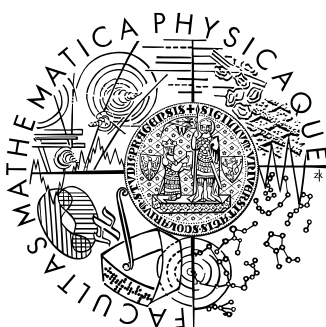


Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE



Jakub Zázvorka

Mapování elektrického odporu a fotovodivosti semiizolačního CdTe bezkontaktní metodou

Fyzikální ústav UK

Vedoucí bakalářské práce: doc. Ing. Jan Franc, DrSc.

Studijní program: Fyzika, Obecná fyzika

2010

Můj dík patří panu doc. Ing. Janu Francovi, DrSc. za jeho rady a cenné připomínky při psaní této bakalářské práce.

Zároveň bych chtěl poděkovat doc. Ing. Petru Prausovi, CSc. za pomoc po elektronické stránce problému.

Prohlašuji, že jsem svou bakalářskou práci napsal samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů. Souhlasím se zapůjčováním práce.

V Praze dne

Obsah

Abstrakt	3
Abstract	3
1. Úvod	4
2. Teorie polovodičů	4
2.1 Generace a rekombinace	5
2.2 Injekce	7
2.3 Emise, absorpce, fotovodivost	7
2.4 Materiál CdTe a Kompenzace polovodičů	8
2.5 Kontaktní měření měrného elektrického odporu	11
3. Experiment	11
3.1. Bezkontaktní měření měrného elektrického odporu	11
3.2 Metoda měření s přístrojem COREMA-WT	12
3.3 Experimentální uspořádání	15
3.4 Konstrukce zdroje záření	16
3.5 Polovodičové diody	17
3.6 Regulátor napětí	18
3.7 Kalibrace osvětlení	19
4. Výsledky a diskuse	24
4.1 Mapování měrného elektrického odporu a fotovodivosti	24
4.2 Odrazivost při měření fotovodivosti	29
5. Závěr	34
6. Přehled literatury	35

Abstrakt

Název práce: *Mapování elektrického odporu a fotovodivosti semiizolačního CdTe bezkontaktní metodou*

Autor: *Jakub Zázvorka*

Katedra (ústav): *Fyzikální ústav UK*

Vedoucí bakalářské práce: *doc. Ing. Jan Franc, DrSc.*

e-mail vedoucího: *franc@karlov.mff.cuni.cz*

Abstrakt: *Komerční přístroj COREMA, který mapuje prostorové rozložení měrného elektrického odporu, byl doplněn o regulovatelný zdroj záření, kterým byly dva typy luminiscenčních diod. Zdroj záření byl zkalibrován a bylo naměřeno několik topogramů prostorového rozložení fotovodivosti na semiizolačním krystalu CdTe. Zároveň byly zkoumány odrazové efekty světla na okrajích vzorku a jejich vliv na měření a vliv orientace vzorku při měření na výsledné topogramy. Výsledky byly porovnány s měřením na aparatuře ve Freiburger Materialforschungszentrum.*

Klíčová slova: *bezkontaktní měření, CdTe, fotovodivost*

Abstract

Title: *Resistivity and photoconductivity mapping of a semi-insulating CdTe with a contactless measurement method*

Author: *Jakub Zázvorka*

Department: *Fyzikální ústav UK*

Supervisor: *doc. Ing. Jan Franc, DrSc.*

Supervisor's e-mail address: *franc@karlov.mff.cuni.cz*

Abstract: *The measuring setup COREMA, which surveys the spatial resolution of resistivity, was supplied with an adjustable radiation source made of two types of light-emitting diodes. The sources were then calibrated. A number of spatial photoconductivity topograms was measured on a semiinsulating CdTe crystal. Reflection effects on the edge of the crystal and their influence on the measurement have been investigated alongside the influence of the orientation of the crystal. The results have been compared with the measurement on the setup in Freiburger Materialforschungszentrum.*

Keywords: *contactless measurement, CdTe, photoconductivity*

1. Úvod

Mapování fotoproudu jako technika pro výzkum kvality krystalů CdTe a vlivu kontaktů byla uvedena Tovem a Slapou [1]. V referenci [2] byla použita k charakterizaci krystalů CdZnTe.

Cui a James [3] aplikovali analýzu závislosti fotoproudu na přiloženém napětí ke stanovení součinu pohyblivosti a doby života nosičů proudu. Porovnáním s výsledky z měření alfa spektroskopie se ukázal dobrý soulad obou metod. Měření fotoproudu tedy představuje užitečnou metodu umožňující charakterizovat krystaly z hlediska účinnosti sběru náboje v mapovacím režimu. Všechny uvedené reference používaly k měření kontaktní metodu. Bezkontaktní metoda měření fotovodivosti byla vyvinuta na Univerzitě ve Freiburgu na zařízení k bezkontaktnímu měření elektrického odporu COREMA. Bezkontaktní metoda optimálně doplňuje kontaktní metodu, neboť umožňuje studovat krystaly bez vlivu kontaktního kovu. Cílem této bakalářské práce bylo doplnit komerční aparaturu COREMA na Fyzikálním ústavu UK o zdroje světla a provést jejich kalibraci. Dalším cílem práce bylo vyvinout metodiku měření, provést kontrolní měření na semiizolačních vzorcích CdTe a porovnat výsledky s měřením na aparatuře COREMA na Univerzitě ve Freiburgu.

2. Teorie polovodičů

Polovodič je látka, jejíž vodivost závisí na vnějších a vnitřních parametrech jako je teplota, chemické příměsi či zda na ni dopadá elektromagnetické záření. Toto je způsobeno speciálním uspořádáním energetických hladin atomů v krystalické mřížce. Tyto atomy se nedají uvažovat jako jednotlivé, na sobě nezávislé, nýbrž musíme uvažovat jejich vzájemné působení, které lze v mřížce popsat periodickým potenciálem. Řešení Schrödingerovy rovnice s tímto potenciálem ukazuje, že se energetické hladiny elektronů rozštěpí a tím vzniknou energetické pásy. Tyto pásy jsou tvořeny velkým počtem blízko u sebe ležících diskretních hladin a proto se aproximují kontiuem. Důležité jsou pásy valenční, který je poslední zcela zaplněný při teplotě $T = 0K$, a vodivostní, který je následující vyšší a prázdný. Oba jsou navzájem odděleny zakázaným pásem. Jak je uvedeno v Saleh a Teich [4], je šířka zakázaného pásu E_g v rozmezí od 0,1V do 3V.

Pokud uvažujeme elektron v blízkosti dna vodivostního pásu, můžeme jeho energii popsat jako

$$E = E_C + \frac{\hbar^2 k^2}{2 m_c} \quad (1)$$

kde E_C je energie dna vodivostního pásu, m_c je efektivní hmotnost elektronu ve vodivostním pásu a k je velikost vlnového vektoru, který je spojen s hybností elektronu \vec{p}

$$\vec{k} = \frac{\vec{p}}{\hbar} \quad (2)$$

Podobně můžeme popsat energii elektronu v blízkosti vrcholu valenčního pásu

$$E = E_V - \frac{\hbar^2 k^2}{2 m_v} \quad (3)$$

kde m_v je efektivní hmotnost elektronu ve valenčním pásu. Energie valenčního pásu E_V je spojena s energií vodivostního a zakázaného pásu

$$E_V = E_C - E_g \quad (4)$$

Pokud má elektron v maximu valenčního pásu a minimum vodivostního pásu stejnou hybnost \vec{p} , mluvíme o polovodiči s přímým zakázaným pásem. Naopak, pokud toto není splněno, mluvíme o nepřímém zakázaném pásem, ve kterém elektron při přechodu mezi valenčním a vodivostním pásem změní významně svoji hybnost.

2.1 Generace a rekombinace

Pauliho vylučovací princip říká, že nemohou být dva elektrony se stejným kvantovým stavem na jednom místě. Proto se při teplotě $T = 0K$ v atomu zaplní nejprve nejnižší energetické hladiny elektrony. Pokud zvýšíme teplotu, začne proces termální excitace, některé elektrony se uvolní z valenčního pásu a přejdou do vodivostního pásu, kde se chovají jako pohyblivé nosiče náboje. Uvolněním elektronu vznikne ve valenčním pásu prázdný stav zvaný díra. Oba se poté při přiložení vnějšího elektrického pole mohou přemísťovat v opačném směru a přispívat k elektrickému proudu. Ve valenčním pásu se díky prázdnému kvantovému stavu přemísťují zbylé elektrony. Tento pohyb je rovnocenný pohybu díry, tedy

náboji velikosti $+e$ v opačném směru. Tento proces se nazývá generace páru elektron-díra.

Pravděpodobnost obsazení pásu s energií E se při teplotě T řídí Fermiho-Diracovou statistikou vyjádřenou funkcí

$$f(E) = \frac{1}{\exp\left[\frac{(E - E_f)}{k_B T}\right] + 1} \quad (5)$$

kde k_B je Boltzmannova konstanta a E_f je Fermiho energie. Fermiho energie představuje hladinu, jejíž pravděpodobnost obsazení je 0,5. Při teplotě $T = 0K$ od sebe odděluje obsazené a neobsazené stavy. V čistém polovodiči leží Fermiho energie nebo také Fermiho hladina uprostřed zakázaného pásu. Pravděpodobnost obsazení valenčního pásu elektronem při nulové teplotě je $f(E)$, kdežto $1-f(E)$ je pravděpodobnost obsazení valenčního pásu dírou.

Polovodiče mohou být kromě teploty také ovlivněny přidáním malého množství příměsí, které mohou změnit koncentraci nosičů náboje. Pokud mají příměsí větší množství přebytečných valenčních elektronů, vznikne nadbytek nosičů náboje elektronu. Tyto příměsí se nazývají donory a mluvíme o polovodiči typu n . Naopak můžou příměsí mít menší počet valenčních elektronů, čímž vznikne nadbytek děr. Tehdy mluvíme o akceptorech a polovodičích typu p . Nedotované, čisté polovodiče se nazývají intrinsické.

V polovodiči typu n je zvýšená koncentrace nosičů náboje ve vodivostním pásu. Elektrony donorů leží na energetické hladině E_D , která leží těsně pod dnem vodivostního pásu. Při zvýšení teploty se rychleji zaplňuje vodivostní pás a v důsledku tohoto přerozdělení se posune Fermiho hladina výš nad střed zakázaného pásu. V polovodičích typu p se naopak Fermiho hladina posune pod střed zakázaného pásu.

Dalším procesem v polovodičích je rekombinace elektronu a díry, což je proces opačný ke generaci. Při rekombinaci tedy dochází k přechodu elektronu z vodivostního pásu zpět do valenčního pásu, kde zaplní prázdný kvantový stav, tedy díru. Pokud se tímto přechodem emituje foton, hovoříme o zářivé rekombinaci. Existuje i proces nezářivé rekombinace, kdy se uvolněná energie předá kmitům mříže nebo jinému volnému elektronu.

V krystalické mříži polovodiče se mohou vyskytovat nehomogenity způsobené například přidáním příměsí, přítomností chemických nečistot nebo

rozhraním mezi krystalickými zrny, které posunou Fermiho hladinu a naruší pásovou strukturu, což se může projevit tím, že se v zakázaném pásu objeví další energetické hladiny, na kterých se mohou elektrony vyskytovat. Tyto se nazývají rekombinační centra, pokud je stejná pravděpodobnost záchytu elektronu i díry. Pokud je pravděpodobnost zachycení jednoho typu nosiče náboje větší, mluvíme o pastech.

