикулярно до неї, розміщають 4 тонких гостро заточених металевих зонди (рис. 1.2). Усі чотири зонди розташовані на одній прямій. Через зовнішні зонди 1 і 4 пропускають електричний струм від джерела струму, а між зондами 2 і 3 вольтметром V вимірюють різницю потенціалів. Знаючи J_{14} і U_{23} , неважко знайти значення питомого опору. Дійсно, у припущенні напівнескінченності зразка кожний зонд створює навколо себе сферичне симетричне поле. У будь-якій точці

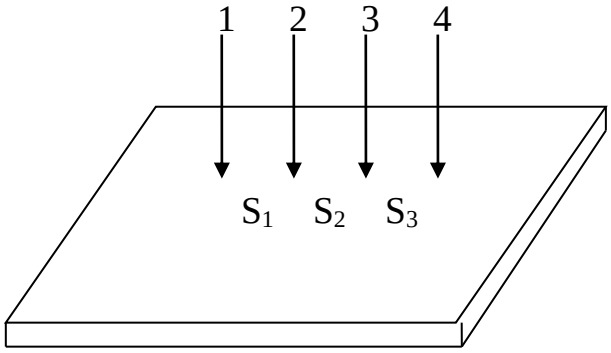

Рисунок 1.2 - Розташування зондів на пластині

на поверхні напівсфери радіуса r густина струму, напруженість поля і потенціал, тому, будуть визначатись наступним чином [2]:

$$j = \frac{J}{2 \cdot \pi \cdot r^2}; \quad E = j \cdot \rho; \quad \varphi = \rho \cdot j \cdot r = \frac{J \cdot \rho}{2\pi \cdot r}. \tag{6}$$

Різниця потенціалів між зондами 2 і 3 повинна враховувати вплив поля крайніх зондів. Тому

$$U_{23} = \varphi_2 - \varphi_3 = \frac{J\rho}{2\pi}\left[\left(\frac{1}{S_1} - \frac{1}{S_2 + S_3}\right) - \left(\frac{1}{S_3} - \frac{1}{S_1 + S_2}\right)\right] = \frac{J\rho}{2\pi \cdot S_{\text{эк в.}}} \tag{7}$$

Якщо $S_1=S_2=S_3=S$,то $\rho = \frac{U_{23}}{J} \cdot 2\pi \cdot S$. (8)

Чутливість даного методу стосовно напруги $dU/d\rho$ пропорційна струму і обернено пропорційна $S_{екв.}$. Струм через зразок збільшувати небажано (через

термоелектричні ефекти при нагріванні зразка U_{23} може бути невірним), тому для підвищення чутливости можна збільшувати S_2 , зменшуючи S_1 і S_3.

При $S_2 >> S_1 = S_3$ чутливість може бути збільшена приблизно у 2 рази.

Як уже зазначалося, при вимірюванні питомого опору напівпровідників основним джерелом похибок є перехідні опори на контактах метал-напівпровідник, а також термо-ЕРС, що виникає в них. Тому при визначенні питомого опору ці явища повинні усуватися. Це досягається за допомогою компенсаційного методу. Принципова схема цієї компенсації при вимірюванні питомого опору напівпровідника чотиризондовим методом зображена на рис.1.3.

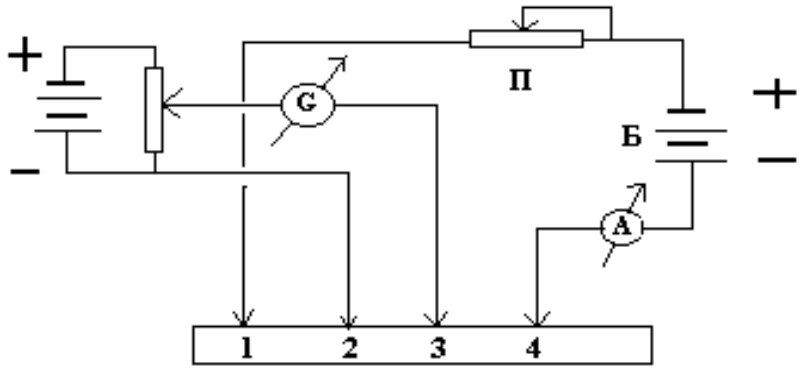

Рисунок 1.3 - Принципова схема компенсаційного методу

Від батареї Б за допомогою контактів 1 і 4 до напівпровідника подається струм. Різниця потенціалів між зондами 2 і 3 вимірюється потенціометром П.

Усунути вплив перехідних опорів контактів можна наступним чином. Різниця потенціалів між зондами 2 і 3 компенсується ввімкненою назустріч напругою потенціометра $U_П$, і, якщо ланцюг збалансований, тобто, $U_{2,3}=U_П$, то струм, що проходить через гальванометр G, дорівнює нулю. Отже, у момент балансу струм через вимірювальні зонди 2 і 3 також дорівнює нулю. Через те що струм відсутній, то немає і падіння напруги на контакті зонд-напівпровідник. У цьому випадку перехідні опори контактів не впливають на точність вимірювання питомого опору.

Зазвичай при вимірюваннях питомого опору завжди спостерігається деякий градієнт температури вздовж зразка, який викликає появу термо-ЕРС ΔU на вимірювальних зондах. Через те що величина і напрямок термо-ЕРС протягом достатньо тривалого часу залишаються постійними, її впливом можна знехтувати, вимірюючи напругу між зондами 2 і 3 при 2-х різних напрямках струму через зразок.

Застосування методу до зразків різноманітної геометричної форми

Формулу (8) можна застосовувати лише для однорідного ізотропного напівнескінченного середовища. Однак на практиці вимірювання виконуються на зразках граничних розмірів, причому досить часто це пластини, товщину яких можна порівняти з відстанню між зондами *S*, або дифузійні та епітаксіальні шари, товщина яких значно менше S. Це приводить до того, що еквіпотенціальні поверхні від зондів втрачають сферичність. При контакті з ізолюючим середовищем струм розтікається у меншому об'ємі, і густина струму у зразку збільшується порівняно з розрахунковою. При контакті з провідним середовищем лінії струму "випинаються" з неї; густина струму у зразку знижується. У першому випадку ми отримуємо завищені значення ρ, у другому – занижені.

Розглянемо питання більш детально:

а) нехай (рис. 1.4) відстань між зондами *S*, а відстань до границі з областю провідності *l* .

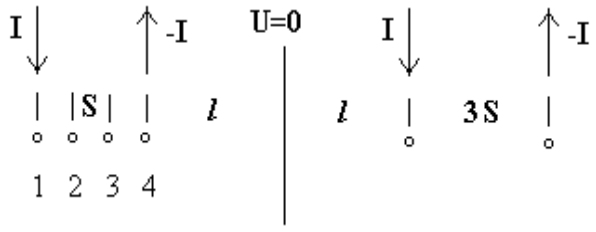

Рисунок 1.4 - Розташування дійсних та уявних джерел на провідній границі (вигляд згори)

Оскільки потенціал нескінченно віддаленої точки зразка дорівнює нулю, а обмежуюче середовище вважається абсолютно провідним (тобто, на ньому немає падіння напруги), то потенціал границі також дорівнює нулю.

Задача розподілу потенціалу вирішується методом дзеркальних зображень джерел. Для того, щоб потенціал границі дорівнював нулю, необхідно, щоб уявні джерела створювали на границі потенціал, який за величиною дорівнює потенціалу, який створюється дійсними джерелами струму протилежного знаку.

Цю умову можна виконати, якщо розташувати уявні джерела на тій же відстані від границі, але взяти їх з іншим знаком. Таким чином, розподіл потенціалу між зондами 2 і 3 можна розрахувати аналогічно (7):

$$U_{23} = \varphi_2 - \varphi_3 = \frac{J \cdot \rho}{2 \cdot \pi}\left[\left(\frac{1}{S} - \frac{1}{2S} + \frac{1}{2S+2l} - \frac{1}{5S+2l}\right) - \right.$$

$$\left. - \left(\frac{1}{2S} - \frac{1}{S} + \frac{1}{S+2l} - \frac{1}{4S+2l}\right)\right]. \qquad (9)$$

Питомий опір при цьому буде відрізнятися від (8):

$$\rho = 2\pi \cdot S \cdot f_1\left(\frac{l}{S}\right) \cdot \frac{U}{J}\ , \qquad (10)$$

де

$$f_1 = \left[1 + \frac{1}{2+2l/S} - \frac{1}{5+2l/S} - \frac{1}{1+2l/S} + \frac{1}{4+2l/S}\right]^{-1} \qquad (11)$$

– поправочна функція. Таким чином, наближення зондів до провідної границі еквівалентно ввімкненню додаткової провідності паралельно зондам. Тобто, якщо розрахувати питомий опір за формулою (8), то ми отримуємо занижені значення. Поправочна функція f_1 завжди більше одиниці, але за умови $\frac{l}{S} > 2$ відмінність f_1 від 1 менше 1% .

б) якщо границя непровідна, то граничні умови треба накласти на струм: густина струму, перпендикулярного до границі, у будь-якій її точці дорівнює нулю. Ця задача також розв’язується за допомогою методу зображень, тільки для задоволення граничним умовам необхідно розташувати уявні джерела симетрич-

но відносно границі з тими ж знаками. Питомий опір обчислюється аналогічно (10):

$$\rho = 2\pi \cdot S \cdot f_2(\frac{l}{S})\frac{U}{J}\,, \qquad (12)$$

$f_2(\frac{l}{S})$ – поправочна функція, значення якої для цього випадку завжди менше одиниці. (При $l/S>2$ $f_2(\frac{l}{S})$ також відрізняється від одиниці менше, ніж на 1%).

в) за тими ж причинами на результати вимірювань впливають і товщина зразка, і його форма. При цьому ρ визначається за формулою

$$\rho = \frac{U}{J} W \frac{\pi}{\ln 2} \cdot F(\frac{W}{S}). \qquad (13)$$

Значення множника *F* при різних *W/S* для випадка ізольованої границі наведені у таблиці 1.

Таблиця 1 - Значення множника *F* при різних *W/S*

W/S	0,4	0,5	0,5555	0,6250	0,7143	0,8333
$F(\frac{W}{S})$	0,9995	0,9974	0,9948	0,9898	0,9798	0,9600
W/S	1,0	1,1111	1,25	1,4286	1,666	2,0
$F(\frac{W}{S})$	0,9214	0,8907	0,8490	0,7938	0,7225	0,6336

З таблиці 1 видно, що при W/S<0,625 значення $F(\frac{W}{S})$ відрізняється від одиниці менше, ніж на 1%. Але цей результат справедливий, коли зонди знаходяться достатньо далеко від границь зразка, так що *l/S>2*; при наближенні до границь зразка на результати вимірювань буде впливати як тип границі (провідна або непровідна), так і форма зразка. Товщина пластин, які застосовують у мікроелектроніці, як правило, набагато менше 1 мм, тобто, умови застосування формули (13) виконуються з більшим запасом по відношенню до W/S. Але ось форми зразків можуть бути різними. Тому необхідна модифікація чотиризондового ме-

тоду для вимірювання питомого опору однорідних тонких пластин довільної форми. Цим вимогам відповідає метод Ван-дер-Пау.

Метод Ван-дер-Пау вимірювання питомого опору тонких однорідних пластин довільної форми

Нехай зонди розташовані на плоскому ребрі тонкої пластини, розташованої у нижній напівплощині (рис.1.5).

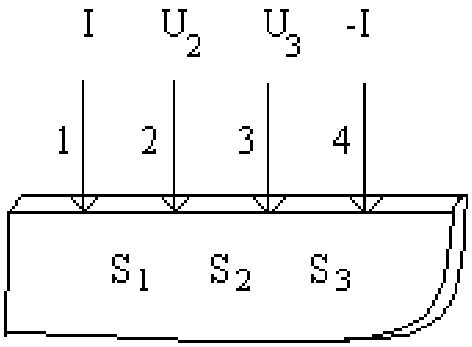

Рисунок 1.5 - Розташування зондів на ребрі пластини.

При пропусканні струму через зонди 1-4 потенціали контактів 2 і 3 знаходять з двувимірної картини розтікання струму у пластині:

$$U_2 = \frac{J_{14}\cdot\rho}{\pi\cdot W}\ln\frac{S_2+S_3}{S_1}\ ; \qquad U_3 = \frac{J_{14}\cdot\rho}{\pi\cdot W}\ln\frac{S_3}{S_1+S_2}\ . \tag{14}$$

Введемо опір $R_1=(U_2-U_3)/J_{14}$:

$$R_1 = -\frac{\rho}{\pi\cdot W}\ln\frac{S_1S_2}{(S_1+S_2)\cdot(S_2+S_3)}\ . \tag{15}$$

Аналогічно, пропускаючи струм через контакти 1-2 і вимірюючи різницю потенціалів (U_4-U_3), знайдемо:

$$R_2 = \frac{U_4-U_3}{J_{12}} = -\frac{\rho}{\pi\cdot W}\ln\frac{S_2(S_1+S_2+S_3)}{(S_1+S_2)\cdot(S_2+S_3)}\ . \tag{16}$$

Потенціюючи логарифми для R_1 і R_2 і додаючи результати, отримуємо:

$$e^{-\frac{\pi \cdot W}{\rho} R_1} + e^{-\frac{\pi \cdot W}{\rho} R_2} = 1 . \qquad (17)$$

Рівняння (17) у принципі вже дозволяє знайти ρ за виміряними значеннями R_1 і R_2 як корень трансцендентного рівняння. Можна спростити розв'язок цієї задачі. Представимо

$$R_1 = \frac{1}{2}(R_1 + R_2) + \frac{1}{2}(R_1 - R_2);$$

$$R_2 = \frac{1}{2}(R_1 + R_2) - \frac{1}{2}(R_1 - R_2) \qquad (18)$$

і підставимо їх у (17):

$$\exp(-\pi \cdot W \frac{R_1 + R_2}{2\rho}) ch(\pi \cdot W \frac{R_1 - R_2}{2\rho}) = \frac{1}{2} . \qquad (19)$$

Оскільки R_1 і $R_2 \sim \rho$, то можна припустити, що

$$\pi \cdot W \frac{R_1 + R_2}{2\rho} = \frac{\ln 2}{f(R_1, R_2)}, \qquad (20)$$

де $f(R_1,R_2)$ – функція, залежна від R_1 і R_2. Підставивши цей вираз у (19), знайдемо:

$$\exp(-\frac{\ln 2}{f}) ch\left[\frac{R_1/R_2 - 1}{R_1/R_2 + 1} \cdot \frac{\ln 2}{f}\right] = \frac{1}{2} . \qquad (21)$$

З (21) видно, що функція f, яка є коренем рівняння (21), дійсно залежить тільки від співвідношення R_1/R_2. Графік $f(R_1/R_2)$ представлений на рис. 1.6.

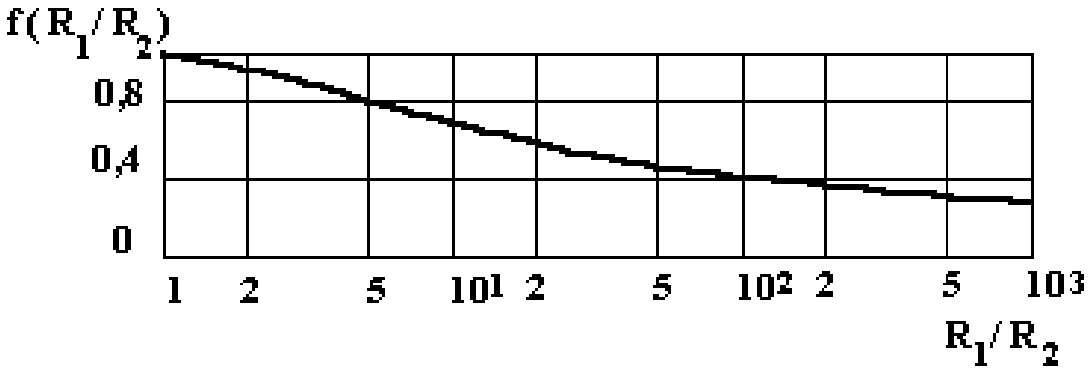

Рисунок 1.6 - График поправочної функции $f(R_1/R_2)$

Таким чином, знаючи $f(R_1/R_2)$, знайдемо ρ з (20):

$$\rho = \frac{\pi \cdot W}{\ln 2} \frac{R_1 + R_2}{2} f\left(\frac{R_1}{R_2}\right) . \qquad (22)$$

Якщо відношення $|R_1/R_2 - 1| < 0{,}1$, то $|1-f| < 0{,}001$.

Згідно з теорією конформних перетворень можна показати, що співвідношення (19), (22) справедливі і для зразка будь-якої форми. Але при збільшенні площі контактів виникає додаткова похибка при вимірюванні ρ. Для усунення похибки, пов'язаної з величиною і формою контатів, застосовують зразки спеціальної форми (рис. 1.7).

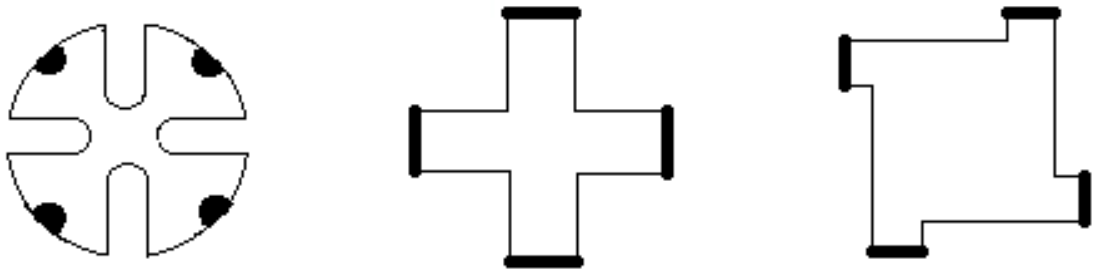

Рисунок 1.7 - Геометричні форми зразків для вимірювання питомого опору методом Ван-дер-Пау (місця контактів зачорнені)

1.4 Порядок виконаня роботи

Опис чотиризондової установки

Електрична схема установки представлена на рис. 1.8. На ньому:

НАПІВПРОВІДНИК – пластина напівпровідника,

К – ключ-комутатор, який дозволяє змінювати напрямок струму через зонди 1-4,

$П_1$, $П_2$ – потенціометри установки струму "Грубо" і "Точно",

ДЖ – стабілізоване джерело живлення (наприклад, П-36-1 чи

УИП-2,

μА – мікроамперметр,

ЦВ – цифровий вольтметр, що дозволяє вимірювати напругу з точністю до 1 мкВ з внутрішнім опором ≥ 1 МΩ

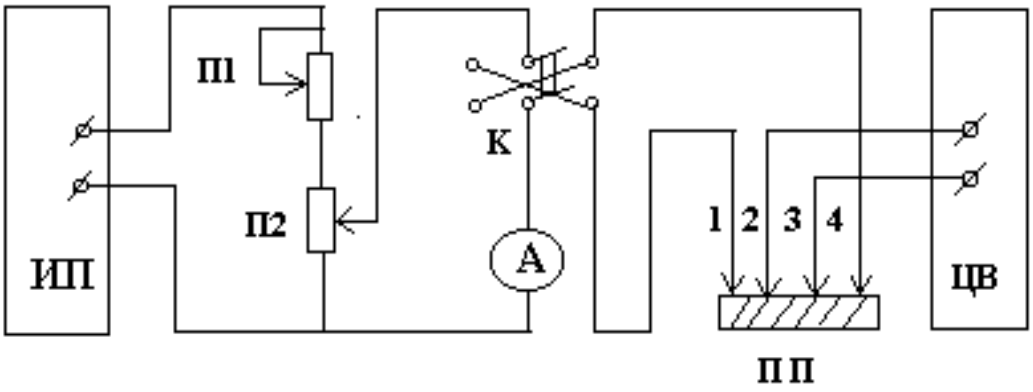

Рисунок 1.8 - Електрична схема установки

За домогою ЦВ визначається падіння напруги на зондах 3-4. Величину струму встановлюють за можливості невелику (50÷100 мкА) і постійну для однієї серії вимірювань.

