

Seznam úloh na celý školní rok (podzimní i jarní semestr)

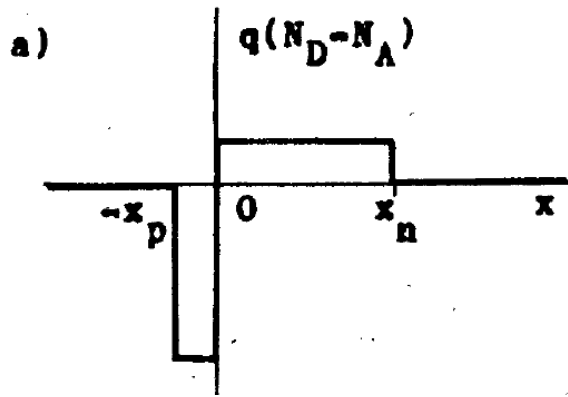
1. Voltampérové charakteristiky p-n přechodů (A. Dubroka, budova 6)
2. A) Ramanova spektroskopie (P. Klenovský)
B) Elektronová mikroskopie (P. Mikulík)
3. Infračervená spektroskopie pevných látek (F. Münz)
4. Rekombinace nadbytečných nositelů proudu v polovodičích, doba života nositelů.
(A. Dubroka, budova 6)
5. Feroelektrické vlastnosti pevných látek (A. Dubroka, budova 6).
6. A) Absorpční hrana polovodičů (F. Münz)
B) Měření aktivační energie tvorby vakancí v kovech (A. Dubroka, budova 6)
7. Elektrická vodivost, Hallův koeficient a magnetorezistance polovodiče
(A. Dubroka, budova 6)
8. Rentgenové studium strukturních vlastností multivrstev (O. Čaha)
9. Kerrova rotace na magnetických kovech (A. Dubroka, budova 6)
10. Technologie přípravy rezistoru a kondenzátoru na křemíkové desce (P. Mikulík)

- Jedna úloha na dva týdny s výjimkou úloh 2A,B a 6A,B.

- úloha 10 se měří mimo rozpis na konci semestru

Úlohy 2A, 2B, 3, 6A), 8 a 10 se měří vždy až po domluvě s příslušným učitelem před měřením.

Voltampérové charakteristiky p-n přechodů



Hustota náboje na strmém p-npřechodu

Proud ideální diodou $I = I_s (e^{qU/k_B T} - 1)$

Saturační proud je úměrný ploše A a hustotě proudu j_s $I_s = A j_s$

$$j_s = q \left(\frac{D_p}{\tau_p} \right)^{1/2} \frac{n_i^2}{N_D} + q \left(\frac{D_n}{\tau_n} \right)^{1/2} \frac{n_i^2}{N_A}$$

kde n_i je intrinsická koncentrace nositelů náboje
(vzniklá díky tepelné excitaci přes zakázaný pás E_g)

$$n_i^2 = N_c N_v e^{-E_g/k_B T}$$

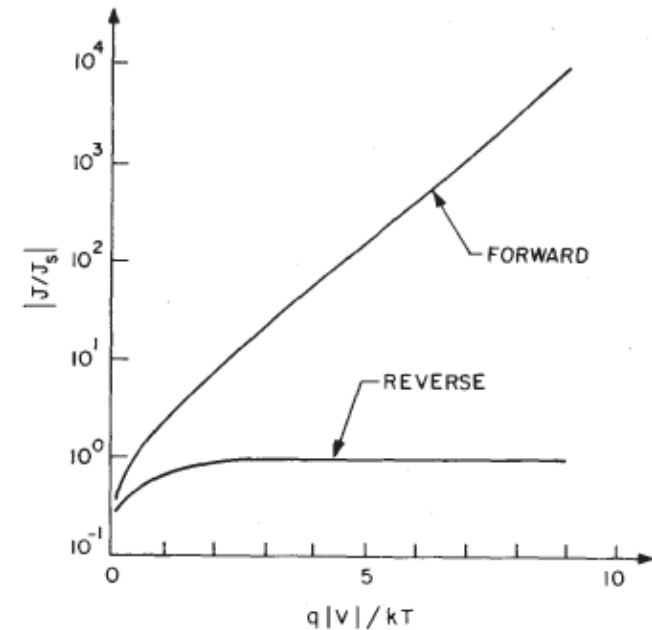
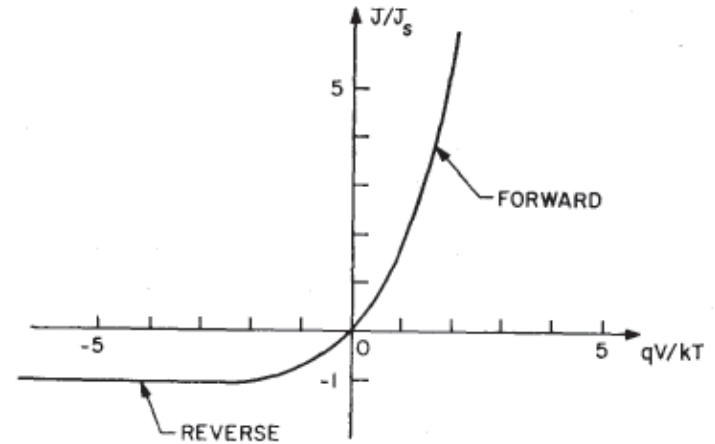
Hustota stavů ve valenčním, vodivostním páse $N_{c,v} = 2(2\pi m_{p,n} k_B T h^{-2})^{3/2}$