V tepelné rovnováze je rychlost generace stejná jako rychlost rekombinace. Tak se ustálí rovnovážná koncentrace nosičů náboje n_0 a p_0 .

2.2 Injekce

Rovnováhu můžeme narušit zvýšením teploty nebo také vložením polovodiče do elektromagnetického pole, čili jestliže krystal ozáříme elektromagnetickým vlněním. Tím dojde ke generování nadbytečné koncentrace nosičů náboje. Jelikož se elektrony a díry generují v párech, budou nadbytečné koncentrace děr a elektronů shodné. Díky rekombinaci se nakonec ustanoví nový stav s koncentracemi nosičů $n = n_0 + \Delta n$ a $p = p_0 + \Delta p$. Pokud budeme uvažovat koncentraci nadbytečných elektronů $\Delta n \ll n_0 + p_0$, dá se rekombinační doba života nadbytečných nosičů vyjádřit jako

$$\tau = \frac{1}{r(n_0 + p_0)} \quad (6)$$

kde r je parametr elektron-děrové rekombinace.

Tedy pokud známe rychlost injekce R , dostaneme vztah pro nadbytečnou koncentraci elektronů

$$\Delta n = R \tau \quad (7)$$

2.3 Emise, absorpce, fotovodivost

Pokud jsou generovány nadbytečné nosiče náboje, které spolu následně rekombinují, mohou se při tomto procesu zářivé rekombinace emitovat fotony. Naopak se může foton dopadající na polovodič absorbovat, jeho energie se přeneše na elektron, čímž ho excituje z valenčního pásu do pásu vodivostního. Aby byl foton absorbován a excitoval elektron, musí být jeho energie větší než velikost zakázaného pásu, tedy $h\nu > E_g$, což nazýváme absorpční hrana. Pokud je energie fotonu nižší

než E_g , je materiál pro danou vlnovou délku záření transparentní, v opačném stavu materiál záření silně absorbuje.

Při absorpci tedy vzniknou páry nosičů náboje elektron-díra, ve vodivostním pásu se zvýší koncentrace elektronů, které při přiložení vnějšího elektrického pole svým transportem přispívají k elektrické vodivosti materiálu. Při interakci fotonu s nosiči náboje musí být zachována energie a hybnost. Tedy foton může interagovat pouze s elektronem a dírou, které mají určité energie a hybnosti

$$\begin{aligned} E_2 &= E_C + \frac{m_r}{m_c} (h\nu - E_g) \\ E_1 &= E_V - \frac{m_r}{m_v} (h\nu - E_g) = E_2 - h\nu \end{aligned} \quad (8)$$

kde E_2 je energetická hladina ve vodivostním pásu, E_1 je energetická hladina ve valenčním pásu a m_r je

$$\frac{1}{m_r} = \frac{1}{m_c} + \frac{1}{m_v} \quad (9)$$

Zvýšení vodivosti γ je úměrné toku fotonů Φ , které dopadají na polovodič a jsou absorbovány a lze vyjádřit pomocí doby života nadbytečných nosičů náboje τ

$$\Delta\gamma = e \Delta n (\mu_e + \mu_h) = \frac{e \eta \tau (\mu_e + \mu_h)}{w A} \Phi \quad (10)$$

kde e je náboj elektronu, Δn je koncentrace nadbytečných elektronů ve vodivostním pásu, η je podíl absorbovaného toku fotonů vůči dopadajícímu, který je závislý na vlnové délce záření, $w A$ je objem na který tok fotonů dopadá a μ_e , μ_h jsou pohyblivosti elektronu a díry.

2.4 Materiál CdTe a Kompenzace polovodičů

Polovodiče se hojně používají v mnoha oblastech mikroelektroniky a optoelektroniky. Jednou z používaných sloučenin pro výrobu polovodičových součástek je telurid kadmenný (CdTe), který má šířku zakázaného pásu 1,52 eV při pokojové teplotě a vysoký absorpční koeficient a je tedy velmi vhodný pro stavbu detektorů rentgenova záření, které vyžadují velkou homogenitu materiálu a velikost měrného odporu větší než $1 \cdot 10^9 \Omega \cdot \text{cm}$. Základní vlastnosti materiálu CdTe ukazuje tabulka 2.1.

mřížková konstanta	6,48 Å
hustota	5,85 g cm ⁻³
koeficient teplotní roztažnosti	4,6 10 ⁻⁶ K ⁻¹
měrná tepelná kapacita	210 J kg ⁻¹ K ⁻¹
tepelná vodivost	0,06 W cm ⁻¹ K ⁻¹

Tabulka 2.1 Základní vlastnosti CdTe při pokojové teplotě

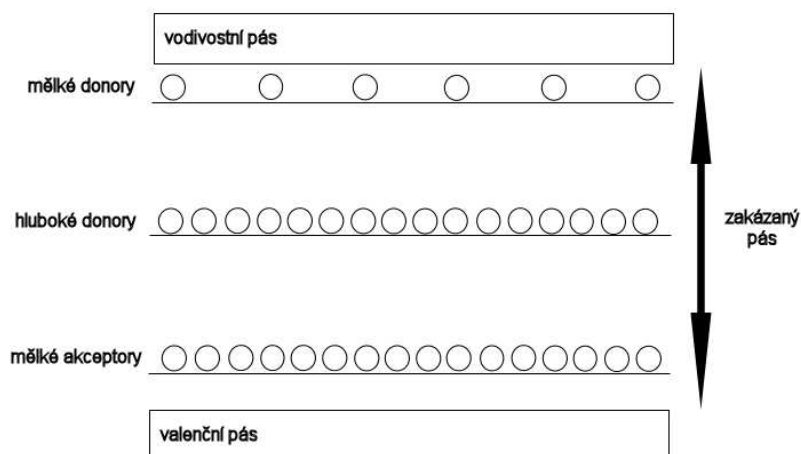
Intrinsický stav polovodiče CdTe vykazuje měrný odpor přibližně $1 \cdot 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$, ale v praxi není možné vyrobit naprosto čistý krystal, v polovodiči jsou tedy donory a akceptory, které ovlivňují elektrický odpor v rozsahu mnoha řádů. K dosažení vysokého elektrického odporu je třeba, aby koncentrace mělkých donorů a akceptorů byly řádově stejně velké. Jejich rozdíl je dokompenzován pomocí hluboké hladiny ležící poblíž středu zakázaného pásu. V uspořádání energetických hladin atomů v mříži tedy musí být kromě hladin mělkých donorů a akceptorů v zakázaném pásu také hluboká hladina, která poskytuje možnost úplné deaktivace hladin defektů. Za předpokladu, že má materiál koncentrace donoru $N(d)$, akceptorů $N(a)$ a hlubokých donorů $N(h)$, můžeme proces kompenzace vyjádřit pomocí tří kroků. Na začátku procesu kompenzace jsou všechny defekty neutrální, jak ukazuje obrázek 2.2. Poté elektrony z donorů rekombinují s akceptory, pokud

$$N(d) < N(a) \tag{11}$$

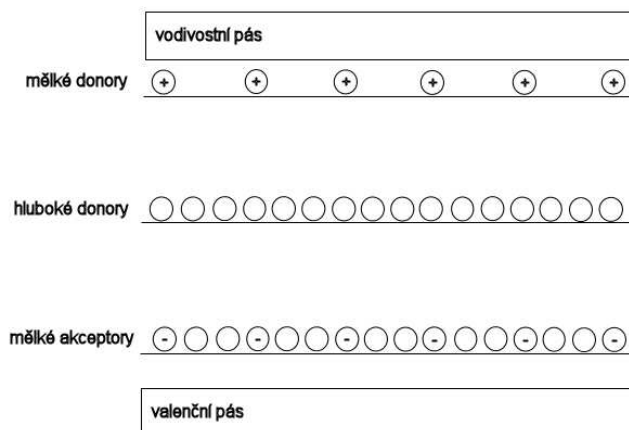
pak budou donory budou zcela ionizovány, kdežto akceptory budou ionizovány jenom z části, viz obrázek 2.3. Polovodič je v této fázi typ p . Dále se z hluboké hladiny spontánně emitují elektrony, které rekombinují s děrami na akceptorech. Akceptory budou tedy plně ionizované, pokud bude platit

$$N(a) - N(d) < N(h) \tag{12}$$

a hluboké donory budou částečně ionizovány, jak je ukázáno na obrázku 2.4.



Obrázek 2.2 Schéma kompenzace, začátek procesu

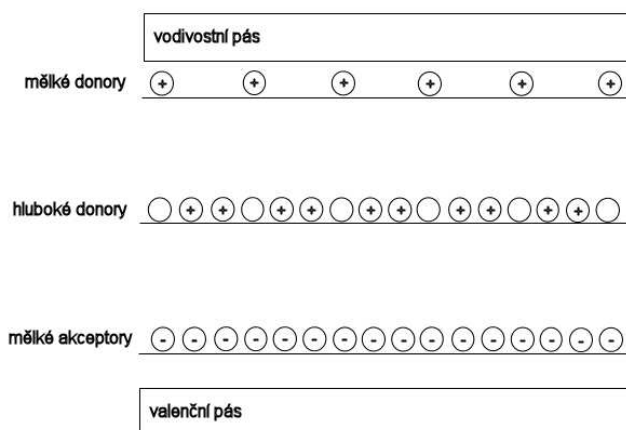


Obrázek 2.3 Schéma kompenzace, částečně ionizované akceptory

Měrný elektrický odpor kompenzovaného materiálu lze tedy vyjádřit

$$\rho(T) \propto \frac{N(a) - N(d)}{N(h) \cdot \exp\left(\frac{\Delta E}{kT}\right)} \quad (13)$$

kde k je Boltzmannova konstanta, T je teplota a ΔE je energie hladiny hlubokých donorů. Z rovnice (13) je vidět, že volné elektrony mohou být excitovány pouze z neutrálních defektů hlubokého donoru, což je shodné s tím, jako by Fermiho hladina byla rovna hluboké hladině.



Obrázek 2.4 Schéma kompenzace, částečně ionizované hluboké donory

Měrný odpor závisí na celém procesu přípravy a výroby materiálu. Vzhledem k tomu, že vysoký elektrický odpor je jedním ze základních požadavků pro přípravu detektorů rentgenova a gama záření (dosažení vysokého poměru signál/šum), je nutno krystaly CdTe po růstu charakterizovat z hlediska tohoto parametru.

2.5 Kontaktní měření měrného elektrického odporu

Nejčastější metodou mapování odporu polovodičového krystalu je přiložení sítě malých ohmických kontaktů z obou stran a měření proudu mezi těmito kontakty. Tímto způsobem můžeme dosáhnout topogramu s rozlišením $0,1\text{mm}^2$. Problémem této metody je značná pracnost přípravy zkoumaného vzorku a fakt, že připravenou síť kontaktů je před dalšími technologickými operacemi třeba opět odstranit.

3. Experiment

3.1. Bezkontaktní měření měrného elektrického odporu

Jiná metoda využívá dielektrických vlastností polovodičových materiálů měřením časové odezvy signálu a rozložení náboje na přiloženém napětí na kondenzátoru, jak je uvedeno v Stibal a kol. [5] Tato metoda je bezkontaktní, čili měření nepoškozuje vzorek.

3.2 Metoda měření s přístrojem COREMA-WT

Dobu odezvy signálu na přiloženém napětí v případě homogenního polovodičového materiálu lze popsat parametrem τ' , který je spojen s permitivitou ε a měrným odporem ρ materiálu vztahem

$$\tau' = \varepsilon_0 \varepsilon \rho \quad (14)$$

kde ε_0 je permitivita vakua.