Зонди 1, 2, 3, 4 виготовлено пружніми, щоб забезпечити надійний контакт зонда з напівпровідником. Вони виготовлені з тонкого вольфрамового дроту. Кінці зондів загострені. Усі зонди встановлюють у спеціальній головці на рівній відстані один від одного. Чотиризондову голівку закріплюють до маніпулятора, за допомогою якого її можна піднімати і опускати.

УВАГА! З зондами треба поводитися обережно, опускати їх на зразок плавно, слідкувати за їх паралельністю і однаковою відстанню між їх кінцями.

1.5 У звіті відображається:

- тема та ціль роботи;
- принципова схема експерименту;
- результати вимірювань та їх графічне відображення;
- висновки за роботою.

1.5 Контрольні питання:

1. Від чого залежить провідність напівпровідників? Що таке рухливість?

2. Сутність чотиризондового методу визначення провідності напівпровідників. Вивести формулу (9).
3. Вплив провідної границі на вимірювання питомого опору.
4. Вплив ізольованої границі на вимірювання питомого опору.
5. Порядок і особливості проведення вимірювань на стенді.
6. Похибки вимірювань питомого опору, локальність методу.

Література

1. Павлов Л.П. Методы определения основных параметров полупроводниковых материалов. М., 1975
2. Шалимова К.В. Физика полупроводников. М., 1971.
3. Киреев П.С. Физика полупроводников. М., 1975.
4. Атомная диффузия в полупроводниках, под ред. Д.Шоу, М.: Мир, 1975.

Лабораторна робота № 2

ДОСЛІДЖЕННЯ ЕФЕКТУ ХОЛЛА

1.1 Мета роботи: визначити ЕРС Холла і концентрацію носіїв струму у напівпровіднику за допомогою методу, який використовує ефект Холла.

1.2 Зміст роботи: дослідити залежність ЕРС Холла від величини сили струму, що проходить через зразок, обчислити сталу Холла і концентрацію носіїв струму

1.3 Теоретичні відомості

Основні поняття

У 1880 р. було відкрито явище, яке згодом названо гальваномагнітним ефектом Холла. Сутність ефекту Холла у наступному. Якщо пластинку провідника або напівпровідника, яким тече постійний електричний струм густиною $\vec{j}$, помістити в однорідне магнітне поле $\vec{B}$, перпендикулярне напрямку руху носіїв струму (рис. 2.1), то між двома точками протилежних боків пластинки (наприклад, A і C), розташованими на прямій, перпендикулярній як напрямкові струму $\vec{j}$, так і вектору магнітної індукції $\vec{B}$, виникає різниця потенціалів $\varphi_A - \varphi_C$, що називається ЕРС Холла (ε_x). Величина цієї ЕРС за умови малої товщини d пластинки

$$\varepsilon_x = R_x \frac{IB}{d},$$

де $$I = jS = jbd$$

або

$$\varepsilon_x = RbjB \qquad (1)$$

де R_x – стала Холла; b – ширина пластинки.

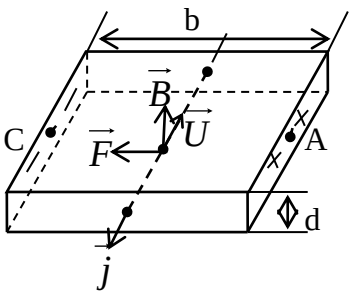

Рисунок 2.1 - Ефект Холла

Ефект Холла пояснюється дією магнітного поля на електричні заряди, що рухаються. За відсутності магнітного поля струм у пластинці обумовлений електричним полем $\overrightarrow{Eo}$. Еквіпотенціальні поверхні цього поля утворюють систему перпендикулярних вектору $\overrightarrow{Eo}$ площин. Дві з них зображені на рис.2.1 суцільними лініями. Носії струму – електрони – мають від'ємний заряд, тому швидкість їх упорядкованого руху $\vec{u} = \frac{\vec{j}}{(nq)}$, (n – концентрація носіїв заряду, заряд електрона $q = -1{,}6 \cdot 10^{-19}$ Кл) спрямована протилежно вектору густини струму $\vec{j}$. У магнітному полі на носії струму діє сила $\overrightarrow{F} = q\left[\vec{u}, \vec{B}\right]$ перпендикулярна середній швидкості упорядкованого руху носіїв струму $\vec{u}$ і індукції магнітного поля. Під дією цієї сили носії струму відхиляються до одного з боків пластинки і накопичуються там, створюючи від'ємний заряд. На протилежній стороні пластинки буде залишатися нескомпенсований позитивний заряд. У результаті виникає електричне поле $\overrightarrow{E_B}$, поперечне відносно $\overrightarrow{Eo}$ і $\vec{B}$ (рис. 2.2).

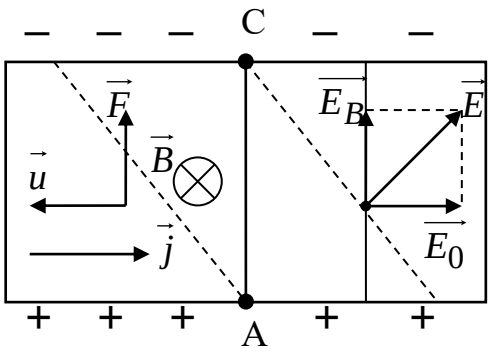

Рисунок 2.2 - ЕРС Холла у напівпровіднику

Сила $q\overrightarrow{E_B}$, що діє з боку поперечного електричного поля на заряд q спрямована у сторону, протилежну напрямку магнітної сили $\vec{F} = q\left[\vec{u}, \vec{B}\right]$. У випадку рівноважного процесу проходження струму по пластинці ці сили взаємно врівноважуються, тобто

$$qE_B = quB. \qquad (2)$$

Поля $\overrightarrow{Eo}$ і $\overrightarrow{E_B}$ додаються, утворюючи результуюче поле $\vec{E}$. Еквіпотенціальні поверхні, перпендикулярні вектору напруженості поля $\vec{E}$, зображені на рис. 2.2 пунктиром. Точки А і С, що лежать на одній еквіпотенціальній поверхні, тепер належать до різних еквіпотенціальних поверхонь і мають різні потенціали. Враховуючи, що $\varphi_A - \varphi_C = \varepsilon_x = E_B b$, а $I = qnubd$, різниця потенціалів, що виникла між ними, дорівнює

$$\varepsilon_x = \frac{1}{nq} \cdot \frac{IB}{d}. \qquad (3)$$

Коефіцієнт $R_x = \frac{1}{nq}$ є основною кількісною характеристикою ефекту Холла. Знак R_x співпадає зі знаком носіїв заряду. Треба відзначити, що отримані результати справедливі лише приблизно. У вище викладеному матеріалі передбачалося, що всі носії струму рухаються з однаковою за величиною швидкістю, що дорівнює середній швидкості упорядкованого руху. У дійсності ж у різних носіїв струму швидкості їх руху неоднакові. З урахуванням розподілу носіїв струму за швидкостями, вираз для сталої Холла набуває вигляду:

$$R_x = \frac{A}{nq}, \qquad (4)$$

де $A = \frac{3\pi}{8} = 1{,}18$.

Важливою характеристикою речовини є рухливість носіїв струму. Рухливість носіїв струму u_0 визначається середньою швидкістю, яку набувають носії при напруженості електричного поля, що дорівнює одиниці, тобто

$$u_0 = \frac{u}{E} \qquad (5)$$

Записавши закон Ома у диференційній формі $j = \sigma E$ і враховуючи, що $j = nqu$, можна визначити рухливість, як

$$u_0 = \frac{\sigma}{nq} = R_x \sigma \qquad (6)$$

де σ – питома електропровідність речовини.

Ефект Холла є одним з найбільш ефективних методів вивчення електричних властивостей металів і напівпровідників. Він використовується для перемноження постійних струмів в аналогових обчислювальних машинах, при вимірюванні індукції постійних і змінних магнітних полів, перетворенні постійного струму у змінний, вимірюванні потужності електромагнітних полів на надвисоких частотах і в інших галузях техніки.

У даній роботі використовується метод вимірювання ЕРС Холла у постійних електричному і магнітному полях.

Функціональная схема установки наведена на рис. 2.3.

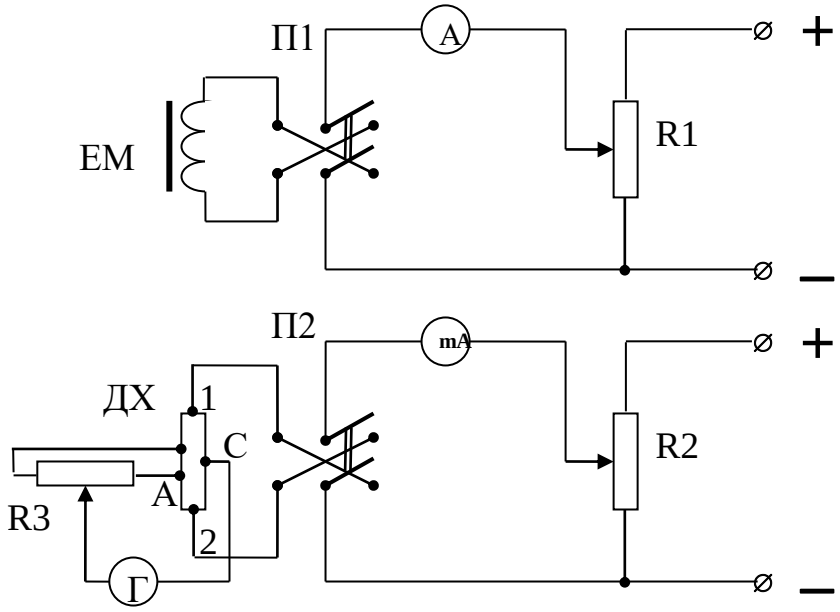

Рисунок 2.3 - Функціональна схема установки дослідження ефекту Холла

До напівпровідникового зразка або датчика Холла (ДХ) через електроди 1 і 2 подається струм, електроди А і С є зондами для вимірювань ЕРС Холла.

Утримувач з напівпровідниковим зразком розміщується між полюсними наконечниками електромагніта (ЕМ), підключеного до джерела постійного струму.

Величина струму, що йде через зразок, регулюється потенціометром R_1 і вимірюється міліамперметром (mA).

Зміна величини індукції магнітного поля у повітряному зазорі між полюсними наконечниками електромагніта здійснюється реостатом R_2, а вимірювання значення струму $I_{ем}$ відбувається амперметром (А). Індукція магнітного поля визначається з виразу

$$B = \mu\mu_0 H = k\mu\mu_0 I_{ем}, \qquad (7)$$

де μ – відносна магнітна проникність сердечника електромагніта;

k – коефіцієнт, що враховує конструктивні особливості електромагніта.

ЕРС Холла обчислюється за формулою

$$\varepsilon_x = I_Г R_Г, \qquad (8)$$

де $I_Г$ – струм, що тече через гальванометр (Г), $R_Г$ – внутрішній опір гальванометра.

Якби холлівські електроди на зразку були розташовані суворо симетрично, то при проходженні струму через зразок і за відсутності магнітного поля між електродами не виявлялося б ніякої різниці потенціалів. Однак розташувати їх суворо симетрично неможливо і між холлівськими електродами виникає різниця потенціалів U_R. Потенціометром R_3 вирівнюються потенціали на кінцях гальванометра, який за відсутності магнітного поля повинен показувати нуль. При ввімкненні магнітного поля виникає ЕРС Холла, і гальванометр показує наявність струму. Щоб упевнитися в тому, що гальванометр дійсно реєструє струм, обумовлений ЕРС Холла, треба плавно зменшити індукцію магнітного поля, потім перемикачем $П_1$ змінити його напрямок на протилежний і знову плавно збільшити індукцію магнітного поля. Стрілка гальванометра при цьому повинна відхилитися у протилежну сторону.

Між холлівськими електродами, крім напруги U_R і ЕРС Холла, виникають і інші ЕРС, обумовлені гальваномагнітними і термомагнітними ефектами.

При визначенні величини ЕРС Холла для того, щоб виключити напруги, обумовлені побічними ефектами, вимірювання струму $I_Г$ необхідно проводити два рази при протилежних напрямках магнітного поля, а потім взяти середнє від отриманих значень:

$$I_Г = \frac{|I_{Г1}| + |I_{Г2}|}{2}. \qquad (9)$$

За знайденими значеннями $I_Г$ і за величинами струму через зразок I і через електромагніт $I_{ем}$ визначається стала Холла

$$R_x = -A\frac{\varepsilon_x d}{I \cdot B} = C\frac{I_Г}{I \cdot I_{ем}}, \qquad (10)$$

де $C = -\dfrac{1{,}18\ R_Г d}{\mu\mu_0 k}$ – калібрувальний коефіцієнт.

Значення μ, k, d і допустимі значення величин I і $I_{ем}$ вказані на робочому місці $\left(\mu_0 = 1{,}26 \cdot 10^{-6}\ \text{Гн/м}\right)$.

1.4 Порядок виконання роботи

1. Дослідити залежність ЕРС Холла від індукції магнітного поля $\varepsilon_x = f(B)$ при постійному значенні струму, що проходить через зразок $I = \text{const}$.
2. Результати вимірювань і розрахунків занести до табл. 2.1.

Таблиця 2.1

№	$I_{ем}$, А	B, Тл	I = , А			
			$I_{Г1}$, А	$I_{Г2}$, А	$I_Г$, А	ε_x, В
1						
2						
3						

3. Побудувати залежність ЕРС Холла від величини індукції магнітного поля $\varepsilon_x = f(B)$ при $I = \text{const}$.
4. Дослідити залежність ЕРС Холла від величини сили струму, що проходить через зразок $\varepsilon_x = f(I)$, при сталому значенні індукції магнітного поля $B = \text{const}\ (I_{ем} = \text{const})$.
5. Результати вимірювань і розрахунків занести в табл. 2.2

Таблиця 2.2

№	I, А	$I_{ем}$ = , А			
		$I_{Г1}$, А	$I_{Г2}$, А	$I_Г$, А	ε_x, В
1					
2					
3					

6. Побудувати залежність ЕРС Холла від сили струму, що проходить через зразок $\varepsilon_x = f(I)$ при $B = \text{const}$ та обчислити сталу Холла і концентрацію носіїв струму за формулами (10) і (4).
7. Проаналізувати отримані результати на підставі даних, наведених у таблиці 2.3.

Таблиця 2.3

Матеріали	R_x, $м^3$ $Кл^{-1}$	n, $м^{-3}$	σ, $Ом^{-1}$ $м^{-1}$	u_0, $м^2$ $В^{-1}$ $с^{-1}$
Si	-10^2	10^{22}	$1{,}6 \cdot 10^{-3}$	0,16
Ge	-10^{-1}	10^{20}	2,7	0,30
InSb	$-5 \cdot 10^{-4}$	10^{22}	$1{,}4 \cdot 10^4$	7,00
InAs	-10^{-2}	10^{21}	$4{,}0 \cdot 10^2$	4,00
Bi	$-5 \cdot 10^{-8}$	10^{26}	$8{,}6 \cdot 10^5$	0,42

1.5 У звіті відображається:

- тема та ціль роботи;
- принципова схема експерименту;
- результати вимірювань та їх графічне відображення;
- висновки за роботою.

1.6 Контрольні запитання

1. Пояснити сутність ефекту Холла.
2. Як пояснити виникнення холлівської різниці потенціалів з точки зору електронної теорії? Вивести формулу для ЕРС Холла.
3. Дати визначення рухливості носіїв струму. Вивести формулу для визначення рухливості носіїв струму.
4. Чому вимірювання різниці потенціалів між холлівськими електродами необхідно проводити два рази при протилежних напрямках магнітного поля?
5. Чи можна у напівпровіднику, що має тільки власну провідність, спостерігати ефект Холла?

Література

1. Павлов Л.П. Методы определения основных параметров полупроводниковых материалов. М., 1975
2. Шалимова К.В. Физика полупроводников. М., 1971.
3. Киреев П.С. Физика полупроводников. М., 1975.

Лабораторна робота № 3

ВИЗНАЧЕННЯ ДИФУЗІЙНОЇ ДОВЖИНИ І ЧАСУ ЖИТТЯ НЕРІВНОВІСНИХ НОСІЇВ СТРУМУ У НАПІВПРОВІДНИКАХ

1.1 Мета роботи: визначити дифузійну довжину і час життя нерівновісних носіїв струму у напівпровідниковій структурі.

1.2 Зміст роботи: за допомогою методу світлового променя виміряти визначити дифузійну довжину і час життя нерівновісних носіїв струму у напівпровідниковій структурі.

1.3 Теоретичні відомості

Основні поняття

Якщо у напівпровідник за допомогою будь-якого способу (опромінення, інжекція) ввести нерівновісні носії струму, то система протягом деякого часу знову повертається у свій первісний (рівновісний) стан. Процес, що повертає напівпровідник у його первісний стан, називається ***рекомбінацією***.

Дійсний стан рекомбінації ще не вивчений повністю. При рекомбінації в об’ємі напівпровідника основну роль відіграє механізм безвипромінювальної рекомбінації, зокрема визначальним фактором є рекомбінація через глибокі локальні центри (пастки).

Загальна схема рекомбінації на такій «пастці» може бути представлена наступним чином:

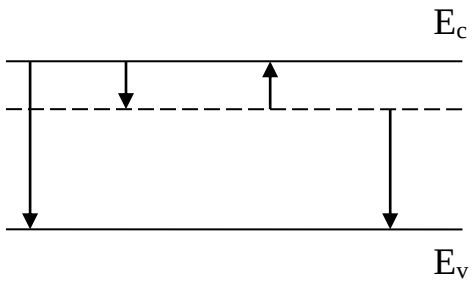

Рисунок 3.1 - Схема рекомбінації

Представимо, що у кристалі є дефект (домішка, механічний дефект і т.п.), який може захопити електрон. Якщо потім дірка опиняється у межах ефективного перетину центру, що вже захопив електрон, то електронний дефект захоплює цю дірку і рекомбінує з електроном. Імовірність рекомбінації носіїв на таких пастках визначається концентрацією останніх, їх природою. Кількісною характеристикою швидкості рекомбінації електронів і дірок є величина, що називається часом життя і визначається таким чином. Якщо надлишкова концентрація електронів або дірок «р» мала у порівнянні з концентрацією основних носіїв, то швидкість зменшення концентрації $\frac{dn}{dt}$ буде пропорційною надлишковій концентрації «n»

$$-\frac{dn}{dt} = \frac{1}{\tau} n \qquad (1)$$

де τ – час життя електрона (дірки).