Pro velké napětí v závěrném směru je $I = -I_s$

VA charakteristika ideální diody

Proud ideální diodou $I = I_s (e^{qU/k_B T} - 1)$

Pro velké napětí v závěrném směru je $I = -I_s$



VA charakteristika reálné (Si) diody

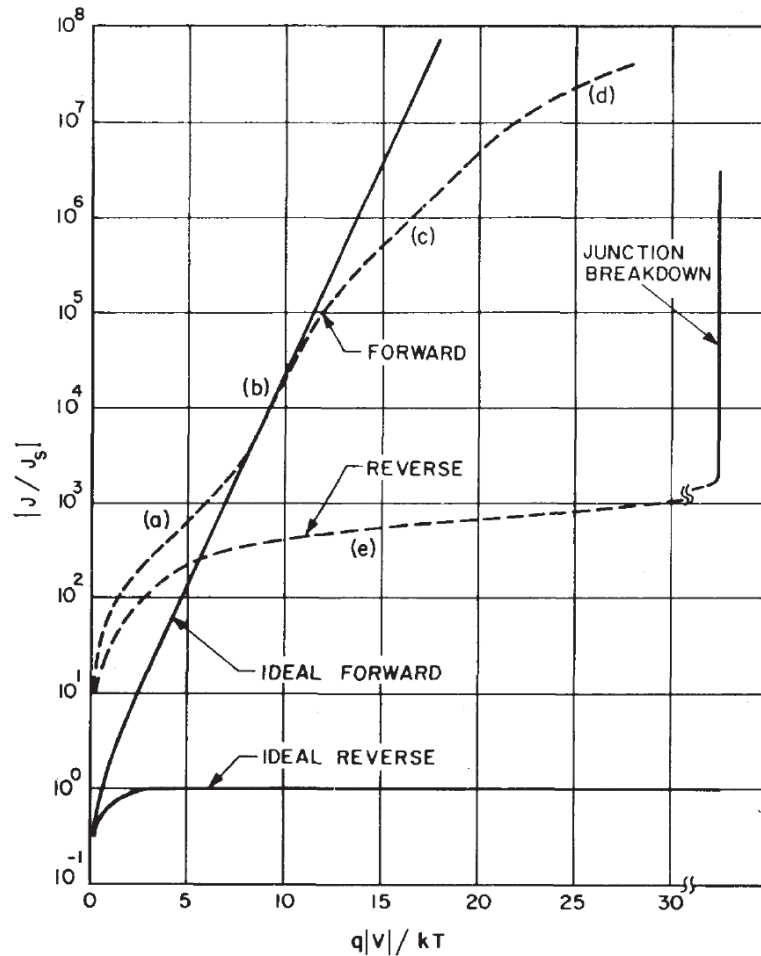


Fig. 18 Current-voltage characteristics of a practical Si diode
 (a) generation-recombination current region
 (b) diffusion current region
 (c) high-injection region
 (d) series resistance effect
 (e) reverse leakage current due to generation-recombination and surface effect.
 (After Moll, Ref. 3.)

(b) Ideální dioda : $I = I_s (e^{qU/k_B T} - 1)$

(a), (c) oblast generačního proudu, resp. silné injekce:

$$I = I_s (e^{qU/2k_B T} - 1)$$

(d): oblast vlivu sériového odporu R_s

$$I = I_s (e^{q(U - IR_s)/2k_B T} - 1)$$

Doporučení: fitujte ne hodnoty I , ale $\log(i)$ - chyby měření jsou zde logaritmické

přístroje Source meter Keithley 2450



zemění pro stínění kabelů

Force: proudové kontakty
sense: napěťové kontakty
Hi-Low: polarita

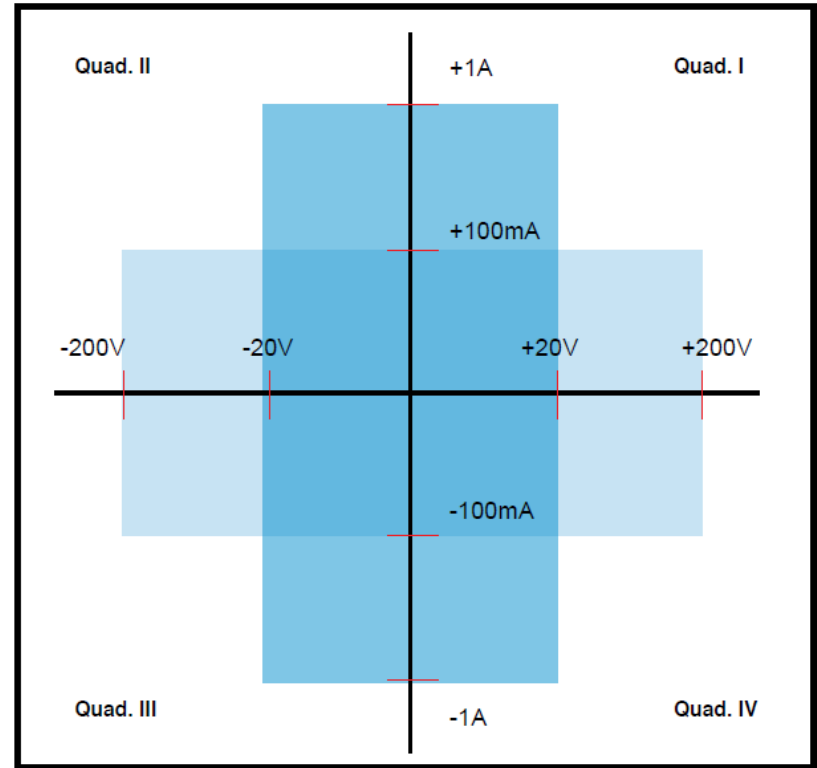
- zdroj napětí ± 200 V, v praktiku max ± 40 V
- omezený proud na max ± 1 A, celkově výkon max 20W – to už dokáže spálit řadu součástek. **Pozor na maximální používaný výkon. Typicky používáme max 1W.**
- manuální nastavení napětí (vhodné pro zvolení rozumného měřicího rozsahu)
programovatelné ovládání počítačem přes USB port
- přiložený kompletní manuál

Source meter Keithley 2450

Fourth-Generation, All-in-One SMU Instrument

The 2450 is the fourth-generation member of Keithley's award-winning SourceMeter family of SMU instruments and leverages the proven capabilities of the Model 2400 SourceMeter SMU Instrument. It offers a highly flexible, four-quadrant voltage and current source/load coupled with precision voltage and current meters. This all-in-one instrument can be used as a:

- Precision power supply with V and I readback
- True current source
- Digital multimeter (DCV, DCI, ohms, and power with 6½-digit resolution).
- Precision electronic load
- Trigger controller



2450 power envelope.

kvadrant I a III: měření pasivních součástek (které absorbují energii)

kvadrant II a IV: měření aktivních součástek, např. zdrojů (které generují energii)

specifikace Source meter Keithley 2450

Voltage Specifications^{1,2}

Source				Measure ³		
Range	Resolution	Accuracy (23° ± 5°C) 1 Year ±(% setting + volts)	Noise (RMS) (<10Hz)	Resolution	Input Resistance	Accuracy (23° ± 5°C) 1 Year ±(% rdg. + volts)
20.00000 mV	500 nV	0.100% + 200 μV	1 μV	10 nV	>10 GΩ	0.100% + 150 μV
200.0000 mV	5 μV	0.015% + 200 μV	1 μV	100 nV	>10 GΩ	0.012% + 200 μV
2.000000 V	50 μV	0.020% + 300 μV	10 μV	1 μV	>10 GΩ	0.012% + 300 μV
20.00000 V	500 μV	0.015% + 2.4 mV	100 μV	10 μV	>10 GΩ	0.015% + 1 mV
200.0000 V	5 mV	0.015% + 24 mV	1 mV	100 μV	>10 GΩ	0.015% + 10 mV