Předpokládejme, že vzorek má plochu S a tloušťku h , pak je možno z těchto veličin určit odpor a kapacitu vzorku pomocí

$$R_s = \rho \frac{h}{S} \quad (15)$$

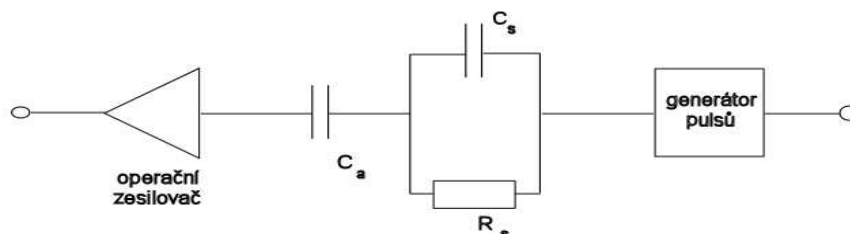
$$C_s = \varepsilon_0 \varepsilon \frac{S}{h} \quad (16)$$

příčemž pomocí těchto veličin můžeme určit i dobu odezvy signálu τ' , která nebude záviset na rozměrech vzorku.

$$\tau' = R_s C_s = \varepsilon_0 \varepsilon \rho \quad (17)$$

Uspořádání experimentu je takové, že se vzorek dotýká na jedné straně elektrody kondenzátoru a na druhé straně je mezi vzorkem a druhou elektrodou, tedy sondou, vzduchová mezera, která do výsledné kapacity C bude přispívat svojí vlastní kapacitou C_a . Celková kapacita dielektrika mezi elektrodami kondenzátoru i se vzduchovou mezerou bude

$$C = \frac{C_a C_s}{C_a + C_s} \quad (18)$$



Obrázek 3.1 Schéma zapojení při měřícím procesu

Na počátku měření, tedy v čase $t = 0$, předpokládejme, že obě kapacity vzorku C_S i vzduchové mezery C_a jsou rovny nule, čili jsou vybité. Pokud přiložíme napětí U na jednu elektrodu kondenzátoru, vznikne v systému náboj rovný

$$Q(0) = C U \quad (19)$$

Nyní pro $t > 0$ způsobí přiložené napětí na elektrodě transport náboje v kondenzátoru C_S s odporem R_S , tedy postupné vybití kondenzátoru. Jelikož je ale přiložené napětí konstantní, vzniká na kondenzátoru vzduchové mezery další náboj. Pokud se kondenzátor C_S zcela vybijí, je náboj na kondenzátoru C_a

$$Q(\infty) = C_a U \quad (20)$$

Můžeme tedy popsat závislost transportu náboje na systém v závislosti na čase

$$Q(t) = \frac{C_a^2}{C_a + C_S} U \left(1 - e^{-\frac{t}{\tau}} \right) + Q(0) \quad (21)$$

kde

$$\tau = R_S (C_S + C_a) \quad (22)$$

Pomocí vztahů (19), (20) a (22), lze vztah (17) přepsat

$$\rho = \frac{Q(0) \tau}{Q(\infty) \varepsilon_0 \varepsilon} \quad (23)$$

Doba odezvy signálu τ se vyhodnocuje matematicky pomocí naměření křivky transportu náboje neboli vybíjení kondenzátoru C_s , která se fituje závislostí danou vztahem (21), ze které se tento důležitý parametr získá.

Výhodou této metody tedy je, že měrný elektrický odpor závisí pouze na materiálových konstantách a parametru τ , který se jednoduše získá. Velikost kapacity C_a se vypočítá z velikosti vzduchové mezery mezi vzorkem a sondou. Vzhledem k tomu, že všechny hodnoty potřebné k vyhodnocení měrného odporu jsou měřeny v relativních jednotkách, není potřeba měření jakkoli kalibrovat.

Přístroj COREMA měří závislost náboje systému na čase pomocí operačního zesilovače zapojeného podle schématu na obrázku 3.1, na kterém je napětí přímo úměrné náboji v systému. Z naměřené křivky jsou vyhodnoceny všechny potřebné pracovní hodnoty pro získání měrného odporu ρ , tedy velikosti $Q(0)$, $Q(\infty)$, $Q(\tau) = Q(\infty) - e^{-t/\tau}[Q(\infty) - Q(0)]$. Pro měření je tedy nutný vysokofrekvenční voltmetr s programovatelným zpožděním signálu. Pokud chceme měřit odpory v rozsahu $10^6 - 10^9 \Omega$ jsou časové parametry τ v rozmezí od $2\mu s$ do $2ms$.

Okolo elektrody, která slouží jako sonda, je ochranný prstenec, kterým se dosahuje homogenní elektrické pole v okolí sondy tak, aby sonda neregistrovala šum nebo aby byl tento šum co nejvíce zmírněn.

V tubu sondy je umístěn zesilovač napětí, ze kterého se posléze vyhodnocuje měření doby časové odezvy τ pomocí počítačového softwaru.

Aby bylo možno získat topogram celého vzorku, používá se řádkového měření, tedy podstavec se vzorkem je posouván pomocí motoru v osách x y . V ose z je zapotřebí co nejpresnějšího posuvu vzhledem k závislosti velikosti signálu materiálu na vzdálenosti vzorku a sondy. Proto je posuv ve vertikální ose prováděn pomocí mikrometrického šroubu. V horizontální poloze je přesnost posuvu méně důležitá kvůli konečnému rozměru měřící sondy, který je $1mm$ v průměru. Zároveň musí být vzorkem velmi rovinným, variace tloušťky vzorku pod sondou musí být menší než $20\mu m$, aby se při posuvu osami x y povrch vzorku nemohl nedotknout měřící sondy, což by ovlivnilo měření. K pevnému přichycení vzorku k podstavci se využívá vysátí vzduchu z porézní vrstvy podstavce.

Pro zvýšení přesnosti měření se všechna data mohou naměřit několikrát a pak se vystředují. Celý proces měření, nastavení a získání všech parametrů, včetně iterace exponenciální závislosti vybíjení kapacity vzorku, je ovládán počítačovým softwarem.

Na přístroji COREMA se tedy pomocí časové odezvy signálu a rozložení náboje na přiloženém napětí dají měřit vzorky s tloušťkou 250–5000 μm a průměrem až 150mm. Opakovatelnost měření je při měrném elektrickém odporu v rozmezí $10^6 - 10^9 \Omega\cdot\text{cm}$ lepší než 1%. Celkově tedy opakovatelnost závisí pouze na variacích teploty při měření. Pokud je ale známa velikost zakázaného pásu daného polovodiče při $T = 0\text{K}$, lze ke korekci závislosti měrného elektrického odporu použít počítačový software, díky kterému je teplotní nejistota měření měrného odporu menší než 0,2%. Měřený měrný elektrický odpor je v rozsahu $10^5 - 10^{12} \Omega\cdot\text{cm}$. Předností přístroje COREMA je i to, že může měřit i vzorky s již nanesenou kontaktní vrstvou, která ale musí být přiložená k elektrodě v podstavci.

Použitá metoda ale předpokládá, že se vybíjení kondenzátoru na čase dá vyjádřit jako exponenciální funkce. Pokud je ale vzorek elektricky nehomogenní, pak tento předpoklad neplatí a měření je zatíženo nejistotou. Té se však dá předejít zvětšením prostorového rozlišení nebo použitím co nejvíce úzkého vzorku.

3.3 Experimentální uspořádání

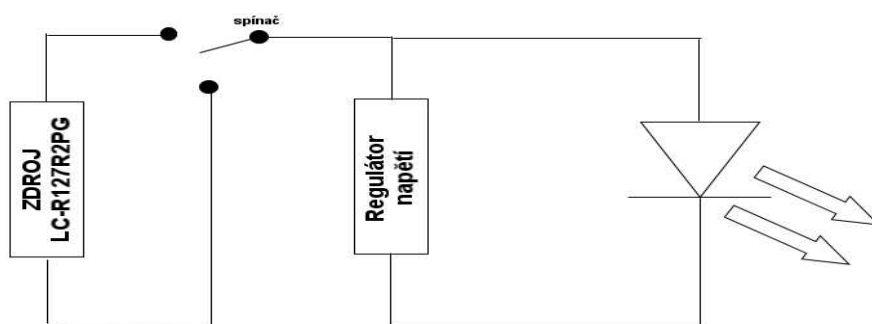
Mapování měrného elektrického odporu a vodivosti bezkontaktně pomocí časové odezvy signálu na přiloženém napětí je provedeno přístrojem COREMA-WT, který je schopen měřit jak jednotlivé body na vzorku, tak je schopný souvislého měření vybrané plochy a pomocí počítačového softwaru vykreslení topogramu daného měření. V jednotlivých měřeních probíhá několik softwarových procedur: výběr bodu, nastavení senzoru, získání dat vlastním měřením, uložení dat a normalizace, analýza dat a jejich prezentace.

Elektronická část přístroje, včetně krokového motoru pro pohyb měřící plochy v osách $x y z$, generátoru elektrických pulsů a voltmetru, je uložena v hliníkovém boxu o rozměrech 68x68x98cm. Měřící plocha, detektor teploty a senzor jsou uloženy nad tímto boxem. Vrchní část je opatřena krytem, který je 32cm vysoký a velice absorbuje světlo, takže není měření ovlivněno vnějším zářením a probíhá v naprosté tmě. Systém je opatřen tlačítky pro zapnutí, vypnutí, pohotovostní vypnutí a vypínačem odsávání vzduchu.

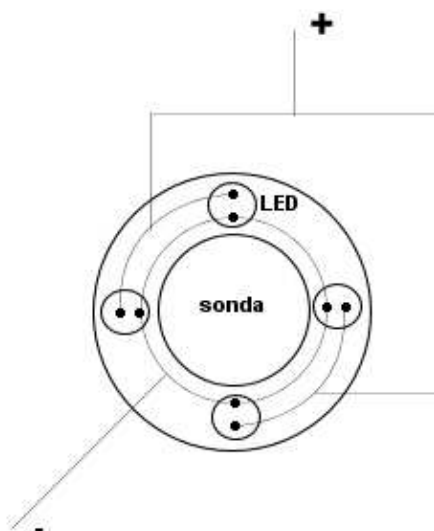
COREMA-WT dokáže mapovat měrný elektrický odpor krystalu, ale není vybaven osvětlením, čili nedokáže změřit změny vodivosti vzorku v závislosti na vlnové délce a intenzitě záření. Jedním z cílů bakalářské práce bylo doplnit přístroj o zdroje záření, provést jejich kalibraci a vypracovat metodiku měření fotovodivosti bezkontaktní metodou.

3.4 Konstrukce zdroje záření

Pro zdroj záření byly vybrány diody *LED405* a *L3989*, zářící na 405nm a 830nm. K upevnění diod pro měření byl z hliníku vyroben o-kroužek, který lze nasadit kolem tubu ochranného prstence a je upevněn dvěma o-kroužky z umělé hmoty seshora a zezdola. Na o-kroužku jsou rovnoměrně rozmístěny čtyři diody, které jsou zapojeny paralelně ke zdroji, jak je ukázáno na obrázku 3.3. Schéma zapojení diod je na obrázku 3.2. Pro každý typ diod byl vyroben jeden o-kroužek, oba se tedy dají mezi měřeními vyměňovat.