Інтегрування (1) дає

$$n_t = n_0 e^{-\frac{t}{\tau}} \qquad (2)$$

де n_0 – концентрація у момент часу t_0,

тобто час життя – це величина часу, протягом якого концентрація нерівновісних носіїв зменшується у e = 2,7 разів.

Теорія методу

Розглянемо ниткоподібний напівпровідник (рис. 3.2), припустимо, що під впливом освітлення у внутрішній області «а» виникає додаткових носіїв в 1 $см^3$ за одну секунду.

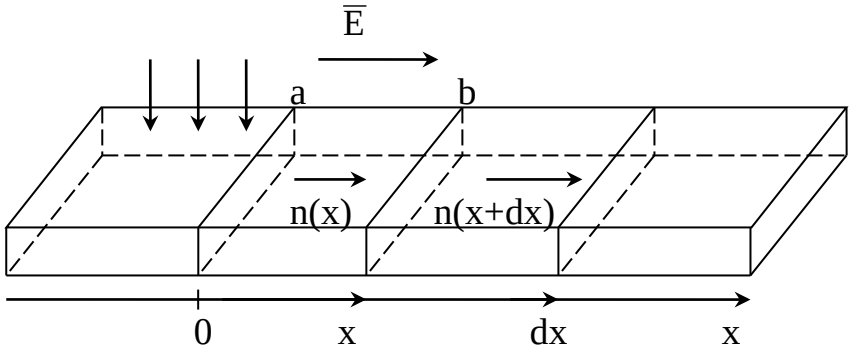

Рисунок 2.3 - Рух носіїв заряду у напівпровіднику під впливом світла

Розглянемо шар напівпровідника, обмежений площинами x і (x +dx) через перетин x. Внаслідок дифузії входить $-D\frac{dn}{dx}$ число носіїв, а через перетин (x +dx) виходить:

$$-D\left(\frac{dn}{dx}\right)_{x+dx} = -D\left(\frac{dn}{dx}+\frac{d^2n}{dx^2}dx\right)_x$$

Отже, збільшення числа носіїв внаслідок дифузії є:

$$-D\left(\frac{dn}{dx}\right)_{x+dx} = -D\left(\frac{dn}{dx}+\frac{d^2n}{dx^2}dx\right)_x$$

Якщо у напівпровідникові присутнє електричне поле E, то носії беруть участь ще і у спрямованому дрейфовому рухові.

Число носіїв, які входять через перетин X внаслідок дрейфу, дорівнює:

$$n(x)\mu E,$$

де μ – рухливість,

а число носіїв, які входять через (x +dx)

$$n(x+dx)\mu E = \left(n+\frac{dn}{dx}\right)\mu E$$

Збільшення числа носіїв у шарі внаслідок дрейфу дорівнює:

$$n\mu E - \left(n+\frac{dn}{dx}\right)\mu E = -\mu E\frac{dn}{dx}$$

У стаціонарному стані повне число носіїв, які увійшли у шар, повинно дорівнювати числу носіїв, що зникають внаслідок рекомбінації, і дорівнює

$$-\frac{dn}{dt}dx = \frac{ndx}{\tau}$$

Тому рівняння балансу додаткових носіїв буде мати вигляд:

$$D^2 \frac{d^2n}{dx^2}dx - \mu E \frac{dn}{dx}dx - \frac{ndx}{\tau} = 0$$

$$\frac{d^2n}{dx^2} - \frac{\mu E}{D} \cdot \frac{dn}{dx} - \frac{1}{D\tau}n = 0 \qquad (3)$$

Дане рівняння справедливе тільки для низького рівня інжекції. Частинний розв'язок рівняння з початковими умовами має вигляд:

$$n_t = n_0 e^{-\frac{x}{\ell}}, \qquad (4)$$

де ℓ – довжина затягування носіїв.

У межах випадку

а) $E = 0$, $\ell = \ell_0$ вираз (4) набуває вигляду

$$n_t = n_0 e^{-\frac{x}{\ell_0}}. \qquad (5)$$

Довжина затягування дорівнює дифузійній довжині. Це відстань, на якій концентрація нерівновісних носіїв зменшується у е разів, при розгляді носіїв тільки внаслідок дифузії.

б) $\frac{\mu E}{2D} >> \frac{\ell}{\ell_0}$, тоді вираз (4) набуває вигляду формули (2):

$$n_t = n_0 e^{-\frac{t}{\tau}}.$$

Отримані результати лежать в основі експериментального визначення часу життя τ.

Ми бачимо, що для цього можна або досліджувати зменшення концентрації нерівновісних носіїв протягом часу і знайти τ за формулою (2), або досліджувати залежність від відстані вздовж зразку. В останньому випадку визначається дифузійна довжина ℓ_0. Величину τ знаходять з співвідношення

$$D\tau = (\ell_0)^2 \qquad (6)$$

Для вимірювання концентрації нерівновісних носіїв користуються двома методами. Перший ґрунтується на вимірюванні струму колектора. У випадку точкових контактів струм колектора буде пропорційним концентрації нерівновісних носіїв. Другий – на зміні потенціалу точкового контакту при збільшенні концентрації нерівновісних носіїв.

У даній роботі використовується перший метод, тому що він дозволяє проводити вимірювання ℓ_0 без додаткового посилення.

Методика вимірювань

Вимірювання проводиться на монокристалічному зразку Ge «p» типу провідності. Схема установки наведена на рисунку:

1. Модулятор
2. Мотор модулятора
3. Ламповий вольтметр
4. Індикатор переміщення часового типу
5. Голка
6. Лінза

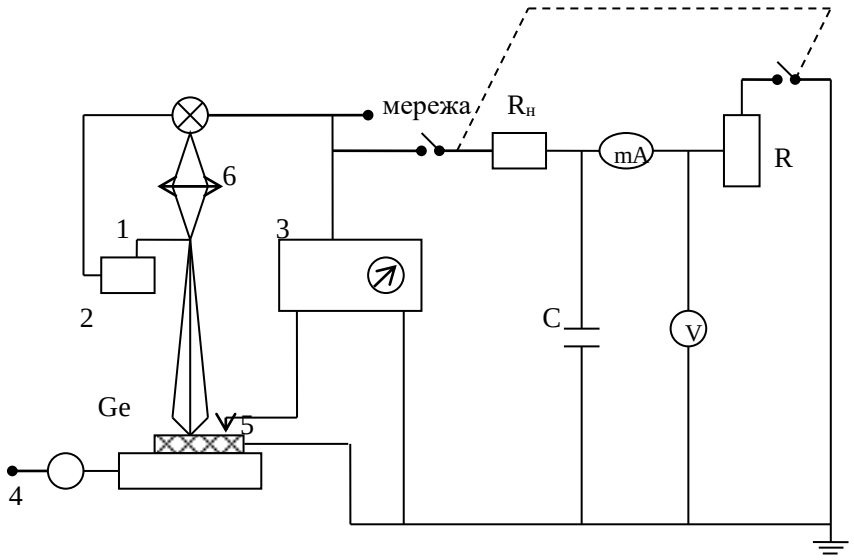

Рисунок 3.3 - Схема експериментальної установки

Установка зібрана на основі спектропроектора і містить: освітлювальну систему, рухливий стіл з закріпленому на ньому зразком, блок живлення, модуля-

тор, індикатор часового типу для відліку повздовжнього переміщення столу і ламповий вольтметр.

Поверхня зразка освітлюється вузьким пучком світла у вигляді тонкої прямої лінії. Ця світлова смуга шириною декілька десятих міліметра перетинає усю верхню грань зразка паралельно його торцям. Така система освітлення полегшує розв'язок задачі дифузії неосновних носіїв і на певній відстані від освітленої ділянки дозволяє привести її до одномірної задачі, що розглядалася вище. Пучок світла переривається диском, що обертається, (модулятором). Це дозволяє відокремити частину колекторного струму, пов'язану з нерівновісними носіями, від сталої складової.

Частота переривання обирається таким чином, щоб за час освітлення установлювався рівномірний розподіл неосновних носіїв, а за час затемнення система приходила у рівноважний стан, тобто тривалості освітлення і затемнення повинні бути набагато більші за τ (~300 Гц).

Зсув на колектор подається від батареї Б, величина зсуву регулюється потенціометром R. Колектор представляє електрично заточений W дріт. Опір колектора зазвичай досягає 100 кОм, тому струм через ввімкнений у ланцюг колектора визначається в основному опором колектора, з $R_н$ знімається змінна складова колекторного струму на ламповий вольтметр. Таким чином, величина «U», що вимірюється ламповим вольтметром, прямо пропорційна концентрації n неосновних носіїв. Вимірюючи величину «U» на різних відстанях колектора від освітленої смуги, можна визначити дифузійну довжину ℓ_0. Для цього побудуємо графік залежності $\ln U = f(x)$. Котангенс кута нахилу цієї прямої визначає ℓ_0.

1.4 Порядок виконання роботи:

1. Закріпити зразок у тримачі.
2. Ввімкнути освітлювальну систему і сфокусувати світлову смугу так, щоб вона була паралельною торцям зразка.
3. Зібрати схему (рис. 3.3) і подати напругу на колектор, встановити струм колектора близько 1 мА.

4. Виміряти рівень шумів, викликаний як наведеними, так і розсіяним світлом. Для цього перемістити стіл із зразком так, щоб світлова пляма не попадала на зразок, виміряти величину U.
5. Світлова смуга поєднується з колектором і вимірюється $U_н$ поступово віддаляючи колектор від світлової смуги. Відстань вимірюється індикатором часового типу з точністю 0,1 мм. Дані занести у таблицю.
6. Побудувати графік залежності $\ln U = f(x)$. З графіка визначити ℓ_0, за формулою (6) обчислити τ, враховуючи, що $D_p = 44\frac{см^2}{сек}$; $D_n = 96\frac{см^2}{сек}$.

Потрібно зняти не менше 3-х кривих і як остаточний результат взяти середнє значення з отриманих величин.

7. Отримати осцилограму і пояснити її.

1.5 У звіті відображається:

- тема та ціль роботи;
- принципова схема експерименту;
- результати вимірювань та їх графічне відображення;
- висновки за роботою.

1.6 Контрольні запитання:

1. Поняття процесів рекомбінації та генерації у напівпровідниках.
2. Дифузійна довжина та час життя нерівновісних носіїв заряду.
3. Рухливість носіїв заряду.
4. Методика експерименту.

Література

1. Павлов Л.П. Методы определения основных параметров полупроводниковых материалов. М., 1975.
2. Шалимова К.В. Физика полупроводников. М., 1971.
3. Киреев П.С. Физика полупроводников. М., 1975.

Лабораторна робота №4

ДОСЛІДЖЕННЯ ПОВЕРХНЕВИХ РІВНІВ НАПІВПРОВІДНИКОВОЇ СТРУКТУРИ ЗА ДОПОМОГОЮ ВОЛЬТАМПЕРНОЇ ХАРАКТЕРИСТИКИ МДН ТРАНЗИСТОРА

1.1 Мета роботи: визначити густину поверхневих станів у структурі МДН транзистора.

1.2 Зміст роботи: за допомогою ВАХ МДН транзистора визначити густину поверхневих рівнів.

1.3 Теоретичні відомості

Сучасна мікроелектроніка в основному базується на приладах з структурою метал-діелектрик-напівпровідник (МДН), що пов’язано з простотою планарної технології, яка забезпечує у той же час високий ступінь інтеграції мікросхем при малих струмах споживання.

Вольтамперна характеристика ідеального МДН транзистора, отримана при наближенні плавного каналу при врахуванні тільки дрейфової складової струму і ряді інших припущень може бути записана у вигляді:

$$I_D = \frac{Z}{L}\mu C_{ox}(V_G - V_T)V_D \qquad (1)$$

де Z – ширина каналу, L – довжина каналу, μ – рухливість носіїв заряду, C_{ox} – ємність підзатворного діелектрика, V_G – напруга на затворі, V_D – напруга на стокі, V_T – порогова напруга.

Порогова напруга V_T відповідає початку сильної інверсії ($\psi_s=2\varphi_o$), тобто формуванню інверсійного каналу і відкриттю транзистора. Наявність захопленого заряду у діелектрику Q_{ox} і на поверхневих станах Q_{ss}, а також контактної різниці потенціалів $\Delta\phi_{ms}$, приводить до зсуву порогової напруги:

$$V_T = 2\varphi_0 + \Delta\phi_{ms} + \frac{-Q_{ox} + Q_{ss} + \sqrt{2\varepsilon_s\varepsilon_0 q N_B(2\varphi_0)}}{C_{ox}}$$

У лінійній області, коли справедлива формула (1), передаточна ВАХ $I_D(V_G)$ також лінійна і величина V_T може бути знайдена екстраполяцією графіка до осі абсцис (рис.4.1).

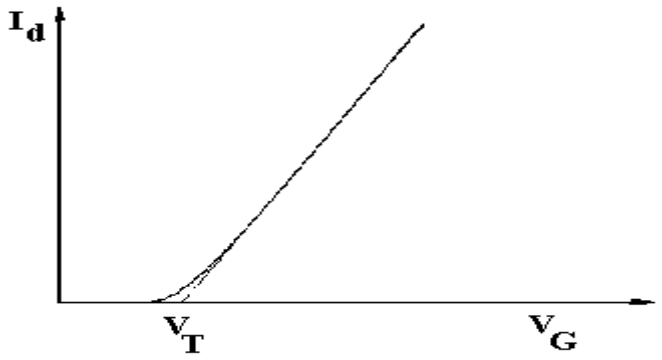

Рисунок 4.1 - Передаточна ВАХ у лінійній області

Тангенс кута нахилу tga залежності $I_D(V_G)$ визначає величину рухливості μ:

$$\mu = \frac{L \cdot tg\alpha}{Z \cdot C_{ox} \cdot V_D}$$

В області насичення (в умовах відсікання каналу) передаточна ВАХ МДН транзистора $I_D(V_G)$ має квадратичну форму:

$$I_D = k \frac{Z}{L} \mu C_{ox} \left(V_G - V_T\right)^2 \qquad (2)$$

Тому ВАХ спрямляється у координатах $\sqrt{I_D}(V_G)$ і екстраполяція цієї залежності до нульового струму дає значення порогової напруги V_T, а тангенс кута нахилу прямої tga визначає величину рухливості:

$$\mu_n = \frac{L \cdot tg^2\alpha}{Z \cdot C_{ox}}$$

Для визначення величины концентрації легуючої домішки N_B користуються залежністю порогової напруги V_T від зсуву, зміщення канал-підложка V_{BS} в області плавного каналу:

$$\Delta V_T = \sqrt{\frac{2 \cdot q \cdot \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_s \cdot N_B}{C_{ox}^2}} \cdot \left(\sqrt{2\varphi_0 + V_{BS}} - \sqrt{2\varphi_0}\right).$$

Побудуємо залежність зсуву порогової напруги від деякої функції, що залежить від V_{BS}: $\Delta V_T = f\left(\sqrt{\psi_{s0} + V_{BS}}\right)$ і по тангенсу кута нахилу tga визначимо концентрацію

N_B як $N_B = \frac{\varepsilon_{ox}^2 \cdot \varepsilon_0}{2 \cdot q \cdot \varepsilon_s} \cdot \left(\frac{tg\alpha}{d_{ox}} \right)^2$. При цьому треба врахувати, що величина φ_0 сама залежить від рівня легування підложки, проте знаючи, що ця залежність слабка: $\varphi_0 = \frac{kT}{q} \ln \frac{N_B}{n_i}$, то її можна вважати константою, наприклад φ_0=0.3 В.

При роботі у ключовому режимі чи низьковольтному живленні МДН транзистор може працювати при напругах на затворі поблизу порогової. У цьому випадку необхідно враховувати дифузійну складову струму, яка в умовах слабкої інверсії у приповерхневій області напівпровідника перевищує дрейфову компоненту.

Враховуючи тільки дифузійну складову струму стока I_D дорівнює:

$$I_D = -qSD_n \frac{dn}{dy} = qSD_n \frac{n(0) - n(L)}{L} \qquad (3)$$

де $n(0)=n_{po}\exp(\beta\psi_s)$ – концентрація електронів у витока,

$n(L)=n_{po}\exp(\beta(\psi_s-V_D))$ – концентрація електронів у витока,

$\beta=q/kT$,

D_n – коефіцієнт дифузії,

$S=Z \cdot x$ – ефективна поперечна площа каналу,

$x \sim kT/E_s$ – глибина каналу, що залежить від поля E_s.

Розв'язком рівняння (3) буде підпорогова ВАХ:

$$I_D = \mu \frac{Z}{L} \frac{aC_{ox}}{2\beta^2} \frac{n_i^2}{N_B^2} (1 - \exp(-\beta V_D)) \exp(\beta V_G) (\beta \psi_s)^{-\frac{1}{2}}$$

$$a = \sqrt{2} \frac{\varepsilon_s d_{ox}}{\varepsilon_{ox} L_d} \qquad (4)$$

де L_d – довжина Дебая.

Як видно з рівняння (4), залежність ID від VD дуже слабка тому що множник $(1-\exp(-\beta V_D))$ при $V_D > 2kT/q$ (V_D>0.05 В) дорівнює одиниці і струм стока залежить тільки від напруги на затворі V_G. Залежність ψ_s від V_G – складна, але слабка, приблизно лінійна. Тоді підпорогова ВАХ буде носити в основному експоненціальний характер:

$$I_D \sim \exp(\psi_s) \sim \exp(V_G) \qquad (5)$$

Нахил підпороговоїй характеристики g:

$$g = \frac{\partial V_g}{\partial \lg I_D} = \ln 10 \frac{\partial V_g}{\partial \ln I_D} \quad [B / декаду]$$

залежить від температури T і приблизно дорівнює

$$g \approx \ln 10 \frac{kT}{q}\left(1 + \frac{C_B + C_{ss}}{C_{ox}}\right) \qquad (6)$$

де C_B, C_{ss}, C_{ox} – ємності області просторового заряду (ОПЗ), поверхневих станів (ПС) і окислення відповідно.