Current Specifications^{1,2}

Source				Measure ³		
Range	Resolution	Accuracy (23° ± 5°C) ⁴ 1 Year ±(% setting + amps)	Noise (RMS) (<10Hz)	Resolution	Voltage Burden	Accuracy (23° ± 5°C) 1 Year ±(% rdg. + amps)
10.00000 nA ⁵	500 fA	0.100% + 100 pA	500 fA	10 fA	<100 μV	0.100% + 50 pA
100.0000 nA ⁵	5 pA	0.060% + 150 pA	500 fA	100 fA	<100 μV	0.060% + 100 pA
1.000000 μA	50 pA	0.025% + 400 pA	5 pA	1 pA	<100 μV	0.025% + 300 pA
10.00000 μA	500 pA	0.025% + 1.5 nA	40 pA	10 pA	<100 μV	0.025% + 700 pA
100.0000 μA	5 nA	0.020% + 15 nA	400 pA	100 pA	<100 μV	0.020% + 6 nA
1.000000 mA	50 nA	0.020% + 150 nA	5 nA	1 nA	<100 μV	0.020% + 60 nA
10.00000 mA	500 nA	0.020% + 1.5 μA	40 nA	10 nA	<100 μV	0.020% + 600 nA
100.0000 mA	5 μA	0.025% + 15 μA	100 nA	100 nA	<100 μV	0.025% + 6 μA
1.000000 A	50 μA	0.067% + 900 μA	3 μA	1 μA	<100 μV	0.030% + 500 μA

TEMPERATURE COEFFICIENT (0°–18°C and 28°–50°C): ±(0.15 × accuracy specification)/°C.

specifikace Source meter Keithley 2450

Resistance Measurement Accuracy (Local or Remote Sense)^{2,3}

Range	Default Resolution ⁶	Default Test Current	Normal Accuracy (23°C ±5°C) 1 Year, ±(% rdg. + ohms)	Enhanced Accuracy ⁷ (23°C ±5°C) 1 Year, ±(% rdg. + ohms)
<2.000000 Ω ⁸	1 μΩ	User defined	Source I _{ACC} + Meas. V _{ACC}	Meas. I _{ACC} + Meas. V _{ACC}
20.00000 Ω	10 μΩ	100 mA	0.098% + 0.003 Ω	0.073% + 0.001 Ω
200.0000 Ω	100 μΩ	10 mA	0.077% + 0.03 Ω	0.053% + 0.01 Ω
2.000000 kΩ	1 mΩ	1 mA	0.066% + 0.3 Ω	0.045% + 0.1 Ω
20.00000 kΩ	10 mΩ	100 μA	0.063% + 3 Ω	0.043% + 1 Ω
200.0000 kΩ	100 mΩ	10 μA	0.065% + 30 Ω	0.046% + 10 Ω
2.000000 MΩ	1 Ω	1 μA	0.110% + 300 Ω	0.049% + 100 Ω
20.00000 MΩ	10 Ω	1 μA	0.110% + 1 kΩ	0.052% + 500 Ω
200.0000 MΩ	100 Ω	100 nA	0.655% + 10 kΩ	0.349% + 5k Ω
>200.0000 MΩ ⁸	—	User defined	Source I _{ACC} + Meas. V _{ACC}	Meas. I _{ACC} + Meas. V _{ACC}

programování Keithley 2450 přes USB

- komunikace v jazyku Python 3.6
- Je potřeba abyste znali
 - výstup na obrazovku, vstup z klávesnice
 - cykly
 - podmínky
 - uložení do souboru
- na počítači je Win 10 připojený na internet. Pokud něco nevím, tak se zeptám... googlu.

Ovládání experimentu počítačem

- kolik jazyků umíš, tolikrát jsi ...

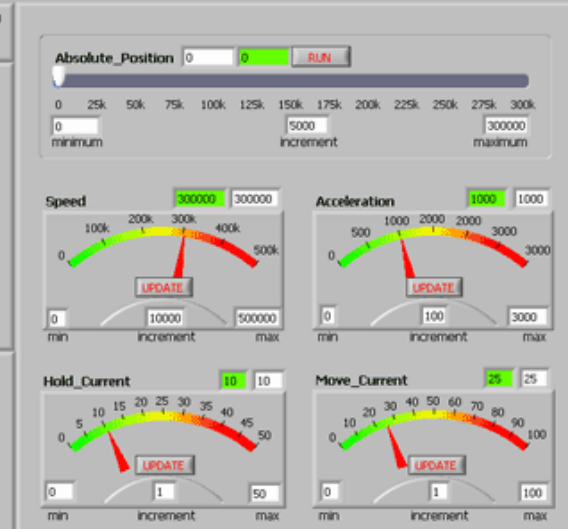
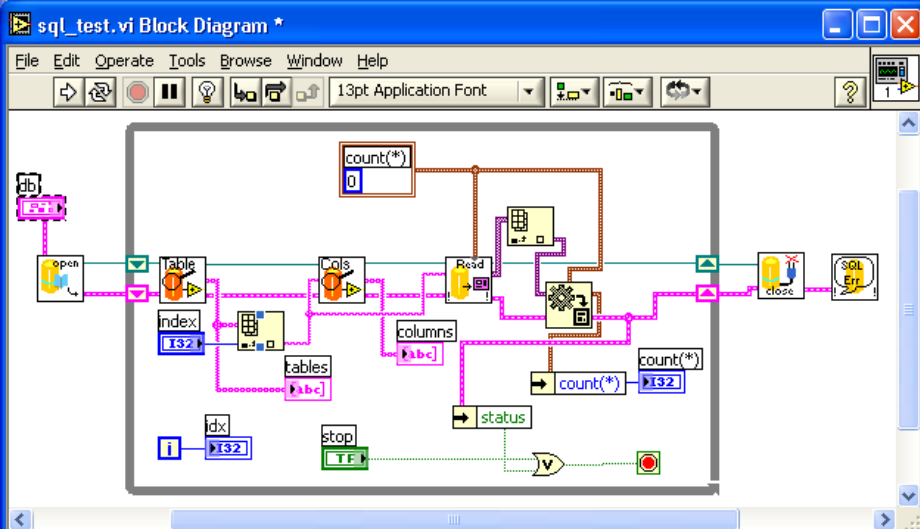
existuje předmět F3300 Řízení experimentu počítačem, doc. Brablec