Obrázek 3.2 Schéma zapojení diod regulátoru



Obrázek 3.3 Schéma paralelního zapojení diod jako zdrojů záření

3.5 Polovodičové diody

Polovodičová luminiscenční dioda *LED* (*light-emitting diode*) je p-n přechod, který je pólovaný v propustném směru, obvykle z polovodiče s přímým přechodem zakázaného pásu. Diody využívají jevu injekční luminiscence, tedy při přiloženém napětí se generují nosiče náboje tak, že vznikne inverzní populace, elektrony rekombinují, stimulovaná emise převáží nad absorpcí a tedy dioda vyzařuje elektromagnetické záření. Vlnová délka záření závisí na velikosti zakázaného pásu a dá se tedy upravovat chemickým složením polovodiče.

Vlastnosti použitých diod jsou uvedeny v tabulkách 3.4 a 3.5

Dioda	L3989
materiál	InGaAs
typická operační teplota	-30°C až 85°C
maximální proud v propustném směru	80 mA
závěrné napětí	3 V
minimální vlnová délka	800 nm
typická vlnová délka	830 nm
maximální vlnová délka	860 nm
spektrální šířka	40 nm

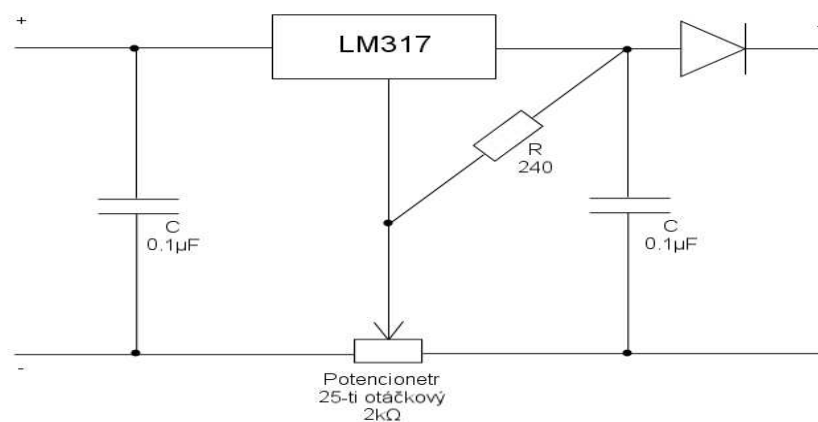
Tabulka 3.4 Základní vlastnosti luminiscenční diody *L3989*

Dioda	LED405
materiál	InGaN
typická operační teplota	-30°C až 85°C
maximální proud v propustném směru	30 mA
závěrné napětí	5 V
minimální vlnová délka	395 nm
typická vlnová délka	405 nm
maximální vlnová délka	415 nm
spektrální šířka	15 nm

Tabulka 3.5 Základní vlastnosti luminiscenční diody *LED405*

3.6 Regulátor napětí

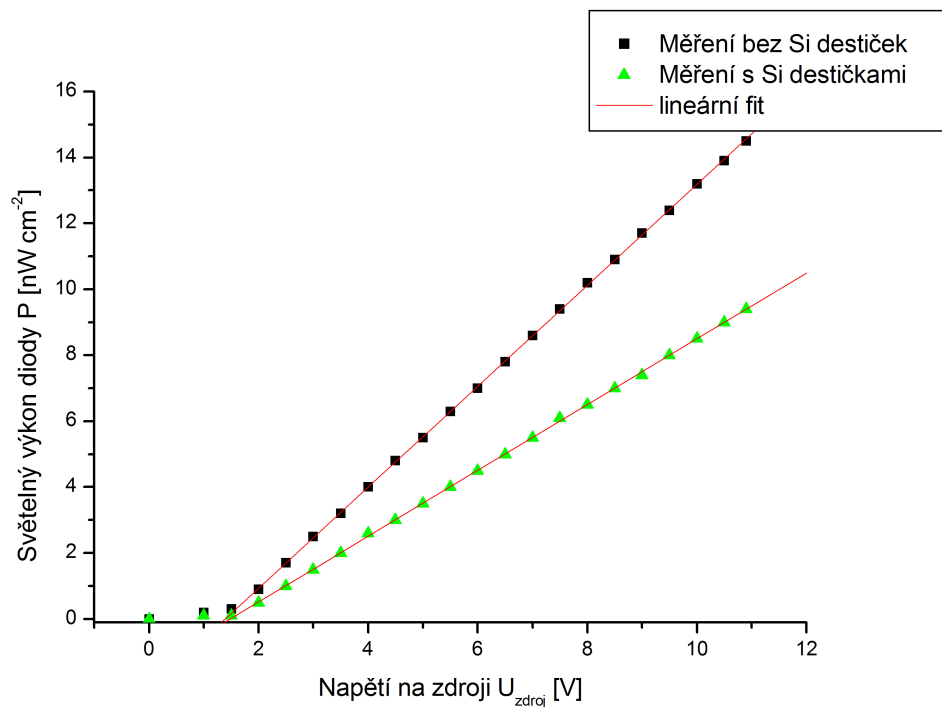
K regulaci napětí na diodách a tím i fotonového toku byl postaven stabilizovaný regulátor napětí, který využívá regulátor *LM 317-TO220* a jako zdroj napětí slouží dvanáctivoltový akumulátor *Panasonic LC-R127R2PG*. Tímto způsobem lze regulovat napětí mezi 1,26 a 11,6 voltů, což vyhovuje požadavkům, protože luminiscenční diody mají prahové napětí v rozmezí 1,3 až 1,8 voltů. Při měření bylo ale zjištěno, že se u některých vzorků CdTe vodivost při napětí vyšším než 1,26V nemění, bylo tedy nutno minimální napětí regulátoru zmenšit. Toto bylo dosaženo vložením křemíkové diody v propustném směru do obvodu. Schéma stabilizovaného regulátoru napětí je zobrazeno na obrázku 3.6



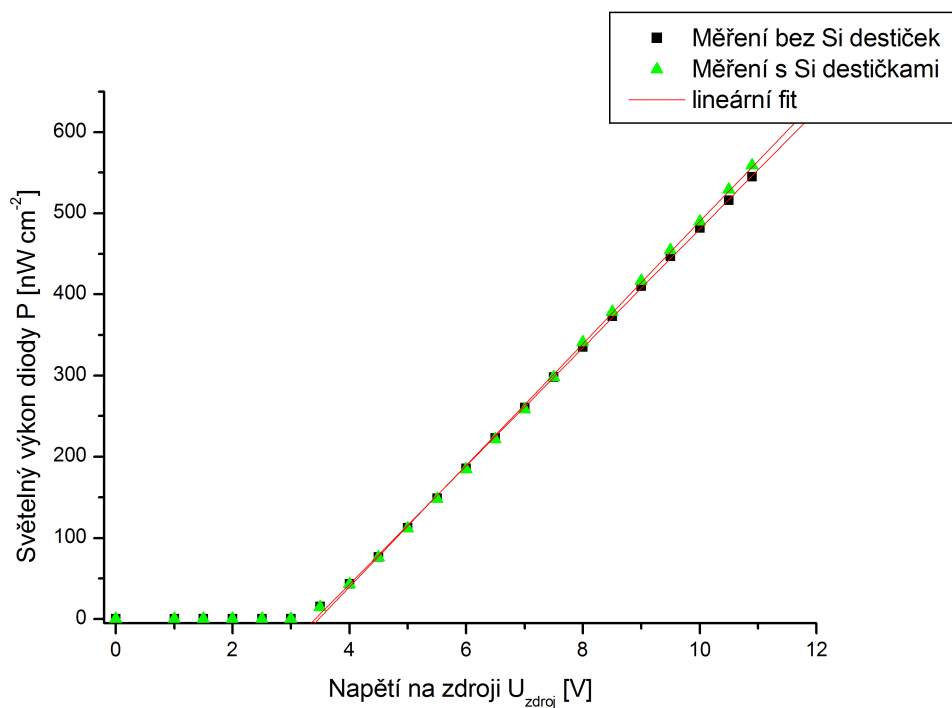
Obrázek 3.6 Schéma stabilizovaného regulátoru napětí

3.7 Kalibrace osvětlení

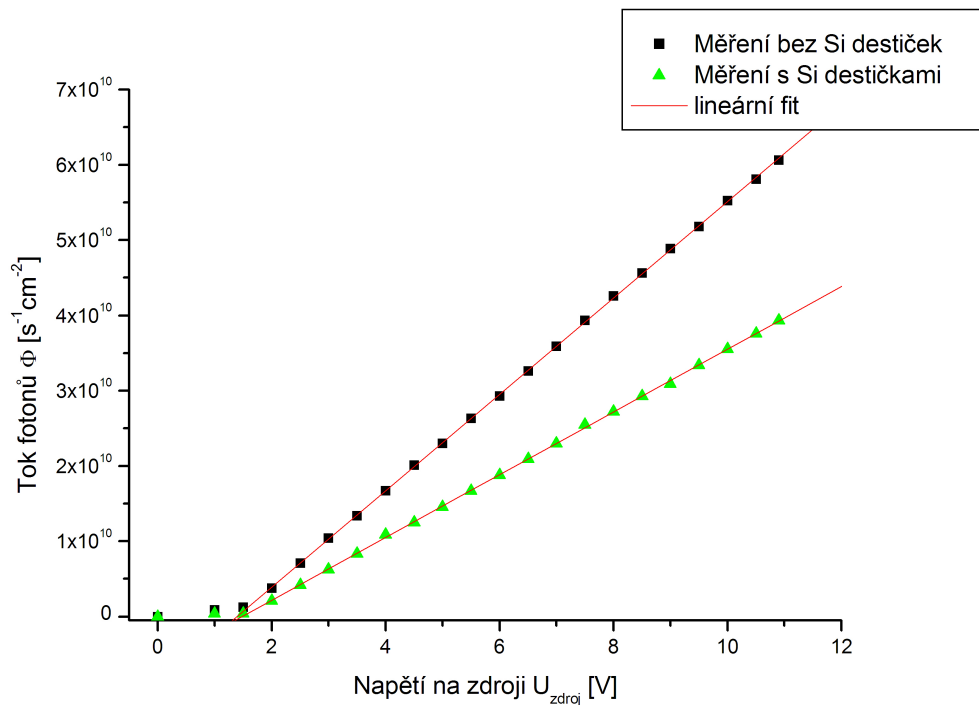
Pro ověření správné funkčnosti přístroje COREMA-WT při měření měrného odporu a fotovodivosti vzorku je nutno zkalibrovat zdroj záření, tedy zjistit závislost toku fotonů na přiloženém napětí. Měření nemohlo být provedeno v přístroji COREMA-WT kvůli fluktuacím napětí mezi sondou a měřicí elektrodou v řádu mV. Tyto fluktuace nepředstavují problém při vlastním měření elektrického odporu, kde je pracovní napětí 0,75V, ale při kalibraci za nízkých fotonových toků je šum srovnatelný se signálem nebo větší. Kalibrace byla proto provedena na separátní měřicí soustavě. Závislost byla naměřená pomocí měrky světelného výkonu s citlivostí 488nm a 800nm, citlivost měrky byla dostatečná pro vlnové délky použitých diod. Při jednom z měření byla měrka obklopena křemíkovými deskami, které mají menší odrazivost než podkladová elektroda v měřicím přístroji. Cílem je dosáhnout rovnoměrné odrazivosti po celé ploše spodní elektrody včetně vzorku, aby při přechodu diody přes okraj vzorku nedošlo ke změně fotonového toku dopadajícího pod měřicí sondu. Naměřená závislost pro oba typy použitých diod je uvedena v obrázcích 3.7 a 3.8. V obrázcích 3.9 a 3.10 je vynesena závislost fotonového toku, vypočítaného pro hodnotu typické vlnové délky záření příslušné LED diody na napětí na zdroji.