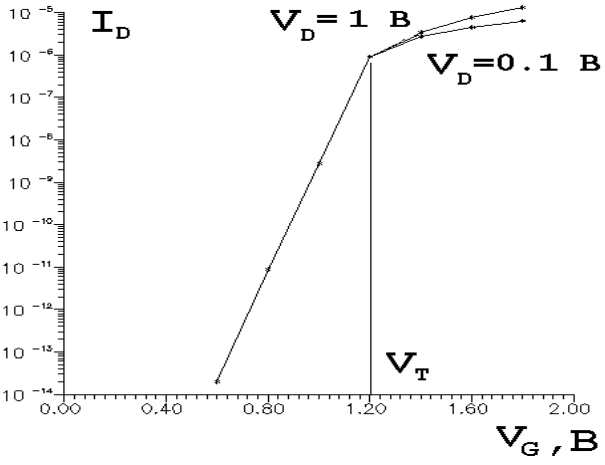

Рисунок 4.2 - Підпорогова ВАХ МДН транзистора

$$C_B = \sqrt{\frac{\varepsilon_s \varepsilon_o q N_B}{2\left(\psi_s - \frac{kT}{q}\right)}}, \quad C_{ox} = \frac{\varepsilon_{ox}\varepsilon_0}{d_{ox}} \qquad (7)$$

де d_{ox} – товщина діелектрика, ε_{ox} – діелектрична проникність діелектрика, ε_s – діелектрична проникність напівпровідника, N_B – концентрація легуючої домішки (рівень легування),

$$\psi_S = \varphi_0 = \frac{kT}{q} \ln \frac{N_B}{n_i}$$

φ_o – положення рівня Фермі відносно середини зони, n_i – концентрація власних носіїв.

Таким чином, знаючи величини C_{ox} і C_B, можна по нахилу графіка $lgI_D \sim V_G$ визначити C_{ss}, тобто і густину поверхневих станів N_{ss}:

$$N_{ss} = \frac{C_{ss}}{q} = \frac{C_{ox}\left(\frac{q}{kT}\frac{g}{\ln 10} - 1\right) - C_B}{q} \quad [\text{см}^{-2}\text{эВ}^{-1}] \tag{8}$$

Необхідно відзначити, що в величину N_{ss} входить не тільки дійсна густина поверхневих станів, але і певний внесок складають флуктуації поверхневого потенціалу ψ_s. Існують методи вимірювань дійсного значення N_{ss}, наприклад метод зарядової накачки (так званий CP-метод), однак він достатньо складний для експериментальної реалізації.

Блок-схема вимірювань підпорогової ВАХ мало відрізняється від стандартної схеми (рис.4.3).

У зв'язку з тим, що рівень вимірюваних струмів малий, тут застосовується електрометричний підсилювач струму і добра діелектрична ізоляція. З іншого боку, різка залежність I_D від V_G (десятки мілівольт на декаду) забезпечує точне регулювання напруги на затворі.

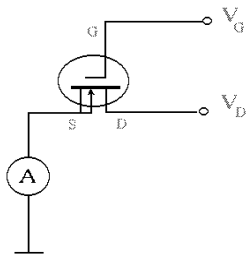

Рисунок 4.3 - Вимірювання підпорогової ВАХ МДН транзистора

1.4 Порядок виконання роботи

1. Виміряти підпорогову ВАХ МДН транзистора при різних напругах на стоці V_D. Для цього ручкою грубого настроювання встановити напругу на затворі V_G близьку до порогової V_T. Далі ручкої точного підстроювання добитися потрібного рівня струму I_D, як показано у таблиці нижче:

I_D,A	lgI_D	V_G,B
$1 \cdot 10^{-4}$		
$5 \cdot 10^{-4}$		
$2 \cdot 10^{-4}$		
...		
...		
$2 \cdot 10^{-11}$		
$1 \cdot 10^{-11}$		

2. Побудувати ВАХ у напівлогарифмових координатах при різних напругах на стоці і визначити нахил характеристики g. Розрахувати густину поверхневих станів за формулою (9), враховуючи формули (7) і (8).
3. Оцінити порогову напругу транзистора.
4. Оформити звіт з таблицями, графіками, розрахунками і висновками.

1.5 У звіті відображається:

- тема та ціль роботи;
- принципова схема експерименту;
- результати вимірювань та їх графічне відображення;
- висновки за роботою.

1.6 Контрольні запитання:

1. Пристрій і принцип дії МДН транзистора.
2. МДН транзистори збідненого та збагаченого типу. Який з них схожий на польовий транзистор з p-n переходом у якості затвору?
3. Вихідні і передаточні ВАХ МДН транзистора в області плавного каналу і області відсікання.
4. Співвідношення дрейфової і дифузійної компонент струму стоку.
5. Підпорогова ВАХ МДН транзистора.
6. Визначення параметрів за ВАХ МДН транзистора.

Додаток

Для розрахунку знадобляться наступні величини: (T=300K):

$\varepsilon_o = 8.85 \cdot 10^{-14}$ Ф/см^2, SiO_2: $\varepsilon_{ox} = 3.82$, Si: $\varepsilon_s = 11.8$, $n_i = 1 \cdot 10^{10}$ см$^{-3}$, $N_B = 1 \cdot 10^{15}$ см$^{-3}$, $d_{ox} = 1 \cdot 10^{-5}$ см, $k = 8.62 \cdot 10^{-5}$ еВ/К

Література

4. Павлов Л.П. Методы определения основных параметров полупроводниковых материалов. М., 1975
5. Шалимова К.В. Физика полупроводников. М., 1971.
6. Киреев П.С. Физика полупроводников. М., 1975.

Лабораторна робота №5

ДОСЛІДЖЕННЯ СПЕКТРАЛЬНИХ ХАРАКТЕРИСТИК ФОТОДІОДІВ НА ОСНОВІ P-N-ПЕРЕХОДУ І БАР'ЄРА ШОТТКИ

1.1 Мета роботи: вивчення особливостей роботи напівпровідників фотодіодів на основі p-n-переходів і бар'єра Шоттки.

1.2 Зміст роботи: зняти спектральні характеристики фотовідповіді фотодіодів на основі p-n-переходу і бар'єра Шоттки, побудувати графіки виміряних характеристик, пояснити короткохвильову і довгохвильову границі спектральних характеристик досліджених фотодіодів.

1.3 Теоретичні відомості:

Фізичні основи роботи напівпровідникових фотодіодів

Вступ

Фізичні основи напівпровідникових фотоприймачів і фотодіодів, зокрема, досить добре описані у відомій літературі [1-13]. Тому у даному розділі вони будуть викладені лише коротко.

Як відомо, для напівпровідникових фотоприймачів, що перетворюють енергію електромагнітного випромінювання в електричну, бажано, щоб у збудженому об'ємі провідника поглиналася як можна більша частина випромінювання, що падає. Одним із видів взаємодії випромінювання з напівпровідником, що лежить в основі принципу дії більшості фотоелектричних приладів, є генерація носіїв заряду фотонами. Поглинені напівпровідником кванти випромінювання звільняють носії заряду або з атомів кристалічної решітки, або з чужорідних (домішкових) атомів. Якщо енергія, яка передається фотоном електрону, є достатньою для того, щоб електрон залишив опромінене тіло, ми маємо справу з зовнішнім фотоефектом. Якщо ж у результаті взаємодії фотона з атомом решітки або домішки звільняється електронно-діркова пара, що рухається в електричному полі, ми маємо справу з внутрішнім фотоелектричним ефектом. У напівпровідниках внутрішній фотоефект проявляється у вигляді фотопровідності.

Напівпровідникові фотоприймачі з внутрішнім фотоефектом (фоторезистори, фотодіоди, фототранзистори, фототиристори, фотоприймачі на основі МДН-структур і приладів із зарядовим зв'язком) чутливі у широкій області спектра, вони можуть мати і селективну спектральну характеристику. Внутрішній фотоефект дозволяє створювати фотоприймачі з великим внутрішнім коефіцієнтом посилення фотоструму (фоторезистори, лавинні фотодіоди, фототранзистори, фототиристори), реалізувати велику швидкодію (p-n-фотодіоди, фотодіоди з бар'єром Шоттки) створювати матриці фотоприймачів (на основі фоторезисторів, фотодіодів з бар'єром Шоттки, МДН-структур).

До фотоприймачів, як до перетворювачів оптичних сигналів в електричні, в оптоелектроніці пред'являються наступні вимоги [4]:

- спектральний розподіл фоточутливості, що відповідає спектральній характеристиці джерела випромінювання;
- висока фоточутливість, що визначає мінімальний рівень вхідного сигналу при заданому рівні вихідного;
- низький рівень шуму у заданій смузі частот і заданому коефіцієнті посилення, що визначає малий поріг чутливості і високу роздільну здатність;
- задані електричні параметри: опір, ємність, напруга живлення і струм, які визначають узгодження фотоприймача з навантаженням;
- широка смуга пропускання і великий динамічний діапазон, як по оптичному входу, так і по електричному виходу, що обумовлює велику швидкодію і можливості аналогового перетворення.

Фотодіоди з p-n-переходом.

У фотоприймачах з p-n-переходом, а також з бар'єром Шоттки внутрішній фотоефект викликає появу фото-ЕРС між областями пристрою, і тоді він називається фотовольтаїчним ефектом.

Діодні структури представляють собою основу більшості різновидів фотоприймачів, що використовуються у даний час у квантовій і оптичній електроніці. Простота їх конструкції забезпечує краще використання світлового потоку. Фо-

тодіоди мають високі значення чутливості і швидкодії, мають лінійні характеристики у широкому діапазоні освітленостей, достатнє відношення сигналу до шуму при роботі фотодіода на узгоджене навантаження.

Якщо на структуру з p-n-переходом діє випромінювання в області довжин хвиль, які відповідають власному поглинанню у напівпровіднику, то під дією випромінювання в об'ємі напівпровідника (у p- і n-областях) генеруються електронно-діркові пари. У випадку, коли у p- і n-областях немає електричного поля, то носії заряду, що генеруються світлом, будуть розсмоктуватися у результаті дифузії. У процесі свого руху електрони і дірки рекомбінують, причому на відстані L, яка дорівнює дифузійній довжині, їх концентрація зменшується у е разів.

Частина фотоносіїв, які доходять до p-n-переходу, розділяються електричним полем переходу; при цьому збуджені неосновні носії заряду проходять через область переходу, а основні носії залишаються в області збудження. У результаті такого розділення в n-області структури будуть накопичуватися надлишкові електрони, а в p-області – надлишкові дірки. Це явище призведе до того, що n-область зарядиться від'ємно, а p-область – позитивно. При цьому утворюється додаткове електричне поле, протилежне існуючому внутрішньому електричному полю p-n-переходу, і знижує висоту потенціального бар'єра, як і у випадку прямого зсуву переходу. Величина, на яку знижується висота потенціального бар'єра, представляє собою фото-ЕРС, яку генерує p-n-перехід під дією випромінювання. Величина фото-ЕРС залежить від інтенсивності світла, ширини забороненої зони і навантажувального опору, ввімкненого у зовнішній ланцюг фотодіода.

Якщо ланцюг фотодіода розімкнутий, то всі надлишкові носії заряду, розділені p-n-переходом, скупчуються біля p-n-переходу, знижують потенціальний бар'єр на максимально можливу величину і, отже, створюють максимальне значення фото-ЕРС, яке дорівнює напрузі холостого ходу U_{xx} (робота у режимі фото-ЕРС або вентильному).

Якщо фотодіод замкнутий накоротко (нульовий навантажувальний опір), то розділені переходом носії заряду будуть циркулювати через цей коротко замкне-

ний ланцюг, створюючи максимально можливе значення струму короткого замикання $I_{кз}$ (робота у режимі короткого замикання). При цьому біля p-n-переходу скупчення надлишкових зарядів не виникає. Потенціальний бар'єр буде мати ту ж висоту, що і у стані рівноваги p-n-переходу, і напруга холостого ходу дорівнюватиме нулю.

Якщо фотодіод замкнутий на кінцевий опір (так званий «гібридний» режим роботи), то частина розділених носіїв заряду витратить свою енергію на зниження потенціального бар'єра, тобто на створення напруги $U_н$, а частина надлишкових носіїв, що залишилась, створює струм $I_н$ через навантаження.

Як бачимо, для збільшення чутливості фотодіода необхідно, щоб:

- освітлена область повинна бути тонкою, щоб генеровані носії могли досягати потенціального бар'єра;
- зворотна сторона пристрою повинна бути настільки широкою, щоб випромінювання, що проникає через фронтальну область, повністю поглиналось.

Струм фотодіода I_f пропорційний потоку фотонів $N_f = P_{h\upsilon} / W_f = \lambda P_{h\upsilon} / hc$.

Оскільки кількість фотонів за одиницю часу на одиницю потужності випромінювання пропорційна довжині хвилі, то спектральна характеристика чутливості для ідеального приймача повинна бути прямою лінією.

Однак для реальних фотодіодів спектральні характеристики фотовідповіді відрізняються від ідеальних внаслідок залежності від довжини хвилі випромінювання як коефіцієнта поглинання, так і величини квантового виходу (квантової ефективності) напівпровідникового матеріалу. Крім того, необхідно також враховувати і величину коефіцієнта розділення (чи збирання) носіїв заряду. Для ідеального фотоприймача з p-n-переходом коефіцієнт збирання дорівнює одиниці у всьому діапазоні довжин хвиль, до якого чутливий даний напівпровідниковий матеріал, тобто в області власного поглинання. У реальних же приладів за рахунок впливу різних втрат він менше за одиницю. Ця відмінність викликана ще і тим, що частина створених світлом носіїв рекомбінує один з одним або на домішкових центрах (в об'ємі і на поверхні), не доходячи до p-n-переходу. Втрати носіїв на

рекомбінацію залежать від структури фотодіода, геометричних товщин p-n-областей переходу, розподілу концентрації домішок у p- і n-областях, дифузійних довжин неосновних носіїв заряду та ін. Як приклад розглянемо p-n-структури з різним розподілом домішок.

P-n-фотодіоди з однорідним розподілом домішки

Якщо фотодіод має структуру з однорідним розподілом концентрації домішки як в p-, так і в n-області, носії, які генеруються світлом, рухаються лише під впливом дифузії. Тому для такого типу фотодіода вважається, що полем p-n-переходу розділяється тільки та частина носіїв, яка генерується на відстані від переходу, рівному або меншому за дифузійну довжину L неосновних носіїв заряду у p- і n-областях. Чим далі від p-n-переходу створена електронно-діркова пара, тим з меншою ймовірністю вона буде розділена і дасть струм у зовнішньому ланцюзі. Оскільки пари створюються як у дірковій, так і електронній частинах p-n-переходу, то коефіцієнт збирання фотодіода буде складатися з двох частин: $Q = Q_n + Q_p$, де Q_n – коефіцієнт збирання електронів, створених у p-області, Q_p – коефіцієнт збирання дірок, створених у n-області.

Положення спектрального максимуму кривої $Q(\lambda)$ у різних фотодіодів може досить сильно відрізнятися. Дійсно, спад Q_p у короткохвильовій частині спектра (при освітленні фотодіода з боку p-області) пов’язаний з впливом втрат на рекомбінацію в об’ємі (об’ємна рекомбінація) і на поверхні фотодіода (поверхнева рекомбінація). Спад Q_n області коротких довжин хвиль викликаний зменшенням потоку випромінювання, що досягає p-області. Спад вказаних коефіцієнтів у довгохвильовій області обумовлений поглинанням квантів світла у n-шарі і в активній частині p-шару (на відстані L_n від p-n-переходу), тобто випромінювання проходить у глибину, слабо поглинаючись. Відносне розташування і величини максимумів кривих $Q_n(\lambda)$ і $Q_p(\lambda)$ залежать від співвідношення між геометричними товщинами p- і n-областей і дифузійними довжинами L_n і L_p неосновних носіїв заряду у цих областях. Вигляд цієї кривої $Q_p(\lambda)$, крім того, залежить від швидкості поверхневої рекомбінації s.

Коефіцієнт збирання для фотодіодів з тонкою базою, коли товщина бази w (товщина опроміненої області) набагато менше дифузійної довжини неосновних носіїв L, тобто $w/L << 1$, за умови однорідного розподілу концентрації домішок у базі є функцією параметрів αw, sw/D і w/L, де α - коефіцієнт поглинання світла [2], D – коефіцієнт дифузії неосновних носіїв заряду. Вказаний параметр αw може бути інтерпретований як відношення товщини бази до середньої глибини проникнення випромінювання, що падає $1/\alpha$. Параметри sw/D і w/L характеризують відповідно втрати носіїв внаслідок поверхневої і об'ємної рекомбінації. Вплив поверхневої рекомбінації виявляється сильніше при великих коефіцієнтах поглинання світла. При $\alpha w >> 1$ і $sw/D >> 1$ коефіцієнт збирання зменшується обернено пропорційно швидкості рекомбінації.

P-n-фотодіоди з неоднорідним розподілом домішки в одній з областей

За наявності у базі фотодіода градієнта концентрації домішок виникає внутрішнє електричне поле, пропорційне градієнту концентрації:

$$E = \left(kT/q\right)\left(1/N(x)\right)\left(dN(x)/dx\right),$$

де $N(x)$ – концентрація акцепторів;

$dN(x)/dx$ – градієнт концентрації домішки у точці x.

Це поле прискорює дифузійний рух носіїв до p-n-переходу, що збільшує число носіїв у базі, яка розділяє p-n-перехід. Фотодіоди за наявністю електричного поля у базі називаються дрейфовими.

Внутрішнє поле збільшує коефіцієнт збирання, але для невеликих значень αw, тобто для глибокого проникнення випромінювання, вплив поля на коефіцієнт збирання малий, тому що у цьому випадку p-шар стає майже прозорим для випромінювання і у базі створюється дуже мало неосновних носіїв. У випадку, коли випромінювання поглинається сильно, більшість фотонів поглинається у ба-

зі p-типу. У результаті цього в ній створюється багато неосновних носіїв і, отже, вплив внутрішнього поля стає більш відчутним.

Наведені положення справджуються при припущенні експоненціальної кривої розподілу акцепторної домішки. На сучасному рівні технології виготовлення напівпровідникових приладів у легованому шарі отримують і інші профілі: гаусівський і у вигляді функції похибок, які залежать від поверхневої концентрації домішки, відстані від поверхні, коефіцієнта дифузії і часу дифузії домішок. Такі профілі отримують у процесі іонно-променевого і дифузійного методів.

Для збільшення коефіцієнта збирання фотодіодів у довгохвильовій області спектра необхідно збільшувати дифузійну довжину неосновних носіїв заряду товщі напівпровідника. Високий коефіцієнт збирання в інтервалі довжин хвиль аж до 1,06 мкм (для кремнію) можна отримати, використовуючи для виготовлення фотоприймача матеріал з великою дифузійною довжиною і низькотемпературний (наприклад, іонно-променевий) метод створення p-n-переходу [3].

Інерційність фотодіодів з p-n-переходом

Інерційність фотодіодів з p-n-переходом, як можна бачити з попереднього розгляду, визначається часом перенесення носіїв заряду від місця їх генерації до розділення потенціальним бар'єром чи постійною часу RC – ланцюга еквівалентної схеми. Мало інерційні фотоприймачі зазвичай виготовляють так, щоб постійна часу RC була на порядок меншою за час перенесення носіїв.

Час перенесення носіїв визначається, як уже згадувалося, внутрішньою структурою фотодіода. Відомі три механізми переносу носіїв: а) дифузія; б) дифузія в електричному полі; в) дрейф в електричному полі. Дифузія є домінуючим механізмом переносу носіїв для p- і n-областей з рівномірним розподілом домішок. Коли товщина об'ємного заряду при оберненому зсуві має бути достатньо тонкою, так що час дрейфу можна не враховувати. Більш вигідною є конструкція з базою p-типу, оскільки коефіцієнт дифузії електронів D_n більше дифузійної постійної дірок D_p.