- nízkourovňové jazyky: c, c++, (a další jako fortran)
 - výhody: velká rychlost, numerická knihovna GSL
 - nevýhody: dlouhý kód, nutnost vytvoření hardwarové komunikace, nepřenositelný mezi platformami
 - rada (některých) zkušených: vyhni se nízkourovňovým jazykům pro ovládání experimentu, resp. kombinuj vysokoúrovňový a nízkourovňový jazyk
 - grafické prostředí Qt je ke stazení (nekomerční licence)
- vysokoúrovňové jazyky:
 - python:
 - interpretovaný jazyk, tedy univerzálnější ale pomalejší
 - důraz na jednoduchost
 - velké množství dobře dokumentovaných utilit pro komunikaci s hardwarem
 - přenositelný mezi platformami, ale potřebuje instalaci pythonu
 - často používaný v praxi
 - velké numerické knihovny používané i teoretiky

- vysokoúrovňové jazyky:

- LabView

- komerční jazyk speciálně vyvinut na ovládání experimentu počítačem (National Instruments), cena cca 40 000 Kč.
 - tedy velké množství nástrojů po ruce které se nemusí „shánět“
 - grafické programování G
 - velmi jednoduchá implementace grafického rozhraní
 - obtížné a pomalé pro složitější výpočty, ideálně propojit s nízkoúrovňovým jazykem
 - velmi rozšířený v komerční sféře
 - ... LHC je naprogramováno v LabView



Rozhraní mezi přístrojem a počítačem

- seriový port
- GPIB
- USB
- LAN

Sériový port



- nebo také RS-232
- jeden z nejstarších (založen) a nejjednoduchších způsobů propojení. Standard stále udržován u velké řady přístrojů.
- možnost dokoupit kartu s RS-232 portem pro nové počítače (doporučeno pro rychlost), možnost dokoupit také redukci USB/RS 232
- rychlost přenosu max 115 kb/s, ale standardně méně, typicky 9600 b/s
- komunikace probíhá (většinou) kříženým kabelem, ne prodlužovacím (řečeno v manuálu přístroje)
- řada USB propojení simuluje sériový port

ukázka komunikace přes sériový port v pythonu 2.7

```
#Program na testovani reakce instrumentu na rs232, Keithley 325 teplotni kontroler
import sys
import serial #knihovna pro praci se seriovym portem

# rutina pro posilani RS-232 prikazu
def scpi(msg):
    global ser
    ser.write(msg+"\r\n") #ukonceni slova entrem (/r) a znakem pro novy radek (\n), dane typem pristroje
    return

# main program -----
NoSerPort=2 # COM3
ser=serial.Serial(NoSerPort)
print "Oteviram RS232 port cislo ", NoSerPort+1
#parametry komunikace, dane pristrojem
ser.baudrate=9600
ser.parity = serial.PARITY_ODD
ser.bytesize = serial.SEVENBITS
ser.stopbits = serial.STOPBITS_ONE
ser.xonxoff = 0

# poslani prikazu na odezvu instrumentu "IDN?"
scpi("*IDN?")
#vypsani odpovedi
print "odpoved na *IDN?:", ser.readline()

raw_input('press Enter...') # cekani pred zavrenim obrazovky
ser.close()
```

GPIB (general purpose interface bus)



- GPIB (general purpose interface bus)
- standard založen ~1960, je stále aktualizován a používán
- možnost připojení až 15-30 zařízení na jeden port v počítači
- relativně rychlá komunikace (8Mb/s) vzhledem k RS 232 (typicky ~10kb/s)
- drahá karta (~ 15 kkč)

Hardwarová komunikace přes VISA

- VISA = virtual instruments software architecture
- toto je obecný projekt pro unifikaci komunikace mezi počítačem a přístrojem implementovaný velkými společnostmi [Rohde & Schwarz](#), [Agilent Technologies](#), [Anritsu](#), [Bustec](#), [National Instruments](#), [Tektronix](#) a [Kikusui](#).
- je potřeba nainstalovat balík ovladačů od některé z těchto společností (doporučuji National Instruments, 57 MB)
- v rámci pythonu vznikl interface pyVISA na ovládání tohoto balíku

Ukázka programu pro ovládání Keithley 487 v Python 3.7

příkazy z komunikačního standardu SCPI (standard commands for programmable instruments)
– detaily v Sekci 6 z 2450_901_01_A_Jun_2013_Reference Manual.pdf

```
#Demo pro studenty na nejjednoduchsi ovladani Source Measurement Unit Keithley 2450
import visa
import time
rm = visa.ResourceManager()
res = open("VISAresources.txt",'w')
print ("vypis VISA kompatibilnich portu:", rm.list_resources(), file=res)

keithley = rm.open_resource("USB0::0x05E6::0x2450::04039713::INSTR") #definice objektu keithley s USB adresou
print(keithley.query("*IDN?"))          # mozno testovat, jestli je dobra odezva

keithley.write("CURR:RSEN ON") # nastav ctyrkontaktni mereni proudu
keithley.write("VOLT:RSEN ON") # nastav ctyrkontaktni mereni napeti
#keithley.write(":SENSE:AZERo:ONCE") # proved korekci na nulu
#keithley.write(":SENSE:CURR:AZERo ON") # proved korekci proudu na nulu
#keithley.write(":SENSE:VOLT:AZERo ON") # proved korekci napeti na nulu
keithley.write(":SENSE:CURRent:NPLCycles 1") # Nastav presnost, NPLC 0.01 - 10
Imax=input("Zadej maximalni proud v A bezpecny pro soucastku: ")
Imax=float(Imax)
keithley.write(":SOUR:VOLT:ILIMIT "+str(Imax)) # nastav limit proudu,

keithley.write(":SOUR:VOLT 0.3") # nastav napeti 0.7V
keithley.write(":OUTP ON") # prived napeti na obvod
time.sleep(50e-3)          #pocka (sekund) na ustabilizovani proudu
#
print ("proud je:", keithley.query("MEAS:CURR?")) # precti proud
time.sleep(50e-3) #musi byt prodleva pro cteni pred vypnutim proudu
keithley.write(":OUTP OFF") # Vypni proud z pristroje - bezpecnost pro soucastky
```

syntaxe typu portů VISA (resources)