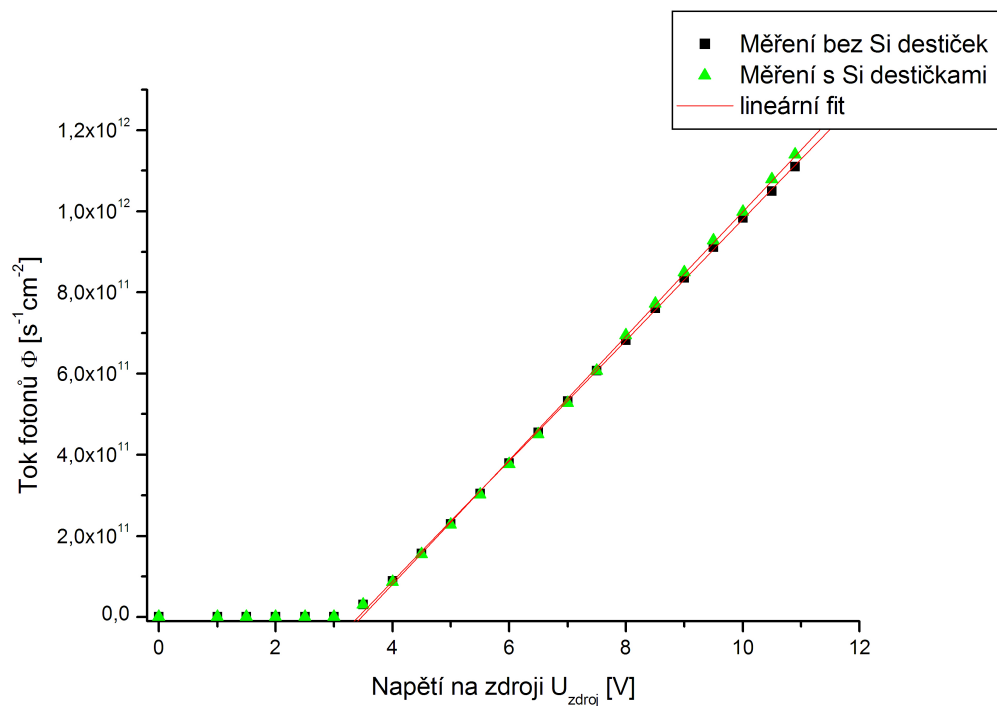
Obrázek 3.7 Graf závislosti světelného výkonu na napětí na zdroji záření pro diodu *L3989* s typickou vlnovou délkou 830nm



Obrázek 3.8 Graf závislosti světelného výkonu na napětí na zdroji záření pro diodu *LED405* s typickou vlnovou délkou 405nm



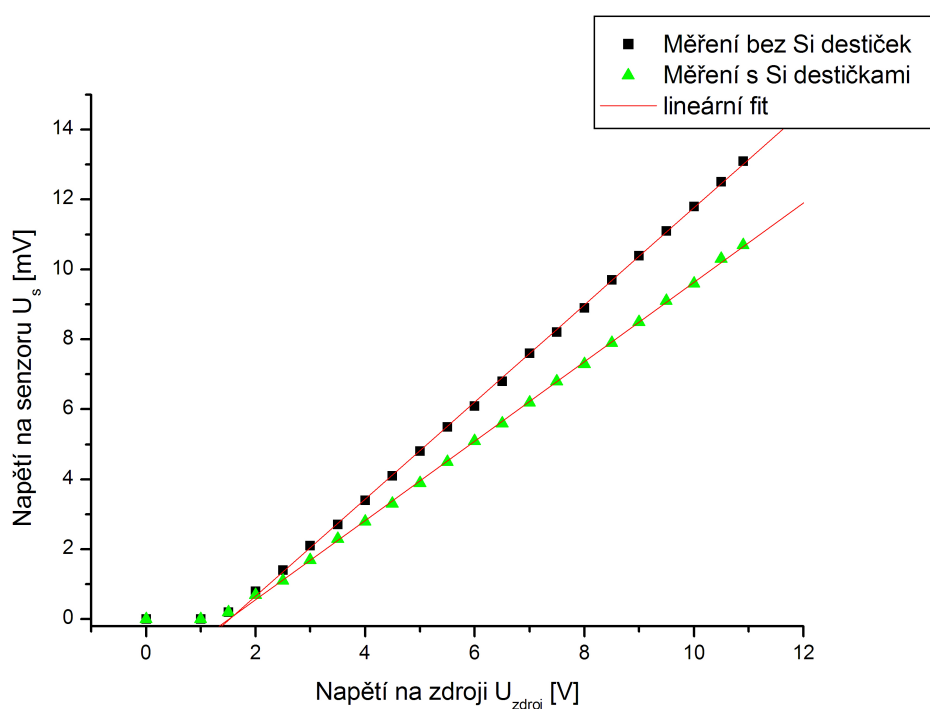
Obrázek 3.9 Graf závislosti toku fotonů na napětí na zdroji záření pro diodu *L3989* s typickou vlnovou délkou 830nm



Obrázek 3.10 Graf závislosti toku fotonů na napětí na zdroji záření pro diodu *LED405* s typickou vlnovou délkou 405nm

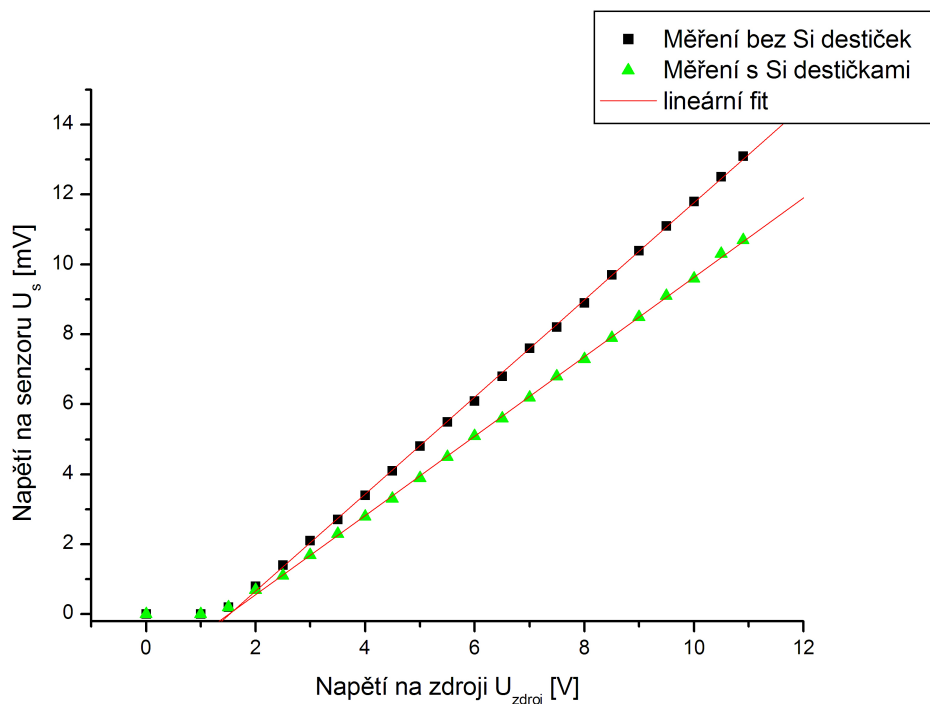
Je vidět, že od určitého mezního napětí je závislost lineární, což odpovídá světelným charakteristikám luminiscenčních diod. Jelikož diody nesvítí přímo do centra sondy, ale jsou rozmístěny po obvodu detektoru, dostává se tedy světlo do místa měření mnohonásobným odrazem na krystalu. To bylo zahrnuto do měření kalibrace diod.

Zároveň byla naměřena závislost napětí na detektoru, jímž byla křemíková fotodioda, na napětí na zdroji záření a je uvedena v obrázcích 3.11 a 3.12



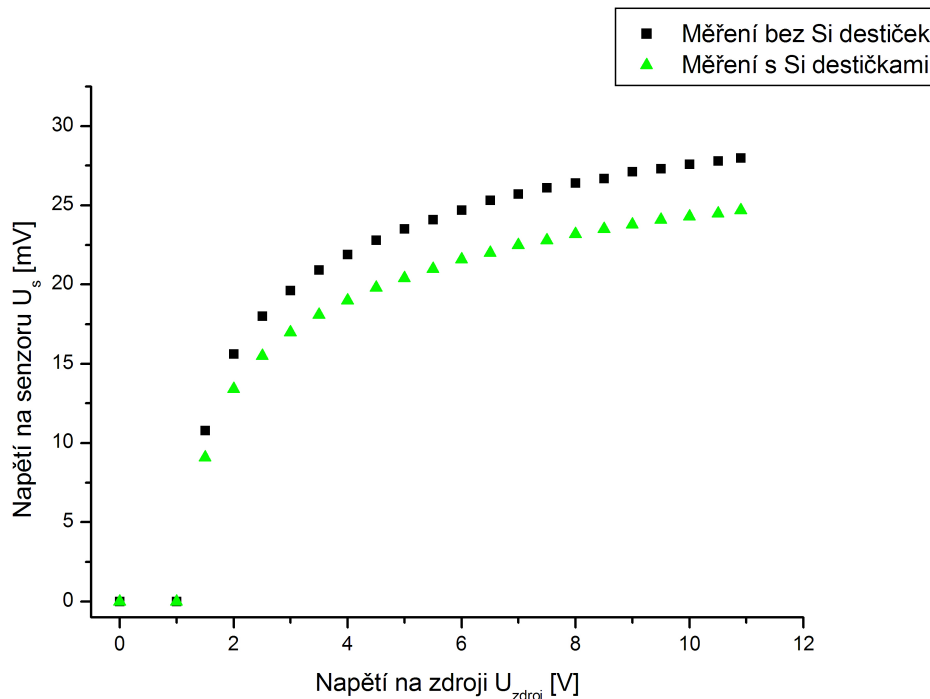
Obrázek 3.11 Graf závislosti napětí na fotodiodě jako senzoru na napětí na zdroji záření pro diodu L3989 s typickou vlnovou délkou 830nm

Bylo zjištěno, že při nízkých napětích je fotodioda jako detektor velmi nepřesná. Pokud budeme tedy chtít určit závislost odezvy signálu na zdroji záření, v nižších hodnotách napětí, je nutno použít jiný, citlivější detektor.



Obrázek 3.12 Graf závislosti napětí na fotodiodě jako senzoru na napětí na zdroji záření pro diodu *LED405* s typickou vlnovou délkou 405nm

Z tohoto důvodu jsme zkoumali možnost použití vzorku CdTe se zlatými kontakty, kde měřený signál vznikl v důsledku fotovoltaického jevu. Výhodou tohoto vzorku je větší citlivost v blízkém infračerveném spektru, naopak pro měření ve vyšších frekvencích světla je citlivost menší. Proto byly závislosti, které jsou uvedeny v obrázku 3.13, naměřeny pouze pro diody *L3989*.