При поглинанні, яке відбувається по обидві сторони p-n-переходу, інерційність буде визначатися найбільшим часом перельоту для однієї з областей.

За наявності градієнта концентрації домішки, як ми вже бачили у попередньому розділі, створюється електричне поле, яке прискорює рух носіїв до переходу. Для дифузійних фотоприймачів з прискорюючим внутрішнім полем швидкодія може збільшуватися на порядок. Такі фотоприймачі мають високий коефіцієнт збирання і є більш ефективними.

Фотодіоди з p- і n-структурою

Фотодіоди з p- і n-структурою не мають зазначених вище недоліків фотодіодів з дифузійною базою. Наявність високоомної *i*-області дозволяє отримати досить довгу, тривалу область сильного електричного поля, достатню для ефективного поглинання випромінювання. P- і n-структури, що зміщені в оберненому напрямку, використовують механізм переносу носіїв заряду шляхом дрейфу в електричному полі. Близько 90% потужності, що падає, поглинається *i*-областю і лише не більше 5…10% даремно витрачається у p+- і n+-областях. Навіть при невеликих обернених зсувах в *i*-області виникає сильне електричне поле, тому забезпечується швидке розсмоктування пар, які генеруються випромінюванням, малі рекомбінаційні втрати і велика швидкодія. Крім високої швидкодії p- і n-фотодіоди мають високі значення чутливості, обумовленої можливістю використання широкої *i*-області, малу ємність, високу ефективність при малих обернених напругах (зокрема, у вентильному режимі), що зумовлює їх сумісність з інтегральними схемами.

Фотодіоди на гетеропереходах

Фотодіоди на гетеропереходах мають ряд переваг з описаними вище конструкціями p-n-фотодіодів, які мають загальний недолік: вони вимагають, щоб p-n-перехід знаходився на дуже малій відстані від опроміненої поверхні. В іншому випадку навіть при нанесенні антивідбивного (просвітлювального) покриття, що зменшує втрати на відбиття випромінювання, ефективність фотоприймача буде малою. Виготовлення p-n-переходу на малій відстані викликає серйозні техноло-

гічні труднощі, потребує ретельного контролю і підтримання товщини поверхневого шару переходу.

Фотодіоди на основі гетеропереходів на відміну від гомогенних структур виготовлені з напівпровідникових матеріалів з різною шириною забороненої зони, у результаті чого виходить спектральна характеристика фотоприймача, що охоплює максимуми спектральної чутливості обох напівпровідників.

До переваг фотоприймачів з гетеропереходами можна віднести головним чином високу чутливість, обумовлену ефективним часом життя носіїв, високу швидкодію (внаслідок малого часу розсмоктування нерівновісних носіїв і малого значення бар'єрної ємності), можливість ефективної роботи при малих обернених напругах.

Ємність гетеропереходу дещо більша, ніж у p- і n-переходу, тому фотодіод з гетеропереходом потребує дещо меншого опору навантаження, з тим, щоб частотна характеристика не обмежувалася постійною часу зряду ємності. Це обмеження можна подолати підбором режиму роботи схеми.

Фотодіоди з бар'єром Шоттки

Фотодіоди з бар'єром Шоттки (з контактом метал-напівпровідник) з фізики роботи близькі до p- і n-фотодіодів. Вони є різновидом так званих поверхнево-бар'єрних фотоприймачів. З фізики напівпровідників відомо, що якщо на поверхню напівпровідника нанести метал, то внаслідок термоемісійного переходу електронів у матеріал з більшою роботою виходу при границі напівпровідника з металом утворюється шар, з малою кількістю носіїв заряду.

Треба відзначити, що такий самий шар можна отримати також за рахунок спеціальної обробки поверхні напівпровідника, у результаті якої поверхневий шар на відміну від об'єму напівпровідника набуває іншого знаку провідності (інверсійний шар). Омічний контакт у такому шарі відбувається за допомогою нанесення тонкого (напівпрозорого) шару золота. Золото є хорошим провідником у тонких плівках і, крім того, маючи роботу виходу вище, ніж, наприклад, у крем-

нію і інших напівпровідникових матеріалів, створює додатковий вигин зон, покращуючи характеристику інверсійного переходу.

Однак звернемося знову до структури з бар'єром Шоттки. Якщо такій структурі, як і структурі з інверсійним шаром, буде надано обернену напругу, то воно практично повністю буде падати на цій області, і напруженість поля в ній виявиться значною. При освітленні структури генеровані електронно-діркові пари швидко втягуються цим полем, забезпечуючи високі значення швидкодії і великі величини струму у зовнішньому ланцюзі.

Спектральна характеристика поверхнево-бар'єрних приладів не має яскраво вираженого максимуму. У короткохвильовій і довгохвильовій ділянці спектральної характеристики чутливість відповідно вища, ніж у дифузійних приладів.

Важливою особливістю фотодіодів з бар'єром Шоттки є той факт, що, використовуючи прилади з бар'єром Шоттки, можна зсунути спектральні характеристики кремнієвих фотодіодів у довгохвильову область за край власного поглинання («червону» границю чутливості фотодіодів з p-n-переходом) [3] (див. також [12, 15]. Фотони з енергією, меншою забороненої зон кремнію, проходять крізь пластину і поглинаються у металі, збуджуючи у ньому гарячі електрони. Висота внутрішнього бар'єра Шоттки на границі метал-напівпровідник визначається властивостями (роботою виходу) металу. Ті з збуджених електронів, які мають достатній імпульс у напрямку до бар'єра, переходять до границі, збідненої основними носіями області просторового заряду (у випадку лавинних фотодіодів тут може здійснюватися їх лавинне розмноження). Короткохвильова границя чутливості такого приладу визначається початком власного поглинання у напівпровіднікові (кремнії), а довгохвильова границя – висотою потенціального бар'єра метал-напівпровідник, яка визначається різницею робіт виходу контактуючих напівпровідника і металу (золото, паладій чи ін.). Додатково підвищити чутливість приладу можна шляхом зменшення відбиття від поверхні металевої плівки. Подібні прилади можуть виготовлятися як в одиночному, так і у матричному виконанні.

Відомі лавинні фотодіоди з бар'єром Шоттки, чутливі до ближньої інфрачервоної області спектра. Так, фотодіоди на основі кремнію (напівпровідник) і паладію (метал) виявляють фоточутливість у діапазоні довжин хвиль 1 – 2 мкм, а при відповідному виборі контактуючого металу типу провідності кремнію і робочої температури область чутливості може бути розтягнута до і більше 4 мкм. Наприклад, прилади на основі p-типу $Si/_{PtSi}$ мають довгохвильову границю відсічення при 5,6 мкм. З використанням таких приладів були виготовлені фотоприйомні матриці форматом 1024 × 1024 пікселей, що дозволило добитися інфрачервоного зображення з високою роздільністю [12].

Лавинний фотодіод

Лавинний фотодіод відноситься до класу приладів з внутрішнім посиленням (до цього класу приладів відносяться також фототранзистори і фототиристори) Посилення сигналу відбувається за рахунок утворення лавинного процесу в області об'ємного заряду приладу за умови сильного електричного поля у цій області. В області об'ємного заряду відбувається лавинне розмноження неосновних носіїв заряду, які туди поступають, - електронів і дірок, які, набуваючи достатню енергію у сильному полі, стикаються з кристалічною решіткою і утворюють додаткову електронно-діркову пару. Додаткові пари у свою чергу здійснюють такий же процес, тобто відбувається розмноження. У результаті вхідний струм посилюється у M разів, де M – коефіцієнт множення.

Лавинні фотодіоди, які мають такі переваги, як висока чутливість, малі габарити і мала напруга живлення, мають і недоліки, що обмежують їх широке застосування. До недоліків відносяться температурна і часова нестабільність, залежність чутливості від рівня фонового засвічення, високі вимоги до стабільності напруги живлення, а також технологічні обмеження. До останніх відноситься наявність мікроплазм (локальних ділянок в області p-n-переходу), в яких лавинне розмноження відбувається раніше, ніж в іншій частині p-n-переходу. При цьому високий коефіцієнт множення фотодіода практично не реалізується. Для змен-

шення кількості мікроплазм використовують різні технологічні і конструктивні методи.

Все це обмежує застосування лавинних діодів. Тим не менше, як вже відзначалося, лавинні фотодіоди з бар'єром Шоттки ефективні для застосування в якості високочастотних фотодетекторів ультрафіолетового і видимого випромінювання. Лавинні фотодіоди отримали застосування у волоконно-оптичних лініях зв'язку. Інші області використання лавинних фотодіодів з бар'єром Шоттки були вже вказані вище.

1.4 Порядок виконання роботи:

Експериментальна установка

Експериментальна установка з дослідження спектральних характеристик фотодіодів є стандартною. Вона складається з монохроматора (типу УМ-2 чи ЗМР-3), джерела світла (лампа розжарювання) з конденсором і блоком живлення, механічного модулятора (диск з отворами) з блоком живлення, вимірювального вольтметра і осцилографа (для спостереження сигналу).

Порядок роботи

1. Ознайомитися з експериментальною установкою, з її приладами.
2. Ввімкнути прилади у мережу і після їх прогріву приступити до вимірювань.
3. Зняти залежність фотовідповіді від довжини хвилі для досліджуваних зразків фотодіода на основі p-n-переходу і фотодіода з бар'єром Шоттки.
4. Вимкнути прилади Шоттки.
5. Побудувати виміряні спектральні характеристики досліджених фотодіодів на одному графіку і порівняти їх.
6. Пояснити короткохвильові і довгохвильові границі досліджених фотодіодів.

1.5 У звіті відображається:

- тема та ціль роботи;
- опис експериментальної установки;
- результати вимірювань та їх графічне відображення;

- висновки за роботою.

1.6 Контрольні запитання:

1. Процеси фотогенерації носіїв заряду у напівпровідниках
2. Спектральний розподіл фото чутливості
3. Фотодіоди з p-n-переходом
4. P-n-фотодіоди з однорідним розподілом домішки
5. P-n-фотодіоди з неоднорідним розподілом домішки в одній з областей
6. Фотодіоди з p- і n-структурою
7. Фотодіоди на гетеро переходах
8. Фотодіоди з бар'єром Шоттки
9. Лавинний фотодіод

Література

1. Названов В.Ф. Основы оптоэлектроники. – Саратов: Изд-во Сарат ун-та, 1980.
2. Рывкин С.М. Фотоэлектрические явления в полупроводниках. – М.: Гос. Изд-во физ.-мат. лит-ры, 1963, глава 15.
3. Бузанова Л.К., Глиберман А.Я. Полупроводниковые фотоприемники. – М.: Энергия, 1976.
4. Геда Н.Ф. Измерение параметров приборов оптоэлектроники / Под ред. С.В. Свечникова. – М.: Радио и связь, 1981, глава 3.
5. Зи С. Физика полупроводниковых приборов. – 2-е издание. В 2-х томах. – М.: Мир, 1984, том 2.
6. Носов Ю.Р. Оптоэлектроника. – 2-е изд. – М.: Сов. Радио, 1989.
7. Викулин И.М., Стафеев В.И. Физика полупроводниковых приборов. – 2-е изд., перераб. и доп. – М.: Радио и связь, 1990, глава 2.
8. Верещагин И.К., Косяченко Л.А., Кокин С.М. Введение в оптоэлектронику. – М.: Высшая школа, 1991, глава 1.
9. Мартынов В.Н., Кольцов Г.И. Полупроводниковая оптоэлектроника. – М.: МИСИС, 1999, глава 6.

10. Пихтин А.Н. Оптическая и квантовая электроника. – М.: Высшая школа, 2001, глава 11.
11. Филачев А.М., Таубкин И.И., Трищенков М.А. Твердотельная фотоэлектроника. Физические основы. – М.: Физматкнига, 2005.
12. Розеншер Э., Винтер Б. Оптоэлектроника. – М.: Техносфера, 2006, глава 11.
13. Гуртов В.А. Твердотельная электроника: Учебное пособие. 2-е изд., доп. – М.: Техносфера, 2007, глава 11.
14. Фрайден Дж. Современные датчики. Справочник. – М.: Техносфера, 2006, глава 14.
15. Минаев В.В., Уздовский В.В., Сондаевский Р.В., Уздовский Вл.В. Исследование спектральных характеристик фотоприемников с барьером Шоттки на основе p-Si-Au// Изв. вузов. Электроника. – 2005. - №1. – С. 12-18.
16. Иванов А.В. Высокоэффективные быстродействующие p-i-n-диоды и фотоприемники на основе гетероструктур InP/InGaAs для волоконно-оптических систем передачи информации.// Лазерные новости. – 1997. - №2. – С. 31-32.

Лабораторна робота №6

ДОСЛІДЖЕННЯ ДИФРАКЦІЇ РЕНТГЕНІВСЬКИХ ПРОМЕНІВ

1.1 Мета роботи: дослідження дифракції рентгенівських променів у монокристалічних і полікристалічних зразках; знайомство з елементами рентгеноструктурного аналізу.

1.2 Зміст роботи: за спектрограми монокристалів кам'яної солі та слюди визначити міжплощинні відстані; за спектрограмою полікристала визначити тип решітки і густину зразка.

1.3 Теоретичні відомості

Рентгенівське випромінювання. Джерелами електромагнітного випромінювання рентгенівського діапазону (~$800 \div 10^{-4}$ Å) можуть бути радіоактивні речовини, що розпадаються, Сонце, Місяць, високо- і низькотемпературна плазма, двухелектродні трубки з напругою від декількох вольт до 10^8 В. Зазвичай коротхвильове R-випромінювання з довжиною хвилі $\lambda < 30$ Å називають жорстким, довгохвильове – м'яким.

При бомбардуванні анода рентгенівської трубки швидкими електронами виникає рентгенівське випромінювання двох типів: з безперервним і дискретним спектром. Рентгенівське випромінювання з безперервним спектром виникає при гальмуванні електронів у речовині анода (іноді – у речовині антикатода)[1]. На рис. 6.1 представлено безперервний – гальмівний – спектр при різних значеннях прискорюючого потенціалу V трубки; мінімальна довжина хвилі $\lambda_ф$ – так звана фіолетова границя гальмівного спектра – відповідає переходу енергії налітаючого електрона в енергію випромінювання без втрат на тепло, тобто визначається прискорюючим потенціалом.

[1] Значна доля енергії електронів при гальмуванні переходить у тепло, тому у трубках використовується водяне охолодження, але якщо анод знаходиться від високою напругою, охолоджувати його водою небезпечно, тому для гальмування електронів перед анодом розміщують додаткову пластину – антикатод, який можна охолоджувати.

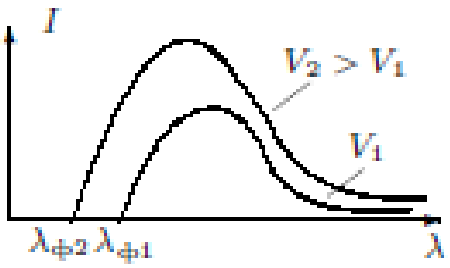

Рисунок 6.1 - Спектр гальмівного випромінювання

Дискретне, або характеристичне, випромінювання випромінюється збудженими атомами анода. Стан електрона в атомі характеризується енергією його зв'язку. Як відомо, енергія зв'язку електрона може приймати не будь-які значення, а лише певну дискретну сукупність значень, характерну для даного атома. При цьому енергія зв'язку буде максимальною у тому випадку, коли електрон розташований на ближній до ядра оболонці, і зменшується при його переході на більш високі оболонки. Для того щоб перевести електрон на одну з найвищих оболонок, необхідно передати йому енергію, яка дорівнює різниці енергії зв'язку у початковому і кінцевому станах. Якщо енергія, що була передана атомному електрону, є набагато більшою за його початкову енергію зв'язку, електрон переходить у вільний стан. У цьому стані енергія електрона може набувати будь-яких значень.

При переході електрона з високої оболонки (або з вільного стану) на більш низьку відбувається вивільнення енергії. Такі переходи відбуваються самовільно. Отримана таким чином енергія випромінюється у вигляді кванта випромінювання[2]. Енергія кванта дорівнює різниці енергій зв'язку електрона у початковому і кінцевому станах. Чим більшою є ця різниця, тим більше енергія кванта, що випромінюється атомом, і тим жорсткішим буде випромінювання.

Рентгенівські кванти випромінюються при переході електронів на оболонки, що розташовані ближче до ядра. Найближча до ядра оболонка називається K-оболонкою (електрони на ній – K-електронами), наступна – L-оболонкою, потім M-, N- і т.д.

Припустимо, що напруга на рентгенівській трубці достатньо велика, так що енергія електронів, що бомбардують анод, перевищує енергію зв'язку К-електронів. Енергія зв'язку електрона на вищих оболонках буде малою порівняно з енергію зв'язку К-електронів. Імовірність того, що К-електрону буде передано рівно стільки енергії, скільки потрібно для того, щоб перевести його у вищий збуджений стан, невелика. Більш імовірним буде процес повного видалення електрона з атома в область безперервного спектра, що вимагає ненабагато більше енергії, ніж перенесення його на далекі оболонки.

Атом з видаленим К-електроном нестійкий. Вільне місце у К-оболонці заповнюється електроном з будь-якої більш далекої оболонки, при цьому випромінюється спектральна лінія так званої К-серії. Найінтенсивнішими у К-серії є дві довгохвильові лінії: K_α (перехід з L-оболонки) і K_β (перехід з М-оболонки). Далі йдуть K_γ K_δ і т.д. При заповненні порожнього місця у М-оболонці виникає серія ліній M_α M_β M_γ і т.д.

Як бачимо з попереднього матеріалу, збудження усіх ліній К-серії починається за однакової напруги на трубці, коли енергія прискорених у рентгенівській трубці електронів є достатньою для того, щоб вибити К-електрони з атомів антикатода. Тому можна говорити про порогову напругу серії, яка залежить від матеріалу анода. Збудження К-серії можливе тільки, коли напруга вище за порогову. Зазвичай анодна напруга у 3-4 рази перевищує порогову для того, щоб дискретний спектр яскравіше виділявся на фоні гальмівного. Вочевидь, що разом з К-серією виникають L-, М-серії і т.д.

Рентгенівське випромінювання в області 80^{-2} нм досліджують за допомогою дифракційних решіток з великою кількістю (числом) штрихів на мм (при непрямому падінні), при менших довжинах хвиль – за допомогою кристалів, міжплощинні відстані яких можна порівняти з довжиною хвилі рентгенівського випромінювання.

---

[2] Енергія, що вивільняється при переході електрона на нижчу оболонку, може і не випромінюватися, а передаватися іншому електрону (ефект Оже). Подальше випромінювання таких атомів є м'яким і у даній роботі не вивчається.

Експериментальна установка. У роботі використовується настільний рентгенівський апарат для структурного аналізу УРС-55 з мідним анодом (рис.6.2). Порогова напруга К-серії для міді дорівнює 8,95 кВ. Накал рентгенівської трубки R живиться від трансформатора T_3. Кенотрон К випрямляє високу напругу. Кіловольтметр kV вимірює анодну напругу, а міліамперметр mA – величину анодного струму. Вода, що охолоджує трубку, повинна бути включена увесь час роботи установки.