ENET-Serial INSTR	ASRL[0]::host address::serial port::INSTR
GPIB INSTR	GPIB[board]::primary address[::secondary address][::INSTR]
GPIB INTFC	GPIB[board]::INTFC
PXI BACKPLANE	PXI[interface]::chassis number::BACKPLANE
PXI INSTR	PXI[bus]::device[::function][::INSTR]
PXI INSTR	PXI[interface]::bus-device[.function][::INSTR]
PXI INSTR	PXI[interface]::CHASSISchassis number::SLOTslot number[::FUNCfunction][::INSTR]
PXI MEMACC	PXI[interface]::MEMACC
Remote NI-VISA	visa://host address[:server port]/remote resource
Serial INSTR	ASRLboard[::INSTR]
TCPIP INSTR	TCPIP[board]::host address[::LAN device name][::INSTR]
TCPIP SOCKET	TCPIP[board]::host address::port::SOCKET
USB INSTR	USB[board]::manufacturer ID::model code::serial number[::USB interface number][::INSTR]
USB RAW	USB[board]::manufacturer ID::model code::serial number[::USB interface number]::RAW
VXI BACKPLANE	VXI[board][::VXI logical address]::BACKPLANE
VXI INSTR	VXI[board]::VXI logical address[::INSTR]
VXI MEMACC	VXI[board]::MEMACC
VXI SERVANT	VXI[board]::SERVANT

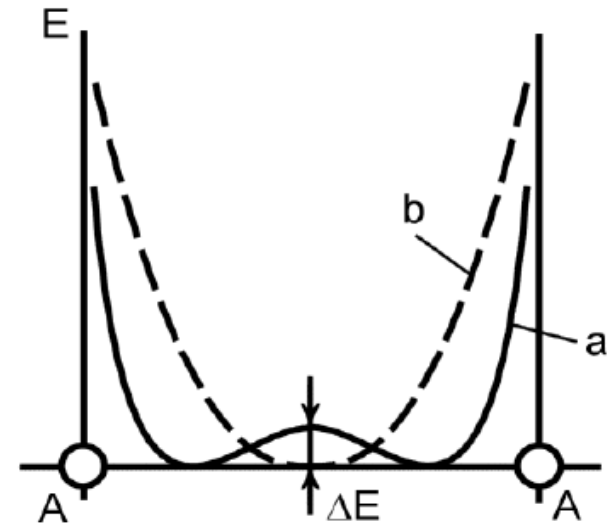
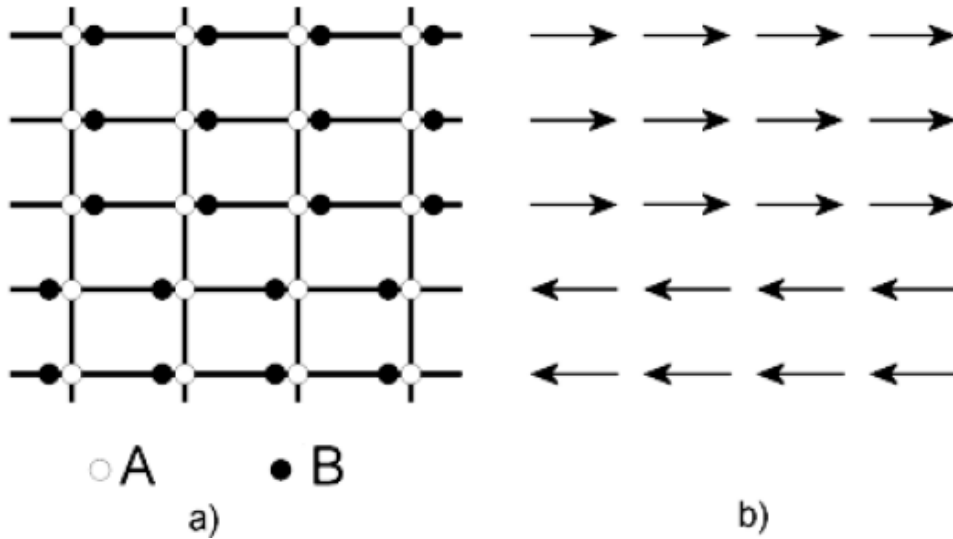
GPIB - GPIB komunikace

ASRL – seriový port (RS-232 nebo RS-485)

PXI keyword - PXI and PCI resources.

TCPIP - Ethernet communication.

Feroelektrické vlastnosti pevných látek



elektrická susceptibilita diverguje blízko kritické teploty T_c a je nad T_c popsána Curie-Weissovým zákonem

$$\chi = \varepsilon_r - 1 = \frac{C}{T - T_c}$$

- susceptibilita $\chi \sim \varepsilon$ má na T_c singularitu

Landauova teorie fázových přechodů druhého druhu

hustota volné energie:
$$F - F_0 = \frac{1}{2} C_1 P^2 + \frac{1}{4} C_2 P^4 + \dots$$

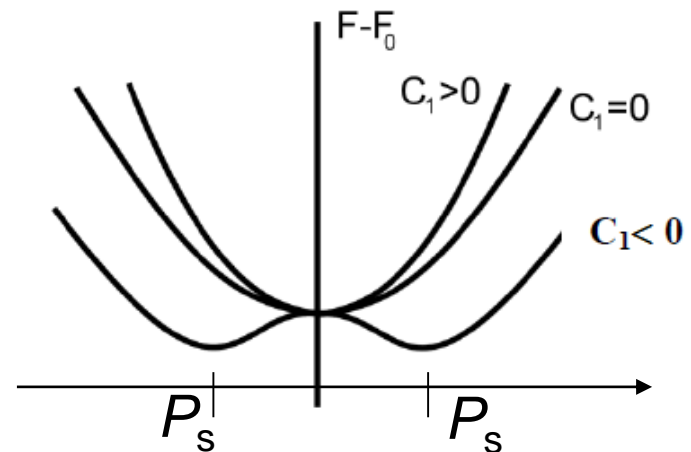
kde P je polarizace dielektrika

- C_1 je teplotně závislé $C_1 = \varepsilon_0(T - T_c)/C$
Předpokládáme, že v malém okolí nad i pod T_c je C_2 konstantní
- získáním konstant C a C_2 získáváme úplnou termodynamickou charakterizaci látky v blízkém okolí T_c – hlavní cíl praktika

podmínka pro rovnováhu:
$$\left. \frac{\partial F}{\partial P} \right|_T = 0 = C_1 P_s + C_2 P_s^3$$

Pro $T > T_c$ je $P_s = 0$

Pro $T < T_c$ je $P_s^2 = -C_1/C_2$



Obr. 4. Rozdíl volné energie polarizovaného a nepolarizovaného krystalu.