Obrázek 3.13 Graf závislosti napětí na vzorku CdTe na zdroji záření pro diodu *L3989* s typickou vlnovou délkou 830nm

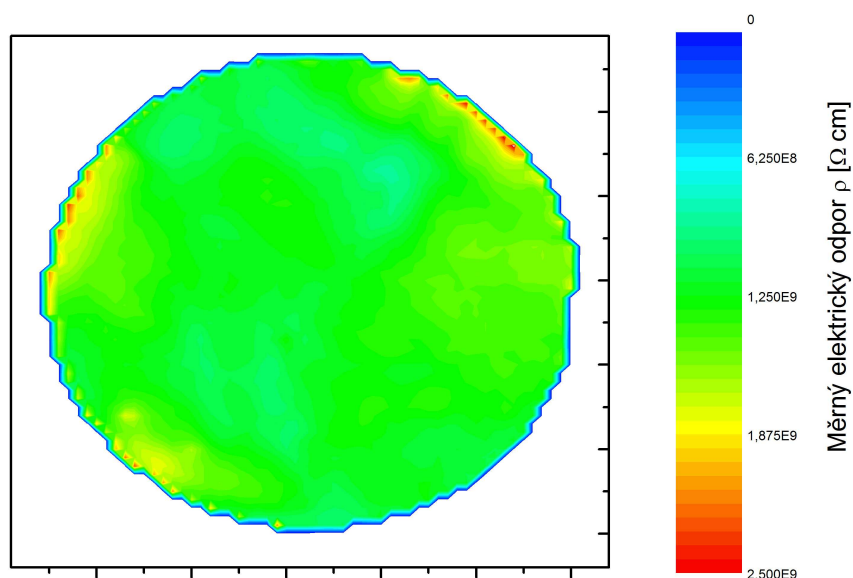
Při malém přiloženém napětí je vidět větší citlivost vzorku, i když není lineární. Větší napětí na zdroji záření, tedy větší intenzita záření, má za následek saturaci vzorku, tedy jen malou změnu napětí na vzorku při změně intenzity záření.

4. Výsledky a diskuse

4.1 Mapování měrného elektrického odporu a fotovodivosti

Pro mapování měrného elektrického odporu byl použit kruhový vzorek CdTe *E29E* s poloměrem $r = 24\text{mm}$ a tloušťkou $2880\mu\text{m}$. V softwaru byla použita řádkovací metoda snímání s rozlišením 64×64 pixelů, což znamená, že byly na krystalu naměřeny body se vzdáleností $0,86\text{mm}$. Rozlišení je také omezeno konečným rozměrem snímací sondy, které je 1mm v průměru. Pro rozměr krystalu je tedy rozlišení dostatečné.

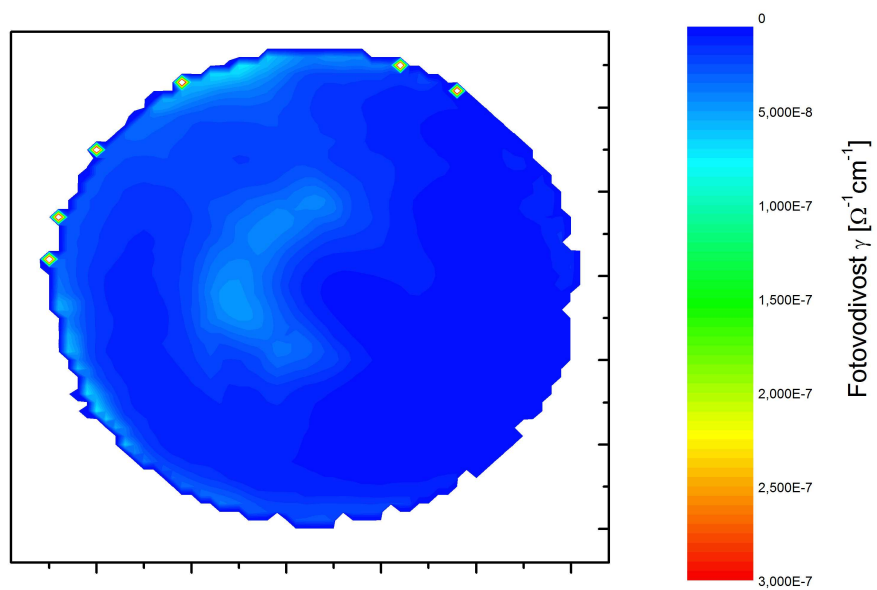
Nejprve byla naměřena mapa měrného odporu vzorku, tedy krystal nebyl osvětlený.



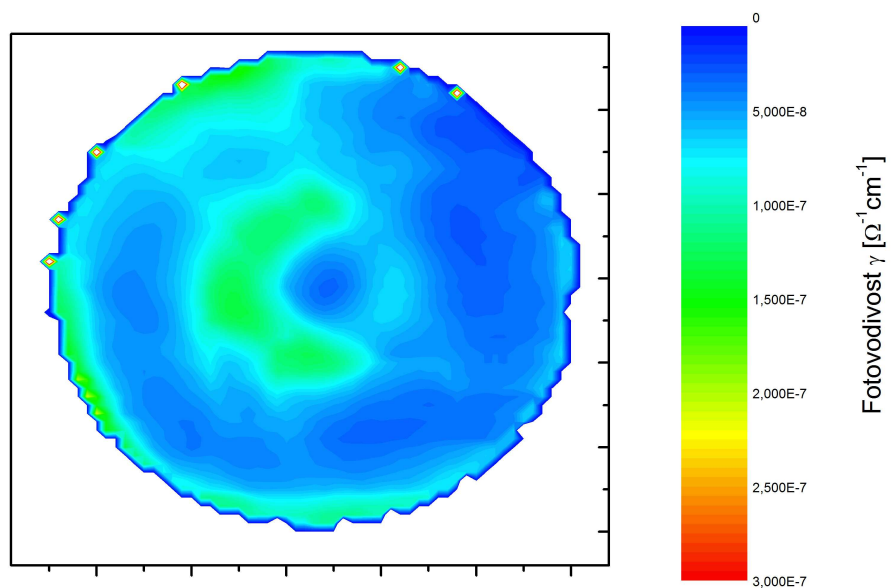
Obrázek 4.1 Topogram měrného elektrického odporu vzorku *E29E* s poloměrem $r = 24\text{mm}$

Dále byly naměřeny topogramy krystalu při různém osvětlení a zároveň při jednom osvětlení byly naměřeny mapy bez a s obložením krystalu křemíkovými deskami. Při napětí na zdroji záření nižším než 3 volty je fotovodivost krystalu nepatrná, větší změny jsou vidět v lineární části závislosti elektronového toku záření na zdroji napětí.

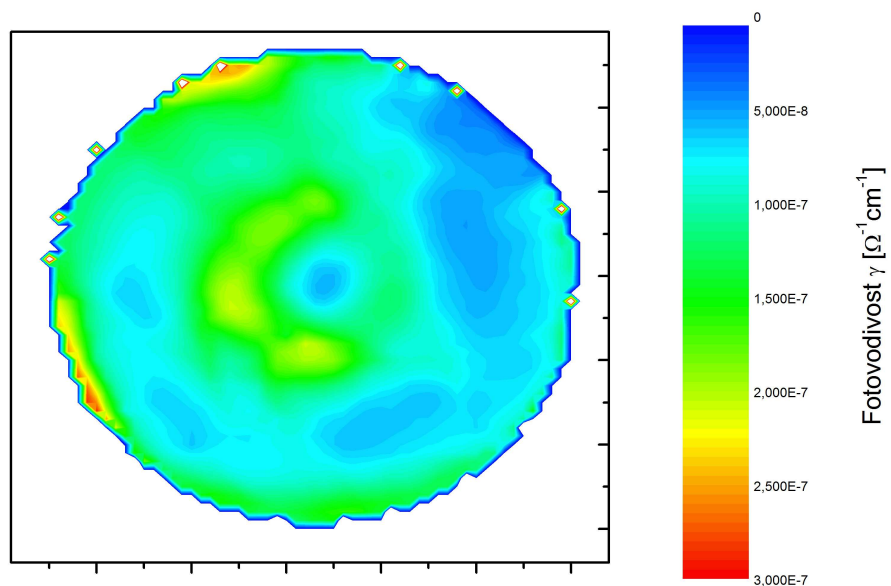
Topogramy fotovodivosti v závislosti na osvětlení krystalu byly naměřeny s krokem velikosti napětí 1 volt v celém rozsahu, který regulátor napětí dovolí, tedy od 0,76 do 10,9 voltů.



Obrázek 4.2 Topogram fotovodivosti při osvětlení s napětím na zdroji 3V, světelný výkon diod $2,5 \text{nW} \cdot \text{cm}^{-2}$, vzorek E29E s poloměrem $r = 24 \text{mm}$



Obrázek 4.3 Topogram fotovodivosti při osvětlení s napětím na zdroji 6V, světelný výkon diod $7 \text{nW} \cdot \text{cm}^{-2}$, vzorek E29E s poloměrem $r = 24 \text{mm}$



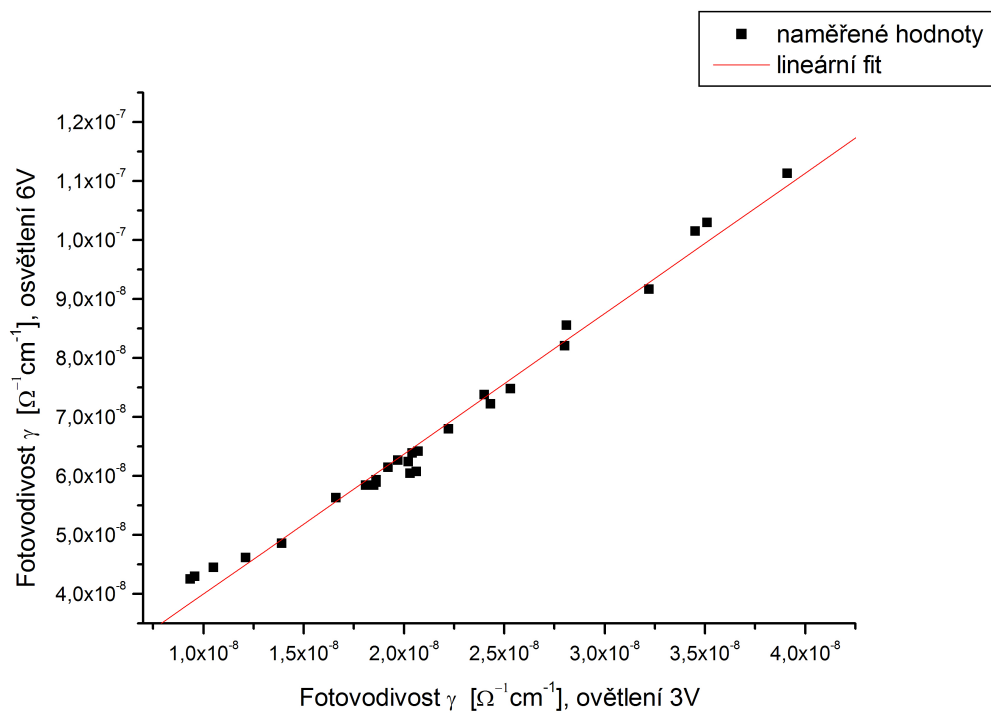
Obrázek 4.4 Topogram fotovodivosti při osvětlení s napětím na zdroji 9V, světelný výkon diod $11,7\text{nW}\cdot\text{cm}^{-2}$, vzorek E29E s poloměrem $r = 24\text{mm}$

Z topogramů je vidět, že při vyšším napětí, tedy větším fotonovém toku je v lineární části úměrně větší i fotovodivost, jak bylo předpokládáno.