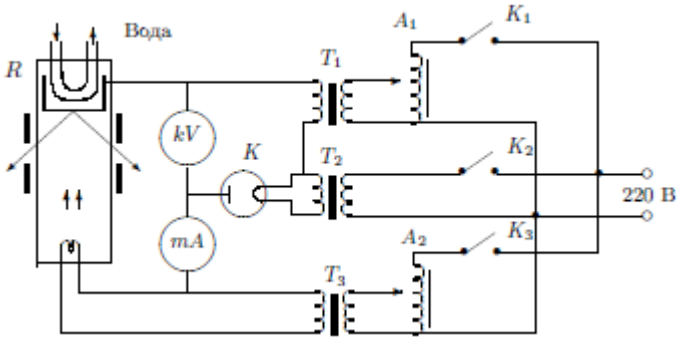

Рисунок 6.2 - Схема рентгенівської установки

Регулювання накалу трубки і високої напруги відбувається за допомогою автотрансформаторів A_1 іA_2, що дозволяють змінювати напруги на первинних обмотках трансформаторів T_1 і T_2.

У схеми є блокування, яке вимикає живлення за відсутності води, а також реле максимального струму, що вимикає схему при перевантаженнях рентгенів ської трубки.

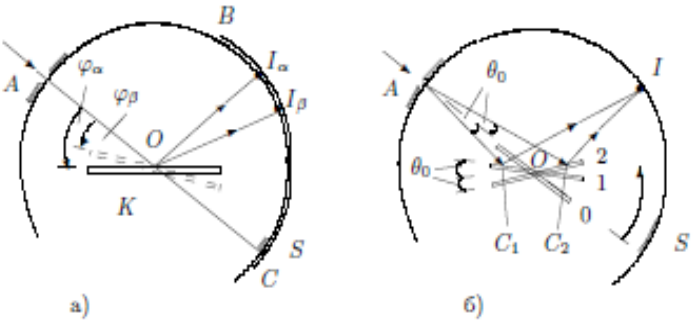

Рисунок 6.3 - а) Схема рентгенівського спектрометра Брегга, б) фокусуюча дія бреггівського спектрометра.

Рентгенівське випромінювання виводиться з рентгенівської трубки по двом каналам у вигляді вузьких колимованих пучків. Один з пучків використовується для роботи з монокристалічними зразками (кам'яна сіль, слюда), інший – для роботи з полікристалами (мідь).

Дифракція рентгенівських променів у монокристалах

При роботі з монокристалічними зразками зазвичай використовують спектрометр Брегга. Схема спектрометра зображена на рис 6.3а. Щілина А і рентгенівська плівка ВС розташовується по колу радіуса r. Середина верхньої площини кристала К поєднується з центром кола О. Кристал гойдається навколо точки О за допомогою спеціального кулачкового механізму.

Інтенсивне відбиття рентгенівських променів від кристала відбувається у тому випадку, коли виконується умова Вульфа-Бреггів:

$$2d\sin\varphi = m\lambda \qquad (1)$$

де d – міжплощинна відстань кристала, φ - кут ковзання, λ - довжина хвилі досліджуваної лінії, m – ціле число, що визначає порядок відбиття[3]. Кут падіння дорівнює куту відбиття.

Кожній лінії К-серії відповідає своя довжина хвилі - λ_α, λ_β і т.д. – і свій кут ковзання - φ_α і φ_β. Сильні відбиття, що виникають при кутах повороту кристала φ_α і φ_β (відносно падаючого пучка), призводять до появи чорних смуг I_α і I_β на рентгенівській плівці. На плівці видно також зображення S вхідної щілини А.

На бреггівському спектрометрі можна робити фокусування за напрямком. Пучок променів, що проникає через щілину А, не нескінченно тонкий; припустимо, що він розходиться під невеликим кутом $2\theta_0$ (рис.6.3б). У кожному положенні кристала умова Вульфа-Бреггів виконана тільки для одного променя з діапазону $2\theta_0$: для промені AC_1, якщо кристал у положенні 1, для AC_2 у положенні 2 або для одного з променів у проміжному положенні кристала. У відповідні моменти часу для цих променів виникає сильне відбиття.

[3] Умову (1) легко отримати з формули для інтерференції у плоскопаралельній пластинці.

Спектрометр дає чітке зображення щілини А на плівці тільки у тому випадку, якщо всі відбиті промені зберуться в одній точці I, тобто якщо спектрометр фокусує відбиті промені.

Покажемо, що спектрометр, що розглядається, дійсно має властивість фокусування. Простіше за все зробити це наступним чином. Проведемо лінії IC_1 і IC_2. Відбиті промені будуть співпадати з цими лініями тільки у тому випадку, якщо виконується умова

$$\angle AC_1I = \angle AC_2I = \angle AOI = \pi - 2\varphi, \qquad (2)$$

де φ визначається формулою (1). При цьому рівняння

$$\angle AC_1I = \angle AC_2I \qquad (3)$$

виходить з симетрії рис.6.3а.

Розглянемо тепер кут ACI, де C – довільна (будь-яка) точка кристала. Цей кут є функцією кута θ і може бути представлений у вигляді ряду Тейлора:

$$\angle ACI = \angle AOI + a_1\theta + a_2\theta^2 \ldots, \qquad (4)$$

де a_1 a_2 – деякі константи. Для кутів AC_1I і AC_2I кут θ приймає рівні за величиною і протилежні за знаком значення $\pm\theta_0$. Приймаючи до уваги співвідношення (3), отримаємо, отже, $a_1 = 0$. Константа a_2 нулю не дорівнює.

Отже, кут ACI у першому наближенні не залежить від θ. Залежність проявляється тільки у наступних наближеннях. Тому для малих кутів умова (2) виконується; напрямки C_1I, C_2I і усі проміжні напрямки CI будуть напрямками відбитих променів, і у I виходить чітке зображення вхідної щілини А. Треба відзначити, що у вихідних променях зображення S вхідної щілини (див. рис.6.3б) виходить, навпаки, широким, несфокусованим.

Фокусування в I має місце тільки у першому порядку розкладання по θ (так зване фокусування першого порядку). Для більших кутів, коли у (4) починає грати роль член, пропорційний θ^2, фокусування порушується, що змушує працювати з не дуже широкими пучками. Обмежують пучок за допомогою діафрагм.

При вивченні дифракції рентгенівських променів у монокристалах в якості зразків використовуються кристали кам'яної солі і слюди. Для обох кристалів використовується один і той же спектрометр; переставляються тільки пластинки, на які наклеєні кристали; на одній – кам'яна сіль, на іншій – слюда.

Налаштування спектрометра Брегга заключається у суміщенні вісі обертання столика з верхньою гранню монокристалічного зразка, а також в установці діапазону гойдання столика таким чином, щоб кут ковзання рентгенівського променя міг змінюватися від нульового до максимально можливого.

При розшифровці рентгенограми вимірюють відстані x_α і x_β на плівці від зображення щілини S до зображення ліній K_α (λ_α = 0,1539 нм) и K_β (λ_β = 0,1389 нм) (до I_α і I_β) усіх порядків. З рис. 6.3а виходить, що

$$\varphi_\alpha = \frac{x_\alpha}{2r}; \qquad \varphi_\beta = \frac{x_\beta}{2r}. \qquad (5)$$

У нашій установці радіус спектрометра r = 125 мм. Отримані значення кутів підставляють у рівняння Вульфа-Бреггів (1).

Якщо на спектрограмі ми бачимо лінії різних порядків, початок відліку можна вилучити з розрахунків, використовуючи координати усіх отриманих ліній і вважаючи кути малими ($\sin\varphi \cong \varphi$).

Дифракція рентгенівських променів у полікристалах

Рентгеноструктурний аналіз можна проводити не тільки на великих одиночних кристалах, але і на полікристалічних зразках (спресовані порошки, металевий дріт і т.д.). Такий спосіб аналізу має назву методу Дебая-Шерера.

Спектрограми полікристалічних зразків мають найпростіший вигляд при роботі з монохроматичним рентгенівським випромінюванням. Як уже пояснювалося вище, при роботі з монокристалами необхідно змінювати нахил зразка відносно падаючого пучка. При вивченні полікристалів це не обов'язково, оскільки

серед численних кристалів, що входять до складу зразка, завжди знайдуться кристали, орієнтовані так, що виконується умова Вульфа-Бреггів. Відбиті від даної кристалічної площини промені утворюють конус, вісь якого спрямована по променю, що падає. Кут при вершині конуса дорівнює 4φ.

Рисунок 6.4 - Утворення ліній на рентгенограмі полікристалічного зразка

Розташуємо навколо зразка смугу фотоплівки, яка згорнута у вигляді циліндра і розміщена так, що падаючий пучок проходить по його діаметру. Конус відбитих променів перетинає циліндричну поверхню плівки по деякій кривій. Після проявлення на плівці побачимо сліди від її перетинання конусами променів, відбитих від різних кристалічних площин, які відповідають різним порядкам відбиття. Отримана таким чином спектрограма має назву дебаєграми.

По дебаєграмі може бути визначена структура кристала. Зазвичай дебаєграми знімають не на монохроматичному випромінюванні, а на характеристичному випромінюванні К-серії, що містить дві інтенсивні лінії K_α і K_β. Це трохи ускладнює розшифровку дебаєграм.

Деякі відомості з теорії рентгеноструктурного аналізу

Ми обмежимося розглядом найпростіших кристалічних решіток, що відрізняються кубічною симетрією. До них відносяться проста, об’ємноцентрована і гранецентрована решітки (рис. 6.5).

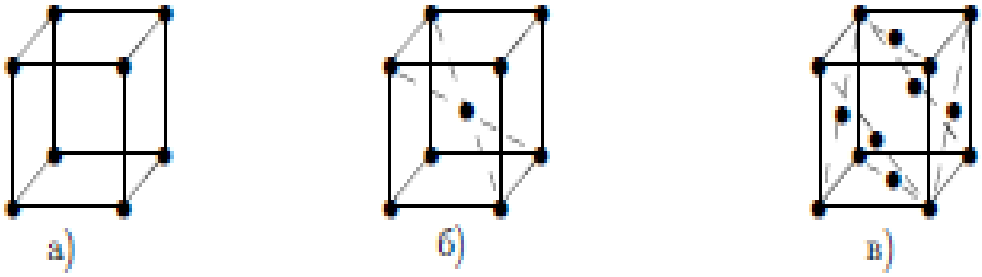

Рисунок 6.5 - Кубічні решітки: а) проста, б) об'ємноцентрована, в) гранецентрована

Характерним розміром елементарної кубічної комірки є довжина ребра куба a. У кожній з решіток відбиття рентгенівських променів може відбуватися від різних кристалографічних площин. Спрямуємо координатні осі по ребрам кубічної решітки. Орієнтацію кристалографічних площин прийнято задавати за допомогою трьох цілих чисел h, k, ℓ, які не містять спільного множника. Ці числа, які називають індексами Міллера, визначають проекцію нормалі до розглядуваної площини на осі координат (якщо ця проекція негативна, то над числом проводиться риска).

Можна показати, що індекси Міллера обернено пропорційні відрізкам, які відтинає кристалографічна площина на осях координат. Зокрема, три грані елементарної кубічної комірки мають індекси [100], [010] і [001]. Кристалографічні площини, що приходять через діагоналі двох протилежних гранів кубічної комірки, характеризуються індексами [011], [101] і [110] і т.д. (рис. 6.6).

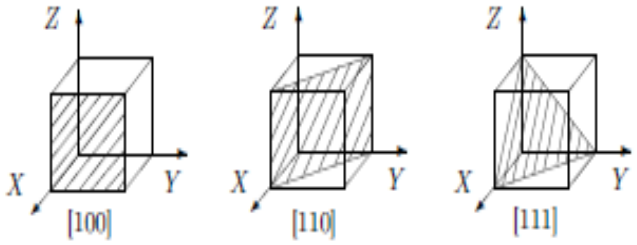

Рисунок 6.6 - Індекси Міллера для деяких кристалографічних площин кубічного кристала

Розрахунок показує, що відстань d між двома сусідніми паралельними кристалографічними площинами визначається за формулою

$$\mathrm{d}^2 = \frac{a^2}{\mathrm{h}^2 + \mathrm{k}^2 + \ell^2}. \qquad (6)$$

Підставляючи (6) в (1), знайдемо, що умова Вульфа-Breггів для відбиття від відповідних площин має вигляд

$$\sin^2 \varphi = \frac{\mathrm{m}^2 \lambda^2}{4a^2}\left(\mathrm{h}^2 + \mathrm{k}^2 + \ell^2\right). \qquad (7)$$

Формула (7) виражає умову того, що відбиття від усіх площин, які проходять через атоми, розташовані у вузлах кубічної решітки, опиняються у фазі один з одним. Тому ця формула правильно описує напрямки максимального відбиття у кристалах, що мають просту кубічну решітку. Якщо кристал має об'ємноцентровану або гранецентровану решітки, треба врахувати також відбиття від площин, що проходять через «додаткові» атоми. Якщо відбиття від цих площин опиняються у фазі з відбиттями від площин, що проходять через «основні» атоми, інтенсивність максимумів збільшується. Якщо ж вони знаходяться у протифазі, то інтенсивність зменшується. Детальний розгляд цього питання показує, що у об'ємноцентрованої решітки відбиття спостерігаються лише у тому випадку, якщо

$$\mathrm{h}^2 + \mathrm{k}^2 + \ell^2 = 2,\ 4,\ 6,\ 8,\ 10,\ 12,\ 14,\ 16,\ \ldots, \qquad (8)$$

при цьому сума індексів парна.

У гранецентрованої решітки

$$\mathrm{h}^2 + \mathrm{k}^2 + \ell^2 = 3,\ 4,\ 8,\ 11,\ 12,\ 16,\ 19,\ 20,\ \ldots. \qquad (9)$$

Усі три індекси такої решітки або парні, або непарні.

У простої кубічної решітки індекси Міллера можуть приймати будь-які цілі значення:

$$h^2 + k^2 + \ell^2 = 1,\ 2, 3, 4, 5, 6, 8, \ldots . \qquad (10)$$

Аналіз індексів [hkℓ], для яких експериментально спостерігаються дифракційні максимуми, дозволяє вирішити, до якого типу належить решітка досліджуваної речовини. Більш детальні відомості про кристалічні решітки можна знайти у рекомендованій літературі.

Треба підкреслити, що при розшифровці рентгенограм зазвичай у формулі (7) приймають m = 1, оскільки інтерференційні максимуми більш високого порядку (m = 2, 3, …) співпадають з максимумами першого порядку для площин з більш складними індексами. Так, другий інтерференційний порядок для площини [001] співпадає з першим порядком для площини [002] і т.д. У цьому випадку, використовуючи формулу (7), можна розрахувати довжину ребра куба:

$$a = \frac{\lambda\sqrt{h^2 + k^2 + \ell^2}}{2\sin\varphi}. \qquad (11)$$

Визначивши тип комірки, можна розрахувати число атомів N, що належать одній комірці. Так, наприклад, для простої кубічної решітки кожен атом, розташований у куті куба, належить одночасно восьми коміркам, і таких атомів 8, отже, на одну комірку приходиться $\frac{1}{8}\cdot 8 = 1$ атом.

Знаючи масу комірки $M_{ком}$ і її об’єм $V_{ком}$, можна розрахувати густину речовини полікристала

$$\rho = \frac{M_{ком}}{V_{ком}} = \frac{\left(\mu / N_A\right)N}{a^3}. \qquad (12)$$

Тут μ - молярна маса зразка, N_A – число Авогадро, N – число атомів, що приходяться на одну комірку, a^3 – об'єм комірки.

Рентгенівська камера

Для дослідження полікристалів використовується рентгенівська камера Дебая. Камера представляє собою світлонепроникний металевий циліндр. З одного торця циліндр зачиняється кришкою. У боковій стінці камери є отвір для вводу рентгенівського випромінювання. Зразок у формі стовпчика прикріплюється пластиліном до з'ємного столика з м'якого заліза. Столик прикладається до магніту, який закріплений на осі, що обертається і проходить через основу камери. Центрують зразок рухаючи залізний столик відносно магніту. Для зміщення використовують пристосування, рукоятка керування яким розташована ззовні камери. Процес центрівки спостерігають через лупу.

Плівка прикріплюється на внутрішній циліндричній поверхні корпусу камери. Зарядка плівки повинна відбуватися у темній кімнаті. Заряджена камера встановлюється на спеціальній підставці рентгенівського апарата.

Для отримання рівномірно яскравих ліній зразок під час експозицій обертають за допомогою низькообертного двигуна. Камера дозволяє реєструвати лінії з кутами відбиття від 4° до 84°. Внутрішній діаметр камери дорівнює 57,3 мм. При такому розмірі камери виражена у міліметрах відстань від центра рентгенограми до деякої лінії чисельно дорівнює дифракційному куту, вираженому у градусах, що істотно спрощує розрахунки.

1.4 Порядок виконання роботи

У роботі використовуються: спектрограми монокристалів кам'яної солі, слюди та полікристалів кремнію.

Обробка спектрограм монокристалів

1. По рентгенограмі кам'яної солі виміряйте відстані x_α і x_β від нижнього краю зображення щілини S до зображення спектральних ліній K_α і K_β і визначте дифракційні кути, використовуючи (5).

   Знаючи міжплощинну відстань кам'яної солі (d = 0,2814 нм), розрахуйте за допомогою (1) довжини хвиль ліній K_α і K_β і порівняйте з табличними значеннями для мідного анода.

2. По рентгенограмі слюди виміряйте відстані x_α і x_β для ліній усіх порядків, які можна розрізнити на плівці.

   Побудуйте графіки залежності x_α і x_β від порядку відбиття m. Вважаючи кути малими, по нахилу прямих визначте міжплощинні відстані слюди.

Обробка дебаєграми

1. Пронумеруйте усі лінії рентгенограми, починаючи від центра. Симетрично розташовані дуги (праворуч і ліворуч від центра) позначаються однаковими цифрами.

2. Виміряйте відстані 2s між симетричними дугами (не менше восьми).

3. Обчислите дифракційні кути φ для усіх ліній (φ [град] = s [мм]).

4. Для виділення ліній K_α і K_β, що відповідають відбиттям від кристалографічних площин одного типу, визначте пари, для яких

$$\frac{\sin^2\varphi_\alpha}{\sin^2\varphi_\beta}=\frac{\lambda_\alpha^2}{\lambda_\beta^2}=\left(\frac{0{,}1539}{0{,}1389}\right)^2\approx 1{,}23.$$

   Запишіть результати у таблицю.

Таблиця 6.1

№	2s, мм	φ°	sin φ	$\sin^2 \varphi$	$\sin^2 \varphi \cdot 1{,}23$
1 2 …					

5. Виділити усі лінії K_α в окрему таблицю

Таблиця 6.2

№	$\sin^2 \varphi$	$\frac{\sin^2 \varphi_n}{\sin^2 \varphi_1}$	$(h^2 + k^2 + \ell^2)$	sin φ	*a* Å
2 4 …					

Складіть відношення $\frac{\sin^2 \varphi_n}{\sin^2 \varphi_1}$ (індекс n відноситься к типу площини) і приведіть його до відношення простих цілих чисел. Повторіть цю процедуру для усіх ліній K_β.