Landauova teorie fázových přechodů druhého druhu

Pustíme na to termodynamickou mašinérii...

$$dF = -SdT + EdP$$

$$E = (\delta F / \delta P)_T = C_1 P + C_2 P^3 \qquad 1/\chi = \varepsilon_0 dE / dP$$

Pro $T > T_c$ je $C_1 > 0$ a $E \approx C_1 P$ $1/\chi_a = \varepsilon_0 C_1$

Z Currie-Weissova zákona (který platí nad T_c) $\chi_a = \frac{C}{T - T_c}$ pak získáme $C_1 = \frac{T - T_c}{\varepsilon_0 C}$ a $\frac{1}{\chi_a} = (T_c - T)/C$ je přímka

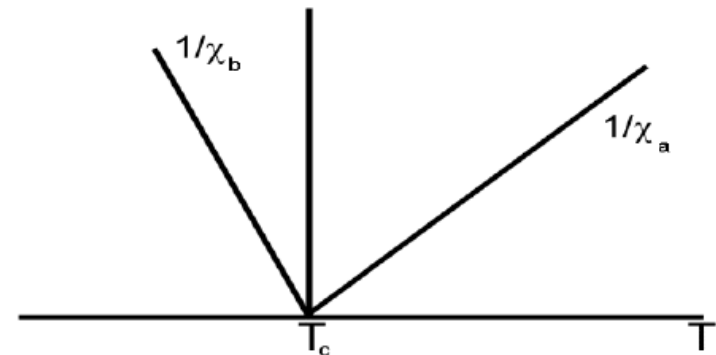
Pro $T < T_c$ je $C_1 < 0$ a $E \approx C_1 P + C_2 P^3$ $1/\chi_b = \varepsilon_0 (C_1 + 3C_2 P^2)$

Při $P = P_s$, kde $P_s^2 = -C_1/C_2$ pak je $1/\chi_b = -2\varepsilon_0 C_1$

Lze předpokládat, že i pod T_c je $C_1 = (T - T_c)/\varepsilon_0 C$

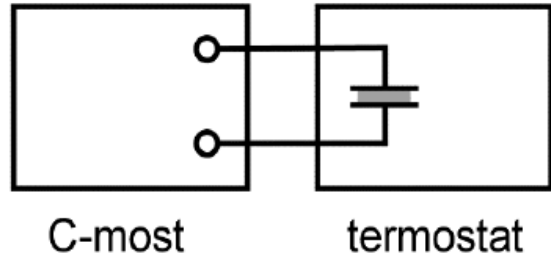
pak $\frac{1}{\chi_b} = 2(T_c - T)/C$

a tedy $1/\chi_b$ má dvojnásobnou směrnici pod T_c ve srovnání s $1/\chi_a$ nad T_c



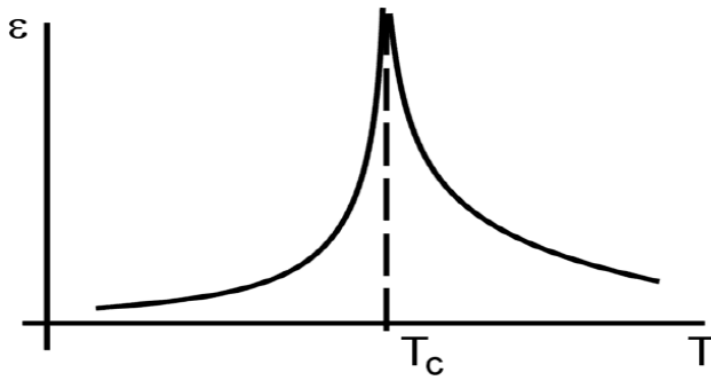
Určení elektrické susceptibility

Při velkých hodnotách susceptibility je $\varepsilon = 1 + \chi \sim \chi$
dielektrickou konstantu získáme měřením teplotní závislosti kapacity kondenzátoru C_K



$$\varepsilon = \frac{dC_K}{\varepsilon_0 S}$$

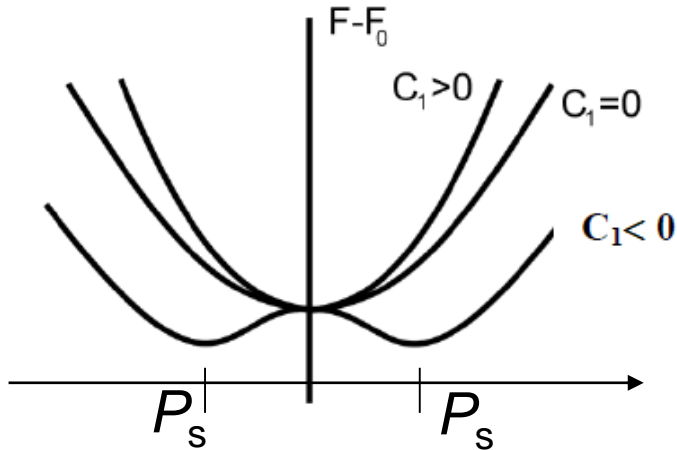
d ... tloušťka
 S ... plocha



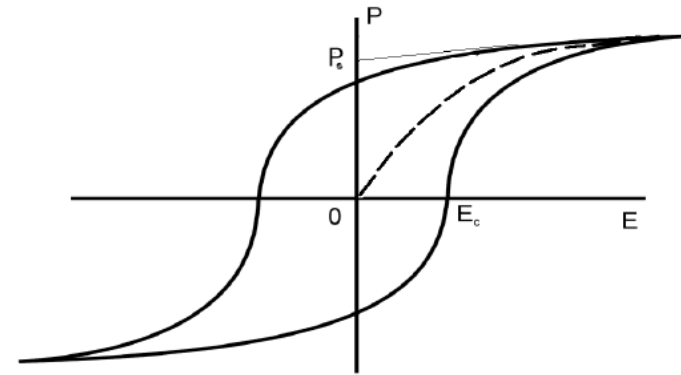
Jelikož nad T_c $\frac{1}{\chi_a} = (T_c - T)/C$

Pak změřením $\varepsilon \sim \chi$
nad T_c získám konstantu C

Určení elektrické polarizace

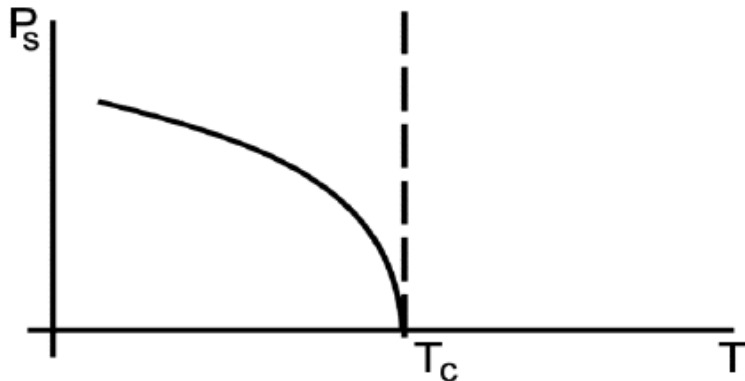


Obr. 4. Rozdíl volné energie polarizovaného a nepolarizovaného krystalu.