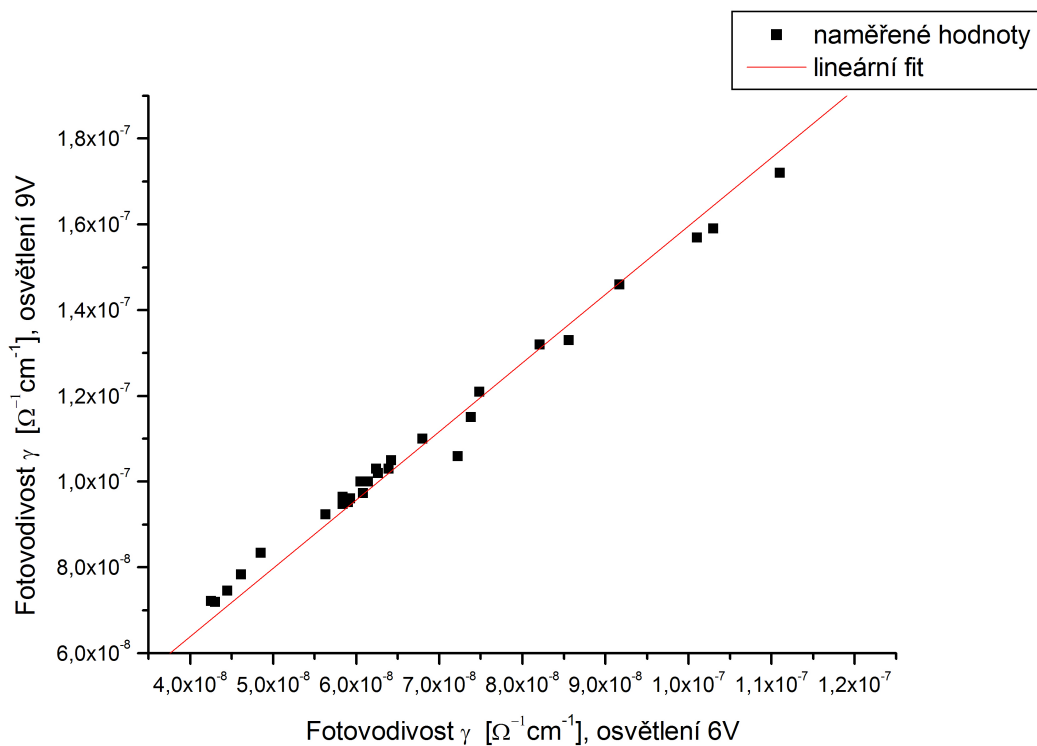
Zároveň byla v obrázcích 4.5 a 4.6 vynesena závislost fotovodivosti mezi jednotlivými měřeními, tedy korelační křivka. Závislost byla měřena při různých osvětleních, ale také na různých místech krystalu CdTe. Jak je z obrázků vidět, jsou mezi sebou měření v rámci nepřesnosti korelovaná.

Naměřené hodnoty v obrázku 4.5 byly proloženy přímkou s předpisem $y = 1,617 \cdot 10^{-8} + 2,379 \cdot x$.

Totéž bylo provedeno v obrázku 4.6 s předpisem $y = 1,085 \cdot 10^{-8} + 1,445 \cdot x$. S rostoucím osvětlením tedy dochází ke snížení odezvy na dopadající záření, což je v souladu s výsledky měření fotovoltaického jevu na jiném vzorku CdTe (Obrázek 3.13).



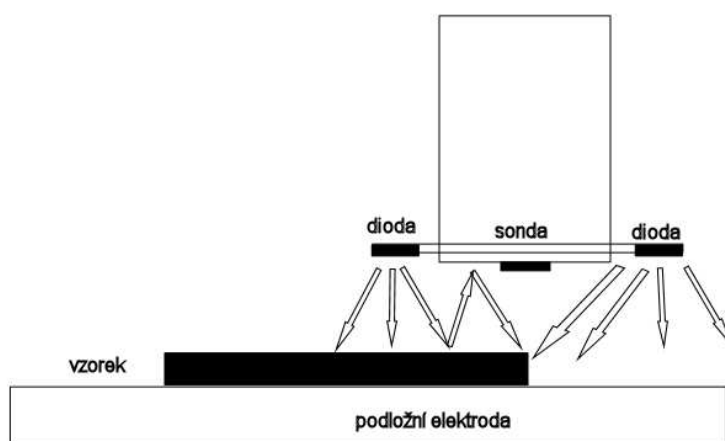
Obrázek 4.5 Korelační křivka fotovodivosti mezi měřeními s napětím na osvětlení 3V a 6V



Obrázek 4.6 Korelační křivka fotovodivosti mezi měřením s napětím na osvětlení 6V a 9V

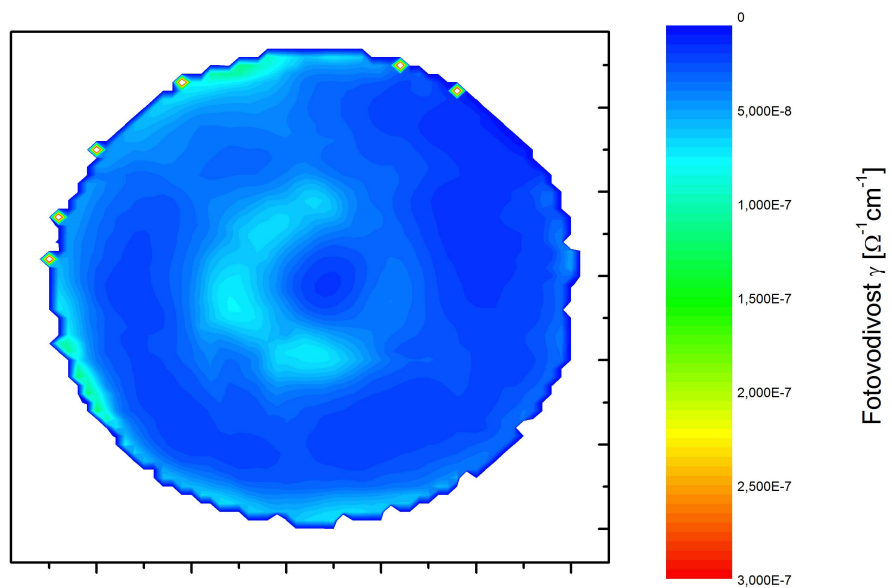
4.2 Odrazivost při měření fotovodivosti

Z topogramů závislosti fotovodivosti krystalu na osvětlení je vidět, že okraje krystalu vykazují větší odpor a fotovodivost než jejich okolí v krystalu. Toto může být způsobeno mechanickými vlastnostmi na okrajích vzorku, např. narušením krystalické mřížky při úpravě krystalu, zároveň je to ale způsobeno i odrazovými efekty světla na okrajích vzorku. Vzhledem k tomu, že je sonda kruhového profilu a diody jsou umístěny po obvodu tohoto kruhu, jsou při měření okraje krystalu dvě diody nad krystalem a dvě jsou již mimo plochu krystalu, jak ukazuje obrázek 4.7.

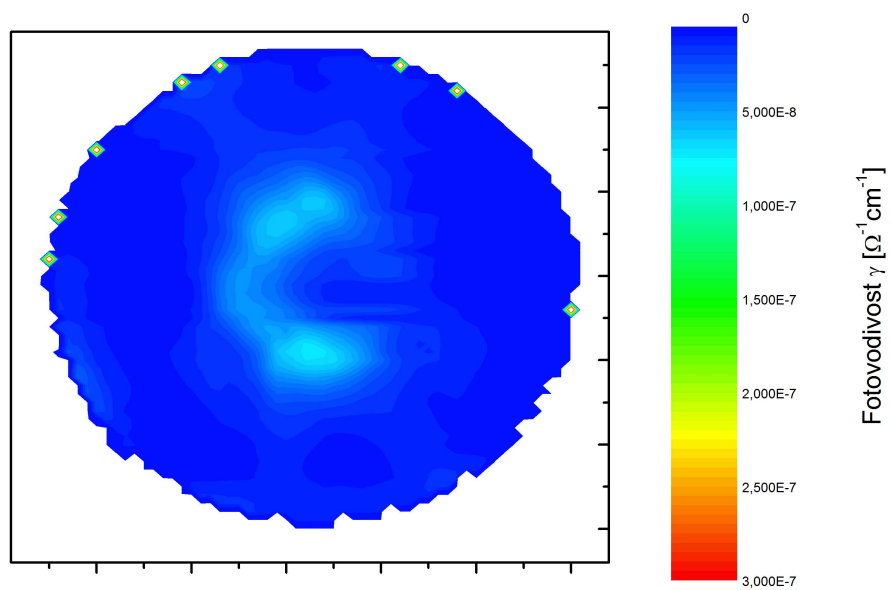


Obrázek 4.7 Schéma polohy zdroje záření při měření okrajů

Dvě diody svítí na vzorek stejně jako při měření většiny bodů krystalu, naopak dvě svítí na krystal ze strany. Celkově na vzorek může dopadat více záření než při měření ostatní plochy krystalu, proto byl krystal obložen křemíkovými deskami s menší odrazivostí než okolí v měřícím přístroji, tedy snižujícími fotonový tok dopadající na krystal.

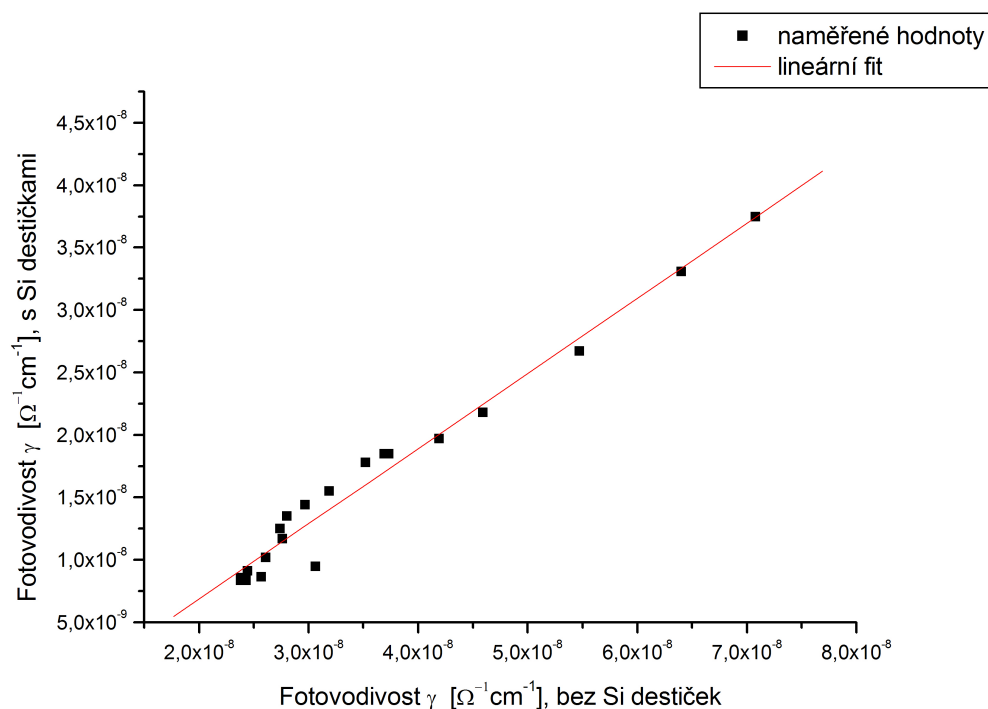


Obrázek 4.8 Topogram fotovodivosti při osvětlení s napětím na zdroji 4V, světelný výkon diod $4\text{nW}\cdot\text{cm}^{-2}$, vzorek E29E s poloměrem $r = 24\text{mm}$



Obrázek 4.9 Topogram fotovodivosti při osvětlení z napětím na zdroji 4V, světelný výkon diod $4\text{nW}\cdot\text{cm}^{-2}$, vzorek E29E s poloměrem $r = 24\text{mm}$, s obložením vzorku křemíkovými deskami