Використовуючи умови (8) – (10), визначте тип кристалічної решітки (проста кубічна, об’ємноцентрована або гранецентрована).

6. Для кожного кута дифракції обрахуйте період решітки за формулою (11). Усереднивши отриманий результат для усіх ліній, що спостерігалися, отримайте найкращу оцінку для величини періоду.

Розрахуйте густину речовини за формулою (12) і порівняйте з табличним значенням.

1.5 У звіті відображається:

- тема та ціль роботи;
- опис експериментальної установки;
- результати вимірювань та їх графічне відображення;
- висновки за роботою.

1.6 Контрольні питання

1. Як виникає гальмівне і характеристичне рентгенівське випромінювання?
2. Виведіть формулу Вульфа-Бреггів.
3. Яку роль грає товщина кристала? Порівняйте з дифракційною решіткою.
4. Навіщо гойдається монокристал?
5. Розрахуйте число атомів на комірку у гранецентрованій і об'ємноцентрованій кубічних решітках.
6. Чому лінія K_α яскравіше, ніж K_β?
7. Розрахуйте порогову напругу для К-серії міді.
8. Як розташовані спектрі К- і L-серій на фоні гальмівного спектра (рис. 6.1)?

Література

1. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия.- 1982.- 632 с.

2. Киреев П.С. Физика полупроводников. Учебное пособие для втузов. М.: ВШ, 1975. – 256 с.

3. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронооптический анализ. М.: Металлургия . – 1971.- 366 с.

Лабораторна робота №7

ДИФРАКТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ НЕВІДОМОЇ ФАЗИ РЕЧОВИНИ

1.1 Мета робота: освоїти метод рентгенофазового аналізу кристалічної речовини (техніку підготовки зразка, вибір режимів зйомки, зйомку на рентгенівському дифрактометрі загального призначення ДРОН-3М, отримання якісного рентгенодифракційного спектра).

1.2 Зміст роботи: зняти рентгенограму невідомої фази речовини, за допомогою закону Вульфа-Бреггів провести аналіз отриманої рентгенограми

1.3 Теоретичні відомості:

Інтерференція рентгенівських променів при розсіянні на кристалах

Якщо електрон помістити в електричне поле монохроматичної електромагнітної хвилі, то електрон приходить у коливальний рух і стає джерелом вторинних сферичних електромагнітних хвиль з тією ж довжиною хвилі. Усі електрони атома стають розсіюючими центрами (розсіяння). Чим більше число (кількість) електронів входить до складу електронних оболонок різних елементів, тим сильніше атоми цих елементів розсіюють рентгенівські промені. Характеризує розсіювальну здатність атомів певного типу атомна амплітуда розсіяння f, яка розраховується як відношення амплітуди хвилі, розсіяної атомом як цілим, до амплітуди хвилі, розсіяної одним електроном. Атомний фактор розсіяння дорівнює квадрату атомної амплітуди. Атомна амплітуда розсіяння і атомний фактор залежать від кута між первинним і розсіяним пучками (рис. 7.1).

При падінні кванта рентгенівського випромінювання на упорядковану систему атомів відбувається поглинання кванта і збудження електронної системи у деякому об’ємі твердого тіла. Якщо при цьому не відбувається розсіяння енергії поглиненого кванта, то зняття збудження електронної системи приводить до випромінювання кванта зі збереженням його енергії й імпульсу (когерентне розсі-

яння). При цьому кожен атом, що входить у даний об’єм, є випромінювачем. Хвилі, що випромінюються кожним таким атомом, інтерферують між собою.

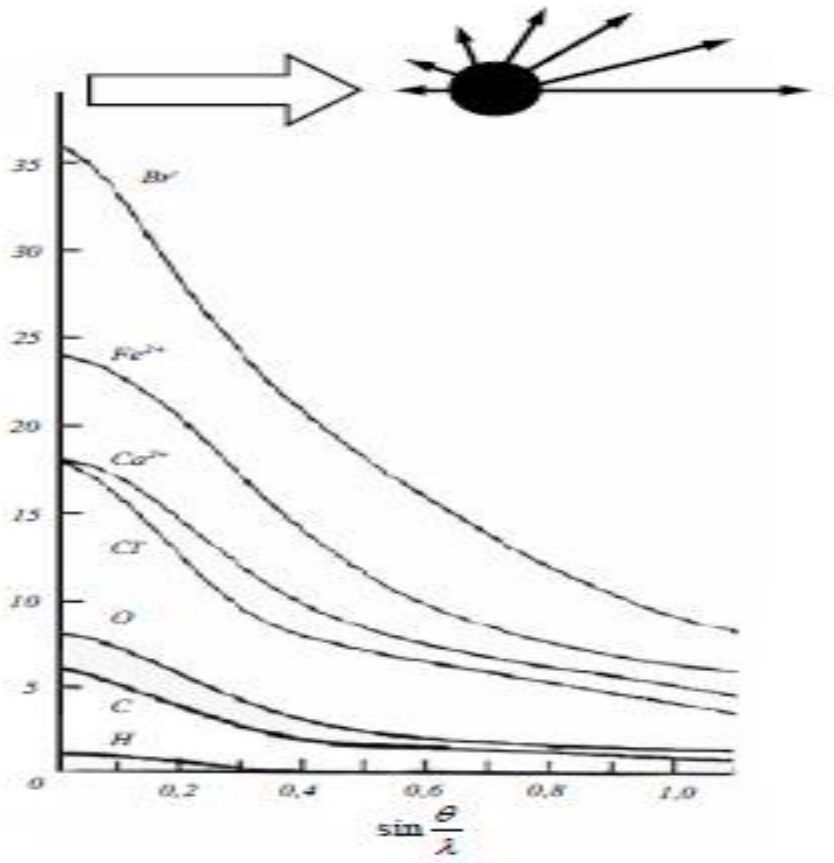

Рисунок 7.1 - Залежність величини атомної амплітуди розсіяння від кута між первинним пучком і напрямком розсіяння

Відстань між атомами твердого тіла можна порівняти з довжиною хвилі рентгенівського випромінювання, внаслідок чого ймовірність перевипромінювання кванта у даному напрямку (зі збереженням його енергії й імпульсу) залежить від просторового розташування атомів. Когерентне розсіяння можливе тільки у тих напрямках, в яких хвилі, випромінювані кожним атомом збудженого об’єму, відрізняються один від одного на ціле число довжин хвиль nλ.

Кожен кристал є упорядкованою періодичною системою атомів. Симетрія просторової структури й індивідуальний набір міжплощиних відстаней визначаються хімічним складом кристала і характером міжатомної взаємодії. Таким чином, для кристала конкретної речовини може бути отримана характерна тільки для нього рентгенівська дифракційна картина. Отриману дифракційну картину

можна поставити у однозначну відповідність зі структурою кристалічної речовини за допомогою математичного апарату рентгеноструктурного аналізу. На рис. 7.2 представлено рентгено-дифракційний спектр карбіду кремнію кубічної сингонії.

Інтерференційне рівняння

Одним з основних рівнянь рентгеноструктурного аналізу є інтерференційне рівняння Лауе:

$$(K - K_0)/\lambda = H, \qquad (1)$$

де K_0 – одиничний фактор падаючого променя, K – одиничний вектор променя, розсіяного у напрямку інтерференції, λ – довжина хвилі, H – вектор, перпендикулярний до деякої родини площин $(hk\ell)$ у решітці. Довжина вектора H пов'язана з міжплощинною відстанню цієї родини $(d_{hk\ell})$ співвідношенням

$$H = n/d_{hk\ell}, \qquad (2)$$

де n може приймати значення натуральних чисел. Вектори K/λ, K_0/λ і H утворюють векторний трикутник (рис. 7.3). Кут між векторами K і K_0 називається кутом розсіяння.

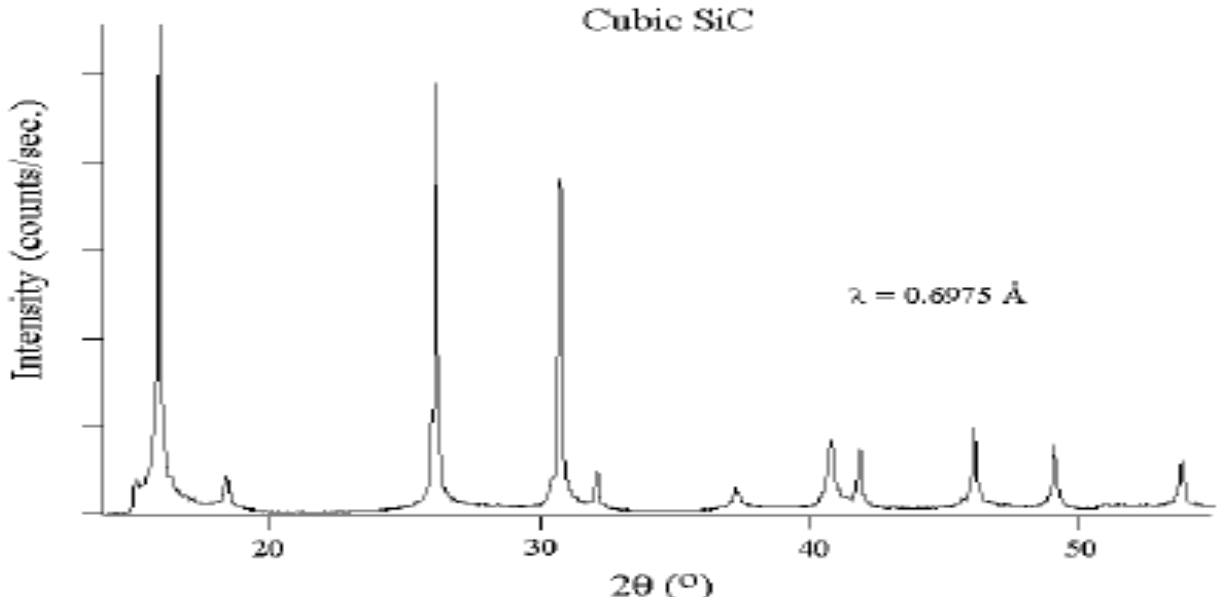

Рисунок 7.2 - Рентгено-дифракційний спектр карбіду кремнію

При виконанні умови інтерференційного максимуму у кристалі обов'язково є родина площин $(hk\ell)$ з міжплощинною відстанню $d_{hk\ell}$, одна з площин якого поділяє навпіл кут між векторами K/λ і K_0/λ. Виходячи з векторного рівняння (1), шляхом простого геометричного розгляду можна отримати скалярне рівняння:

$$\frac{2\sin\theta}{\lambda} = \frac{n}{d}, \qquad (3)$$

виходячи з якого маємо

$$2d\sin\theta = n\lambda \qquad (4)$$

Російський кристалограф Вульф і, незалежно від нього, англійські фізики батько і син Брегги вивели рівняння (4).

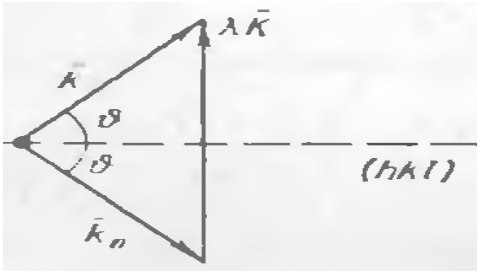

Рисунок 7.3 - До виводу інтерференційного рівняння

За їх припущенням, рентгенівські промені можуть відбиватися від кристалографічних площин аналогічно відбиванню видимого світла від дзеркальних поверхонь з виконанням законів геометричної оптики. Розглянемо просторову решітку довільного кристала (рис. 7.4).

Виділимо родину площин $(hk\ell)$ з міжплощинною відстанню $d_{hk\ell}$. Нехай на поверхню кристала падає пучок паралельних монохроматичних і когерентних рентгенівських променів, що утворюють з площинами $(hk\ell)$ кут ковзання θ (кут між променем і площиною). Внаслідок великої проникаючої здатності рентгенівських променів, вони відбиваються не тільки від площини 1, але і від внутрішніх площин 2, 3 і т.д. Промені, відбиті від різних площин в одному напрямку, інтерфе-

рують між собою. Максимум інтерференції буде виникати при різниці ходу між ними D, що дорівнює цілому числу довжин хвиль

$$D = n\lambda \qquad (5)$$

З рисунка видно, що

$$D = 2d\sin\theta \qquad (6)$$

З (5) і (6) отримаємо

$$2d\sin\theta = n\lambda \qquad (7)$$

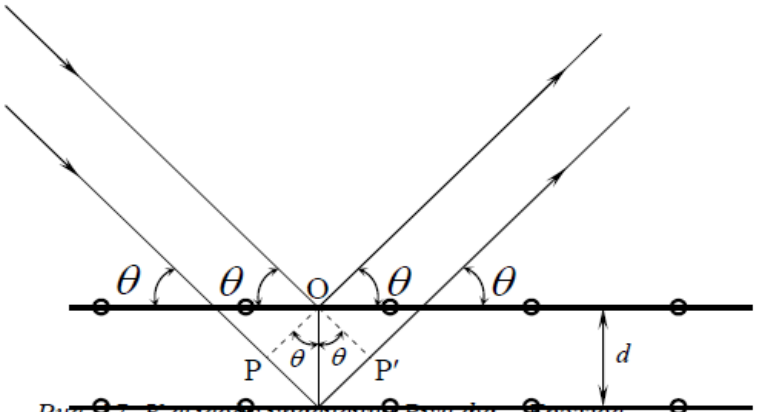

Рисунок 7.4 - До виводу рівняння Вульфа-Бреггів

Рівняння (7) називається рівнянням Вульфа-Бреггів. Однакові рівняння (5) і (7) отримані при розгляді реального фізичного процесу – інтерференції променів, розсіяних окремими атомами просторової решітки, і при формальному розгляді інтерференції рентгенівських променів, відбитих від кристалографічних площин. Цим підтверджується правомірність модельних уявлень про дотримання законів геометричної оптики при розсіянні рентгенівських променів кристалографічною решіткою.

Інтерференційну картину, що виникає при проходженні рентгенівських променів через атомну решітку кристала, часто за аналогією з дифракційною картиною, що виходить при проходженні видимого світла через оптичну дифракційну решітку, називають дифракційною картиною або дифракційним спектром.

Аналіз рівняння Вульфа-Бреггів

З формули Вульфа-Бреггів (7) виходить, що кожна родина площин кристала може дати декілька відбиттів (інтерференційних максимумів) під кутами θ_1, θ_2, θ_3, що визначаються умовами:

$$\sin\theta_1 = \lambda/2d_{hk\ell}, \qquad \sin\theta_2 = 2\lambda/2d_{hk\ell}, \qquad \sin\theta_3 = 3\lambda/2d_{hk\ell} \qquad (8)$$

і т.д., причому кількість можливих кутів відбивання дорівнює числу цілих чисел, що задовольняють умові $n\lambda/2d_{hk\ell} \le 1$. Кожному значенню n відповідає відбивання n-го порядку. Іноді зручно уявити собі відбивання n-го порядку від родини площин з індексами (hkℓ) і міжплощинною відстанню $d_{hk\ell}$ як відбивання першого порядку від площин, що паралельні площинам (hkℓ) і мають міжплощинну відстань $d_{hk\ell}/n$. Індекси цих площин (nh nk nℓ). Площини з міжплощинними відстанями d/n і відповідними індексами (n_h n_k n_ℓ) не завжди є реальними кристалографічними площинами, вони можуть вводитися умовно для вилучення невідомого параметра n з метою спрощення формули Вульфа-Бреггів. Тепер вона буде мати вигляд

$$2(d/n)\sin\theta = \lambda \qquad (9)$$

За рентгенограмою можна визначити кути θ для всіх інтерференційних максимумів. Знаючи довжину хвилі падаючого випромінювання, за формулою (9) можна розрахувати значення d для усіх систем площин відбивання. Індекси n_h n_k n_ℓ називаються індексами інтерференції і позначаються відповідно H K L.

Загальне число інтерференційних максимумів від досліджуваної речовини визначається числом родин площин (яких теоретично нескінченно багато), що задовольняють умові Вульфа-Бреггів. Відносна інтенсивність цих максимумів різна. Вона тим більша, чим більшою є ретикулярна густина площин даної родини (тобто, чим більше центрів розсіювання знаходиться на одиниці площі площини відбивання), чим вищою є середня розсіювальна здатність атомів, що заповнюють

ці площини, і чим більшим є фактор повторюваності даної системи площин. Фактор повторюваності визначається як кількість родин з даною ретикулярною густиною і даною міжплощинною відстанню d, але різним чином орієнтованих у кристалографічній решітці. Причому індекси Міллера таких площин будуть різними. Наприклад, для кристалів з кубічною елементарною коміркою системи площин з індексами (100), (100), (010), (010), (001), (001), мають однакові міжплощинні відстані d і ретикулярні густини.

Виникнення дифракційної картини при зйомці полікристалічного зразка

Виходячи з геометрії зйомки (рис. 7.4), кути ковзання і відбивання відраховуються від площини зразка. Отже, інформацію про міжплощинні відстані (виконання умови Вульфа-Бреггів) можливо отримати тільки від систем кристалографічних площин, паралельних площині зразка. Для того щоб така паралельність була досягнута для як можна більшої кількості систем площин, дослідження проводять на полікристалічних зразках. Полікристалічний зразок – зразок, що складається з безлічі хаотично орієнтованих кристаликів. Через велику кількість кристаликів у зразку для будь-якої системи площин ($h_i k_i \ell_i$) знайдеться деяка кількість кристаликів, які опинилися орієнтованими так, що відповідна система кристалографічних площин буде паралельною поверхні усього зразка. Отже, при повороті зразка у процесі зйомки дифрактограми (тобто, при зміні кута ковзання рентгенівських променів відносно площини зразка) послідовно то одна, то інша системи площин (що знаходяться, природно, у різних кристаликах) опиняться під кутом θ_i, при якому виконується умова Вульфа-Бреггів (рис. 7.5).

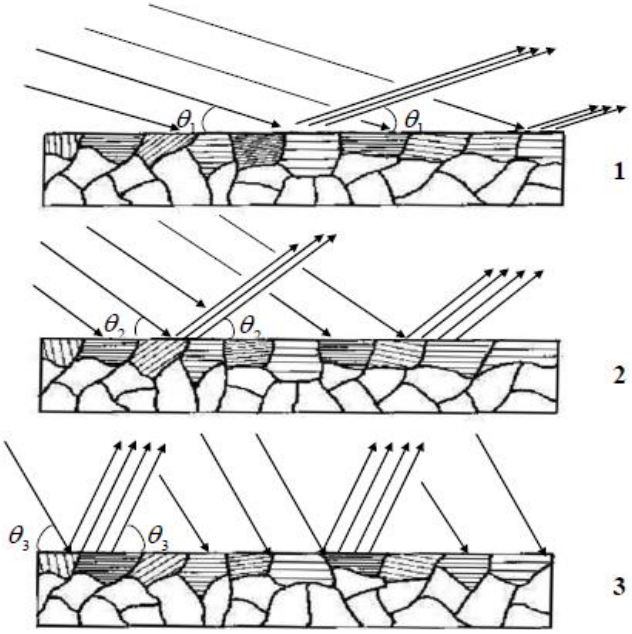

Рисунок 7.5 - Отримання дифракційної картини від полікристалічного зразка

Рентгенофазний аналіз (РФА)

Фаза – термодинамічна рівноважна частина системи, що характеризується певним хімічним складом, гомогенністю хімічних і фізичних властивостей і наявністю границі розділення. Для кристалічних фаз характерна наявність певного типу кристалічної структури. Так, вуглець може знаходитися у різних фазових станах, що відрізняються за типом кристалічної структури, алмаз/діамант – кубічна решітка, графіт – гексагональна.