Obr. 3. Závislost polarizace na intenzitě elektrického pole – hysterezní smyčka.

$$P_s = \sqrt{-\frac{C_1}{C_2}} = \sqrt{\frac{T_c - T}{\epsilon_0 C C_2}} \propto \sqrt{1 - T/T_c}$$

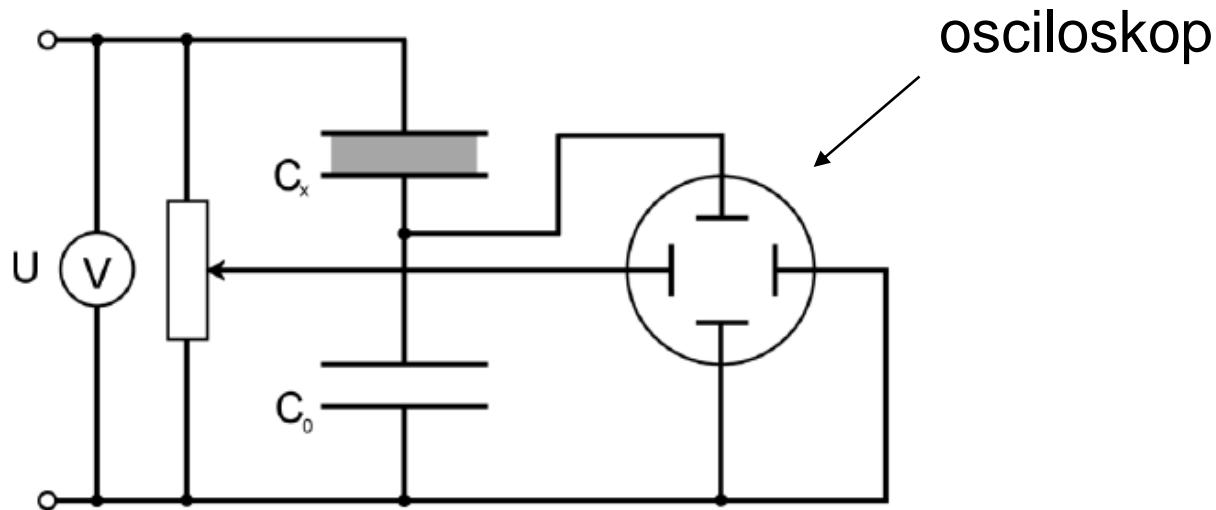


- **odmocninová závislost** P_s na teplotě
- Tato závislost je typická pro tzv. uspořádací parametr (parametr pořádku) fáze při fázovém přechodu druhého druhu. Dále viz např. koncentrace supravodivého kondenzátu
- změřením P_s při znalosti C získáme C_2

$$C_2 = -\frac{C_1}{P_s^2} = \frac{T_c - T}{\epsilon_0 C P_s^2}$$

- Tímto jsme kompletně charakterizovali fázový přechod z pohledu Landauovy teorie

měření elektrické polarizace



- horizontálně napětí U
- při $C_0 \gg C_x$ je prakticky všechno přiváděné napětí U na kondenzátoru se zkoumaným vzorkem C_x