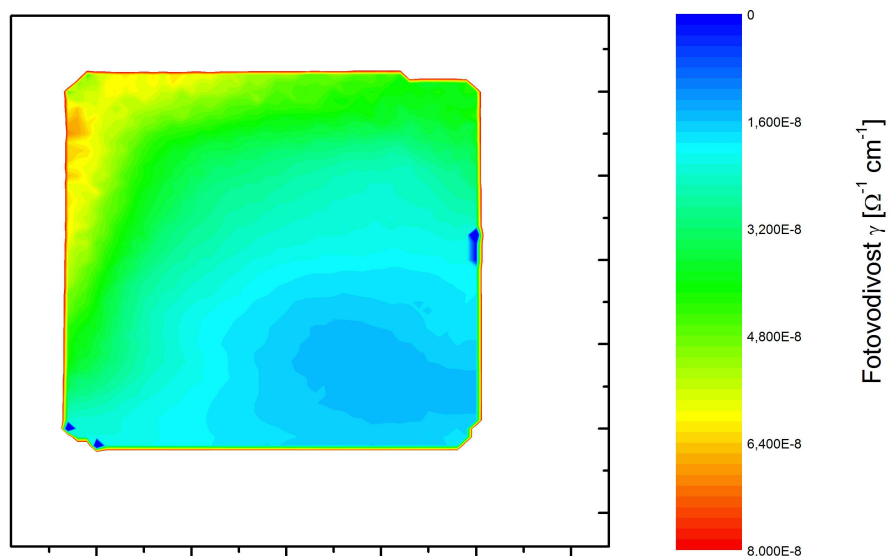
Z topogramů na obrázcích 4.8 a 4.9 je vidět, že při obložení krystalu křemíkovými deskami se sníží fotovodivost způsobená odrazovými efekty na okrajích vzorku. Celkově ale je snížení fotovodivosti velice malé, odrazové efekty na okrajích tedy nebudou při měření fotovodivosti metodou časové odezvy signálu významné.



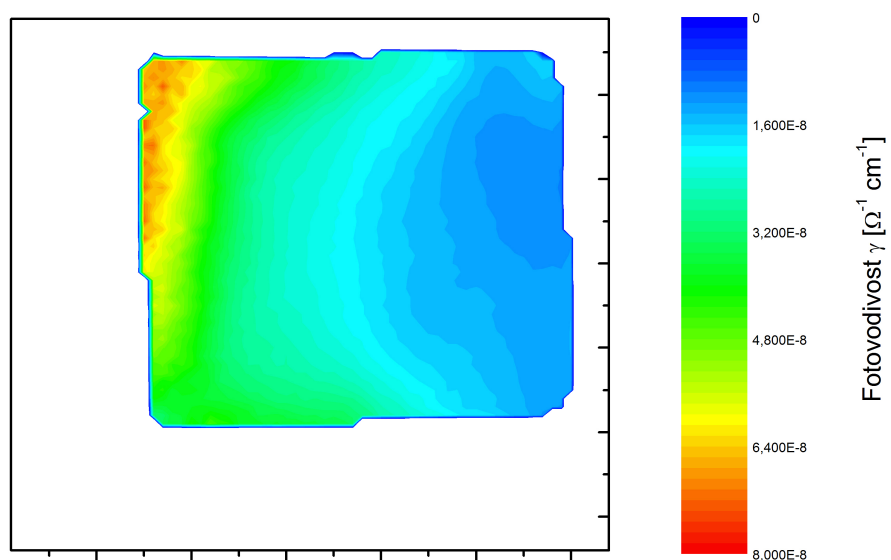
Obrázek 4.10 Korelační křivka fotovodivosti mezi měřením s napětím na osvětlení 4V s Si destičkami a bez Si destiček

Z korelační křivky, která je proložena přímkou s předpisem $y = -5,167 \cdot 10^{-9} + 0,601 \cdot x$, uvedené v obrázku 4.10 je vidět, že i měření s Si destičkami a bez Si destiček jsou v rámci nepřesnosti dobře korelovány.

Zároveň byly naměřeny topogramy měrného elektrického odporu vzorku E46F45 v různých orientacích. Původní orientace krystalu byla při druhém měření pootočena o 90 stupňů.



Obrázek 4.11 Topogram fotovodivosti při osvětlení s napětím na zdroji 2V, světelný výkon diod $0,9\text{nW}\cdot\text{cm}^{-2}$, vzorek *E46F45* s rozměry $11\times 11\text{mm}^2$

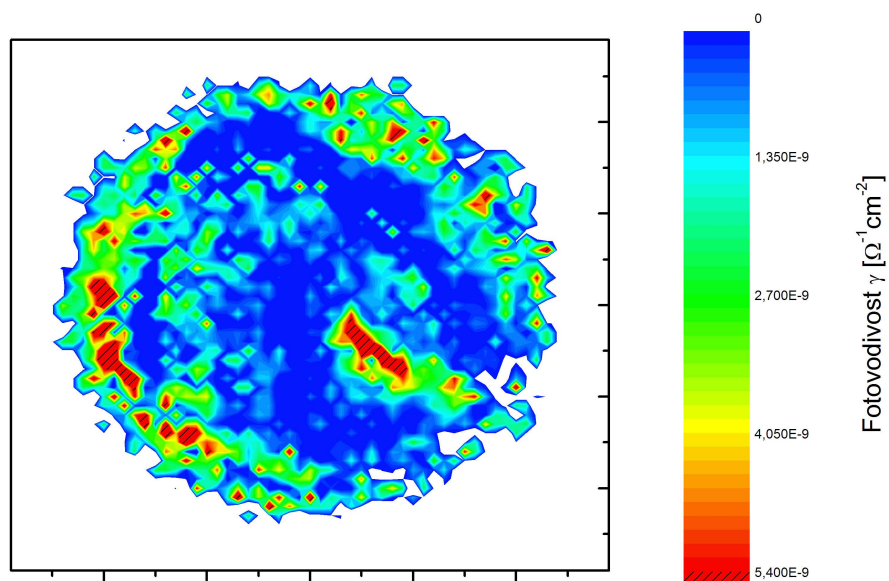


Obrázek 4.12 Topogram fotovodivosti při osvětlení s napětím na zdroji 2V, světelný výkon diod $0,9\text{nW}\cdot\text{cm}^{-2}$, vzorek *E46F45* s rozměry $11\times 11\text{mm}^2$, pootočený o 90 stupňů

Z topogramů je vidět, že základní rozložení odporu při osvětlení v obou orientacích je podobné. Určitý vliv změny orientace vzorku vůči osvětlovacím diodám je patrný. Maximální hodnota fotovodivosti v pootočené orientaci je asi o 15% vyšší. To může být způsobeno ne zcela rovnoměrným ozářením ze 4 diod v o-kroužku. Budoucím řešením tohoto problému je zvýšení počtu diod v o-kroužku.

Dokonalé podmínky měření by byly, kdyby zdroj světla byl homogenní a světlo by dopadalo rovnou do místa měření vzorku. Nejlepší umístění zdroje světla by bylo přímo do tubu měřicí sondy.

Toho bylo dosaženo na měřicí aparatuře ve Freiburger Materialforschungszentrum, kde byla luminiscenční dioda umístěna seshora do tubu měřicí sondy a záření se přímo i odrazy dostávalo na místo měření. Jako zdroj záření byla použita infračervená LED dioda a krystal byl naměřen s rozlišením 60x60 pixelů.



Obrázek 4.13 Topogram fotovodivosti , vzorek E29E s poloměrem $r = 24mm$, měření ve Freiburger Materialforschungszentrum s proudem na diodě 40mA

V obrázku 4.13 je vidět, že i když bylo diodou svíceno doprostřed měřícího bodu, na krystal dopadá méně světla než při měření na přístroji COREMA-WT s osvětlením. To může být způsobeno špatnou fokusací záření a odrazy v tubu sondy. Malé osvětlení měřeného bodu krystalu způsobuje nepřesnost měření, která je výrazně vidět na okrajích vzorku, kde se projevují odrazové efekty. Zároveň byl počítačový software zpracovávající naměřená data jiný, každý bod krystalu byl měřen přesně jednu sekundu a pokud v měření nastala chyba, uvedl software hodnotu měrného elektrického odporu $4,11 \cdot 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$. Celkový signál je výrazně nižší než v případě měření na aparatuře v Praze.

5. Závěr

Pro přístroj COREMA-WT byl postaven zdroj záření sestávající se ze čtyř luminiscenčních diod umístěných na o-kroužku, který se dá upevnit na tubus sondy měřícího přístroje a je napájen akumulátorem *Panasonic LC-R127R2PG*. Aby bylo možné měnit intenzitu záření luminiscenčních diod, byl zároveň sestaven regulátor napětí v rozsahu od 0,76V do 10,9V. Byly použity dva typy diod pro zdroj záření, a to L3989 s typickou vlnovou délkou 830nm a LED405 s typickou vlnovou délkou 405nm, každý typ na jednom o-kroužku.

Kalibrace zdroje záření byla provedena naměřením závislosti světelného výkonu diod P na napětí na zdroji, který byl pro typickou vlnovou délku LED diody přepočítán na fotonový tok Φ . Zároveň byly naměřeny závislosti napětí na senzoru, kterým byla křemíková fotodioda a na vzorku CdTe se zlatými kontakty, kde měřený signál vznikl v důsledku fotonvoltaického jevu, na napětí na zdroji záření.

Pro vzorek E29E, který byl kruhový s poloměrem $r = 24\text{mm}$, bylo naměřeno několik topogramů fotovodivosti (obrázek 4.2, 4.3 a 4.4) při různé velikosti dopadajícího záření, tedy při různých napětích na zdroji záření. Mezi jednotlivými měřeními byla vynesena závislost fotovodivosti při jednom osvětlení na fotovodivosti při jiném napětí na zdroji záření.

Jelikož se pro sestavený zdroj záření objevují při měření fotovodivosti na okrajích vzorku odrazové jevy, byl vzorek obložen křemíkovými deskami, které mají menší odrazivost a snižují tak fotonový tok dopadající na vzorek, a naměřený

topogram byl porovnán s topogramem bez obložení vzorku křemíkovými deskami, kde bylo zjištěno, že se odrazové efekty na okrajích vzorku sníží.

Vzorek E46F45 byl zmapován ve dvou orientacích, aby bylo zjištěno, zda má orientace vzorku vliv při měření fotovodivosti. Oba topogramy vzorku E46F45 byly shodné, ale určitá změna velikosti fotovodivosti byla naměřena, což mohlo být způsobeno nerovnoměrným ozářením ze zdroje záření.

Měření fotovodivosti na vzorku E29E bylo opakováno na měřícím přístroji v Freiburger Materialforschungszentrum, kde byla luminiscenční dioda umístěna uvnitř tubu sondy a záření dopadalo přímo do místa měření. Celkový signál byl výrazně menší než při měření na COREMA-WT.

6. Přehled literatury

- [1] P.A. Tove, M. Slapa, Rev. Phys. Appl. Tome 12 (1977) 349.
- [2] J.E. Toney, B.A. Brunett, T.E. Schlesinger, IEEE Trans.Nucl. Sci 44/4 (1997) 1684.
- [3] Y.Cui, M.Groza, G.W.Wright, U.N.Roy, A.Burger, L.Li, F.Lu, M.A.Black, R.B.James, Journal of Electronic Materials 35 (2006), 1267
- [4] B.E.A. Teich, M.C.Teich, Základy fotoniky 3, Matfyzpress (1995)
- [5] R. Stibal, J. Windscheif, W. Jantz, Semicond. Sci. Technol. 6 (1991) 995-1001