Але, навіть якщо фази мають один тип кристалічної структури (NaCl, RCl і т.д.), то через відмінність у силах зв’язку і радіусів іонів лінійні параметри кристалічних решіток будуть різними. Звідси походить висновок, що лежить в основі РФА: кожна фаза буде мати властивий тільки її решітці набір міжплощинних відстаней; - через відмінності у розсіювальній здатності атомів і ретикулярній густині відповідних систем площин, кожна фаза буде мати властивий тільки їй набір інтенсивностей рефлексів (максимумів).

Рентгенівський метод є прямим методом фазового аналізу, безпосередньо фіксуючим присутність тієї чи іншої фази зразку. Цей метод є експресним і не потребує великої кількості речовини. Рентгенівський метод фазового аналізу ро-

бить також можливою оцінку відносної кількості фази у суміші (кількісний фазовий аналіз). Чутливість фазового аналізу, тобто, мінімальна кількість фази, яка може бути виявлена рентгенівським методом, залежить від ряду причин. Чим вищою є розсіювальна здатність і нижчим коефіцієнт поглинання рентгенівських променів для атомів, що складають кристалічну решітку даної фази, тим менше кількості цієї фази можуть бути виявлено. Важливим фактором, що визначають чутливість методу, є розмір кристаликів досліджуваної речовини. Якщо розміри кристаликів менше, ніж 10^{-7}м, інтерференційні лінії розмиваються і стає можливим злиття їх з фоном рентгенограми (рис. 7.6).

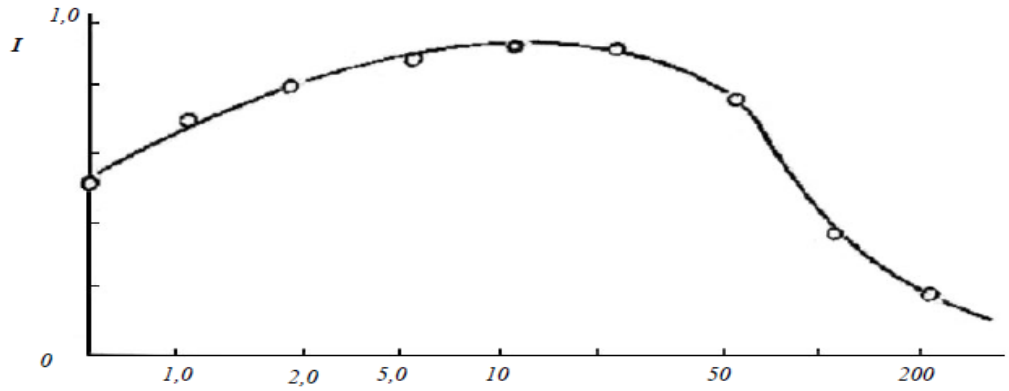

Рисунок 7.6 - Вплив розмірів кристаликів на висоту рефлексу (SiO_2)

Вибір джерел випромінювання і фільтри

Вибір випромінювання відбувається з урахуванням наступних вимог:

1. На рентгенограмі повинно бути видно усі лінії дифракційної картини, включаючи найслабші;
2. Час зйомки рентгенограми має бути мінімальним.

У випадку наближення значень інтенсивностей ліній до значення інтенсивності фону існує небезпека злиття лінії з фоном. Фон на рентгенограмі присутній завжди, він є наслідком ряду фізичних факторів. Якщо режим зйомки вибраний правильно, фон на рентгенограмі незначний. Наявність безперервного спектра, що супроводжує характеристичне випромінювання, є головною причиною утворення фону на рентгенограмі. В утворенні фону на рентгенограмі може брати участь також вторинне характеристичне (флуоресцентне) випромінювання зразка,

яке виникає у деяких випадках при поглинанні рентгенівських променів у зразку. Поглинання рентгенівських променів знижує інтенсивність первинного пучка від початкового її значення I_0 до I:

$$I = I_0 \exp(\mu t), \qquad (10)$$

де I – інтенсивність пучка променів, що пройшли через шар речовини товщиною t, μ – лінійний коефіцієнт поглинання. Цей коефіцієнт залежить від порядкового номера елемента і довжини хвилі.

Якщо енергія падаючих рентгенівських квантів стає рівною енергії збудження одного з внутрішніх рівнів атома, то відбуваються стрибки поглинання, які накладаються на загальну тенденцію зростання коефіцієнта поглинання зі збільшенням довжини хвилі. Вакансія, що залишилася після видалення таким квантом електрона з одного з внутрішніх рівнів, заповнюється електроном з більш високого енергетичного рівня, при цьому речовина, що поглинає, випускає вторинне характеристичне випромінювання.

Інтенсивний фон на рентгенограмі за рахунок вторинного характеристичного випромінювання зразка виникає у тому випадку, коли довжина хвилі λ характеристичного випромінювання анода дорівнюватиме або буде трохи менше за довжину хвилі λ_K, що відповідає К – краю поглинання одного з елементів, які входять до складу зразка. Практично це може спостерігатися тоді, коли порядковий номер елемента, з якого зроблений анод, буде, принаймні, на одиницю більше порядкового номера найлегшого з елементів, що входять до складу зразка. Якщо ж порядковий номер елемента анода менше або дорівнює порядковому номеру найлегшого з елементів зразка, то вторинного характеристичного зразка не виникає. Це і буде умовою оптимального вибору випромінювання.

У тих випадках, коли через які-небудь причини не можна підібрати відповідний анод рентгенівської трубки, фон на рентгенограмі, що створюється вторинним випромінюванням, можна зменшити, розмістивши між зразком і плівкою тонкий екран (фільтр відсіювання чи послаблення). В якості таких фільтрів часто застосовується фольга. Фільтр відсіювання буде послаблювати як вторинне ви-

промінювання, так і дифраговане випромінювання, але, оскільки довжина хвилі вторинного випромінювання завжди дорівнює чи більше довжини хвилі падаючого випромінювання, переважно саме вторинне випромінювання підлягає поглинанню.

При виборі випромінювання важливо також за можливості скоротити експозицію. Тривалість зйомки залежить від потужності випромінювання трубки, яка, у свою чергу, пропорційна порядковому номеру речовини анода. Тому за інших рівних умов з усіх придатних для зйомки випромінювань вигідніше використовувати випромінювання анода з більшим порядковим номером.

При вирішенні деяких задач рентгеноструктурного аналізу (фазовий аналіз, визначення параметрів елементарної комірки і ін.) необхідно відфільтрувати K_β – випромінювання анода, при цьому зменшиться число ліній на рентгенограмі. Для цього використовують селективні фільтри. В якості селективного фільтра може служити елемент, у якого довжина хвилі, що відповідає K_β – стрибку поглинання, лежить між довжинами хвиль K_α- і K_β – випромінювання анода (рис. 7.7), при цьому K_β – лінія послаблюється сильніше, ніж K_α – лінія. Для елементів з порядковими номерами від 24 до 29 включно такий фільтр може бути використаний з речовини, порядковий номер якої на одиницю менше. Так для Cu- випромінювання селективним фільтром є нікель (довжина хвилі К-краю поглинання нікелю $\lambda_{K(Ni)}$ = 1,48 Å займає проміжне положення між $\lambda_{K\alpha(Cu)}$ = 1,54 Å і $\lambda_{K\beta(Cu)}$ = 1,39 Å).

Для того щоб довести необхідність фільтрування K_β – випромінювання анода, проаналізуємо рівняння Вульфа-Бреггів. Нехай зразок опромінюється квантами з довжинами хвиль, що відповідають K_α- і K_β - випромінюванням анода. У цьому випадку ми зобов’язані для кожної системи площин записати два рівнянні:

$$2d_i \sin\theta_\alpha = n\lambda_\alpha \qquad (11)$$

$$2d_i \sin\theta_\beta = n\lambda_\beta \qquad (12)$$

Таким чином, від будь-якої системи площин на дифрактограмі утворюються два рефлекси. Відповідні розрахунки дадуть одне і те ж значення міжплощин-

ної відстані d_i. Отже, наявність максимумів від K_β- випромінювання не додає інформації про фазу, що вивчається.

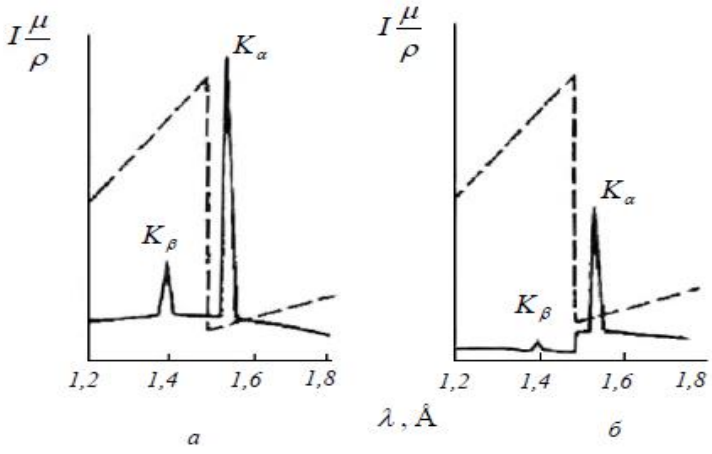

Рисунок 7.7 - Дія фільтра селективного поглинання на характеристичний спектр міді: а) спектр без фільтра; б) спектр променів, що пройшли крізь нікелевий фільтр

1.4 Порядок виконання роботи:

1. Ввімкнути рентгенівський дифрактометр.
2. Підібрати режими зйомки. Наприклад, CuK_α-випромінювання, Ni - фільтр, сила струму 25 мА, напруга 30 кВ, щілини 2, 4, 0,25 мм, швидкість обертання гоніометра 1 град./хв., постійна часу 2,5 сек., швидкість відліку імпульсів $3 \cdot 10^4$ імп./сек., швидкість руху діаграмної стрічки 720 мм/год.
3. Приготувати полікристалічний зразок способом стирання в агатовій чи порцеляновій ступці в етиловому спирті. Нанести зразок на кювету.
4. Встановити кювету із зразком у тримач гоніометра.
5. Встановити пластину із свинцевого скла між оператором і зразком. Закрити кришку захисту.
6. Ввімкнути самописець. Встановити рівень фона.
7. Режим зйомки підібрати так, щоб інтенсивності дифракційних максимумів не виходила за межі діаграмної стрічки.

8. Запустити програму зйомки зразка. Отримати повну дифракційну картину на діаграмній стрічці – дифрактограму (рентгенограму) зразка. На дифрактограмі записати всі характеристики режиму зйомки, прізвище і дату.
9. Розрахувати бреггівські кути 2θ і θ для дифракційних максимумів рентгенограми , використовуючи кутові мітки через 0,5° і вимірюючи кути з точністю ±0,2°. Дані занести у таблицю 7.1.
10. Провести лінію фону (рис. 7.8).

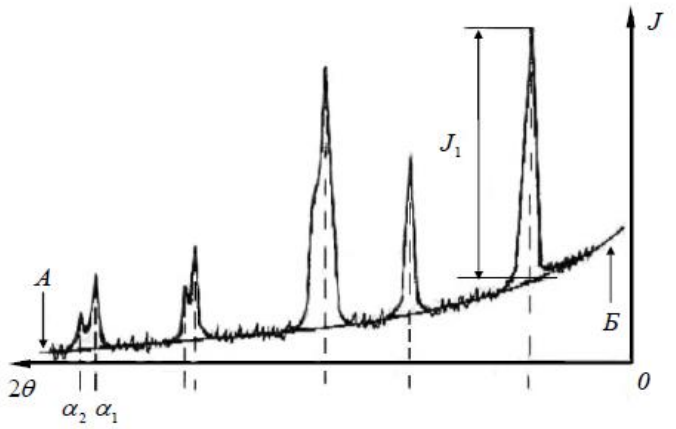

Рисунок 7.8 - Проведення лінії фону на дифрактограмі і визначення інтенсивності рефлексів. А – Б – лінія фону

11. Визначити інтенсивність I усіх ліній по висоті максимумів від лінії фону (у мм). Потім знайти відносні інтенсивність I/I_0 усіх ліній, взявши інтенсивність найсильнішої лінії за 100%. Дані занести у таблицю.

12. Використати міжплощинні відстані d для усіх ліній, скориставшись формулою Вульфа-Бреггів (7, 11, 12) і внести у таблицю 7.1.

Якби рентгенові промені, що входять до складу первинного пучка, були монохроматичні, то для кожної пари ліній знімка розраховувалось би одне цілком певне значення міжплощинне значення d/n. Але характеристичний спектр рентгенівської трубки містить два яскравих випромінювання K_α і K_β, які характеризуються двома різними довжинами хвиль λ_α і λ_β. При розрахунку міжплощинної відстані d/n для тієї чи іншої лінії нам наперед невідома довжина хвилі рентгенівського випромінювання, яка викликала появу даної лінії знімка. Тому для кожної

лінії знімка розраховуються два значенні міжплощинної відстані d_α/n і d_β/n, розраховані відповідно у припущенні випромінювання K_α і K_β.

Розглянемо два можливих випадки: зйомка з фільтром і без нього.

Якщо зйомка проводиться з фільтром, який поглинає повністю випромінювання K_β, то немає необхідності у розрахунку d_β/n.

Визначення d з використанням середньозваженого значення довжини хвилі $\lambda_{св}$ допустимо тільки для відносно малих кутів θ. На великих кутах починає розрізнятися дублет $K_{\alpha1}$ і $K_{\alpha2}$. Це виражається у тому, що від однієї і тієї ж системи площин на дифрактограмі виникають два поряд розташованих рефлекси (на малих кутах вони зливаються в один), що відповідають $K_{\alpha1}$ і $K_{\alpha2}$ випромінюванням, d_1 і d_2 на рис. 7.8. У цьому випадку розрахунки d необхідно проводити з використанням конкретних значень довжин хвиль $\lambda_{\alpha1}$ або $\lambda_{\alpha2}$. Рефлекс від $\lambda_{\alpha1}$ має у два рази більшу інтенсивність, ніж від $\lambda_{\alpha2}$. Розраховувати d по обох рефлексах не має сенсу, оскільки вийдуть, вочевидь, однакові величини: $d_{\alpha1} = d\lambda_{\alpha2} = d$.

Якщо зйомка проводиться без фільтра, необхідно вирішити питання про те, які з ліній знімка викликані випромінюванням K_β. Рішення цього питання спирається на два положення, пов'язані з природою характеристичного рентгенівського спектра. Перше: довжина хвилі випромінювання K_β коротше довжини хвилі K_α-випромінювання, тобто $\lambda_\beta < \lambda_\alpha$. Отже, якщо від даної плоскої сітки кристалічної структури відбувається відбивання обох випромінювань, то з двох ліній знімка, які відповідають одній і тій же плоскій сітці з даною величиною d/n, лінія, викликана випромінюванням K_β, розташовується ближче до первинної плями на знімку. Лінія ж, викликана випромінюванням K_α, розташовується на знімку далі від первинної плями, тобто при більшому куті відблиску. При цьому d_β/n для

першої лінії повинно у межах похибки досліду співпадати з величиною d_α/n для другої лінії.

Друге положення засновується на тому, що K_α- випромінювання більш інтенсивне порівняно з K_β. Зазвичай припускають, що відношення інтенсивності випромінювань K_α і K_β дорівнює 3:1. З цього можна зробити два важливих висновки:

а) усі найбільш інтенсивні лінії знімка повинні бути викликані випромінюванням K_α;

б) якщо від даної плоскої сітки відбиваються обидва випромінювання, то β - лінія має приблизно у три рази меншу інтенсивність, ніж лінія, викликана випромінюванням K_α. При цьому β - лінія лежить ближче до центра знімка, ніж лінія α.

Розраховані таким шляхом величини міжплощинних відстаней d_α/n і d_β/n разом з оцінкою відносної інтенсивності ліній I представляють з себе остаточні експериментальні результати для даної досліджуваної речовини чи еталона. Якщо перед знімком ставилася задача визначення речовини, то знайдені значення d_α/n і d_β/n і I служать основними даними, за якими визначається досліджувана речовина.

13.Розрахувати погрішність $\Delta d = d\Delta\theta ctg\theta$, $\Delta\theta$ розраховується у радіанах. Записати дані у таблицю.

Таблиця 7.1 - Рентгенографічні дані

№	2θ	θ	I	I/I_0	d/n, Å	Δd, Å

14. Написати звіт за результатами роботи. Звіт має містити постановку мети, короткий опис теоретичної частині роботи, порядок виконання роботи, зняту рентгенограму, заповнену таблицю 7.1, висновки.

Увага! У зв'язку з особливо небезпечними умовами виконання робіт знаходитися у лабораторії рентгеноструктурного аналізу допускається тільки у присутності співробітника лабораторії, до початку виконання роботи необхідно здати правила техніки безпеки викладачу і розписатися у журналі.

1.5 У звіті відображається:

- тема та ціль роботи;
- опис експериментальної установки;
- результати вимірювань та їх графічне відображення;
- висновки за роботою.

1.6 Контрольні запитання

1. Що таке атомна амплітуда розсіяння?
2. Що таке атомний фактор розсіяння?
3. Від чого залежать величини, вказані у питанні 1?
4. Чому кожна кристалічна речовина має індивідуальну дифракційну картину?
5. Наведіть вивід інтерференційного рівняння.
6. Проаналізуйте рівняння Вульфа-Бреггів.
7. Від чого залежить відносна інтенсивність дифракційних максимумів?
8. Що таке фактор повторюваності?
9. Пояснити, як виникає дифракційна картина при зйомці полікристалічного зразка.
10. Визначити поняття «фаза».
11. Назвати переваги рентгенівського методу дослідження речовини.
12. Охарактеризувати чутливість фазового аналізу.
13. Яким чином чутливість залежить від розміру кристалітів?
14. Обґрунтуйте вибір типу випромінювання і матеріалу фільтра.
15. Для чого потрібен фільтр?

16. Яким чином проводиться лінія фона на рентгенограмі?
17. Як розраховуються міжплощинні відстані у випадках зйомки з фільтром і без фільтра?

Література

1. Уманский Я.С., Скаков Ю.А., Иванов А.Н., Расторгуев Л.Н. Кристаллография, рентгенография и электронная микроскопия. М.: Металлургия.- 1982.- 632 с.
2. Киреев П.С. Физика полупроводников. Учебное пособие для втузов. М.: ВШ, 1975.
3. Горелик С.С., Расторгуев Л.Н., Скаков Ю.А. Рентгенографический и электронооптический анализ. М.: Металлургия . – 1971.- 366 с.