$C_x U_x = C_0 U_0 = Q$, kde $P = \sigma$, kde σ je plošná hustota náboje,

$$Q = \sigma S. \quad P = \frac{C_0}{S} U_0$$

U_0 měříme na vertikální ose osciloskopu

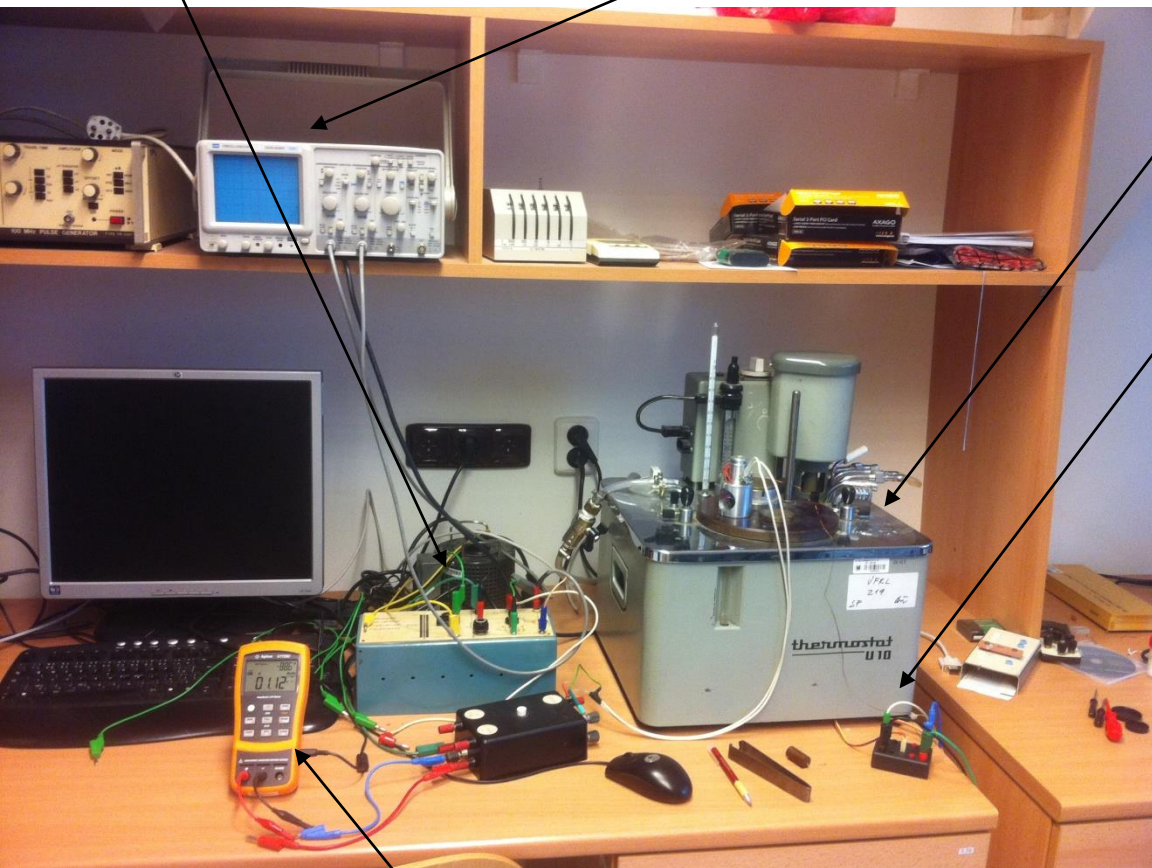
Experimentální vybavení

• zdroj vysokého napětí

osciloskop

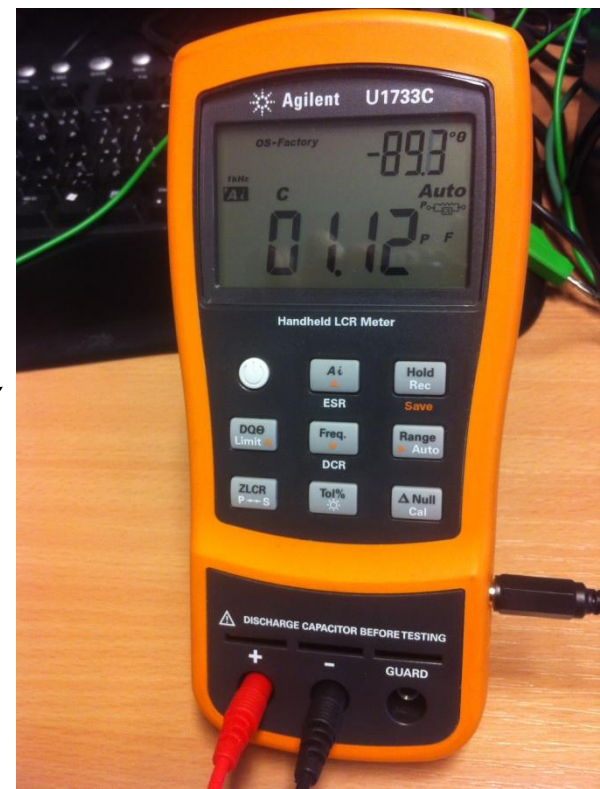
termostat

přesné měření teploty pomocí Pt sondy



RCL meter Agilent U1733C

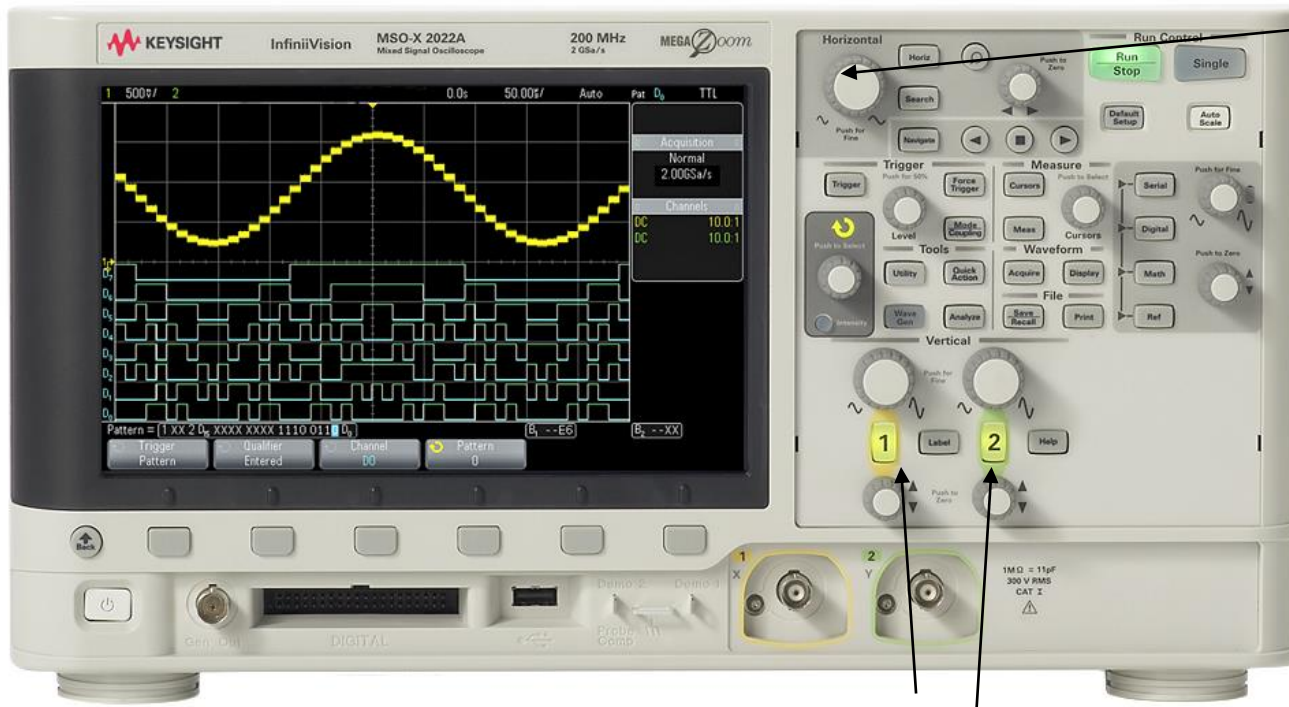
měří R, C, L, a i fázi mezi napětím a proudem



Průběh měření

- zapojení aparatury
- instalace vzorku:
 - vzorek – monokrystal triglycinsuflátu $\text{CH}_2\text{NH}_2\text{COOH}$ (TGS)
 - očištění v lihu
 - pro vytvoření elektrického kontaktu mezi kondenzátorem a vzorkem (nutné pro změření polarizace) je potřeba vzorek „okontaktovat“ – potáhnout vrstvou grafitu
- díky formaci domén pod T_c doporučujeme nezávislé dva teplotní cykly pro změření kapacity (ϵ) a P_s .

základní popis a funkce digitálního osciloskopu Keysight DSOX2002A



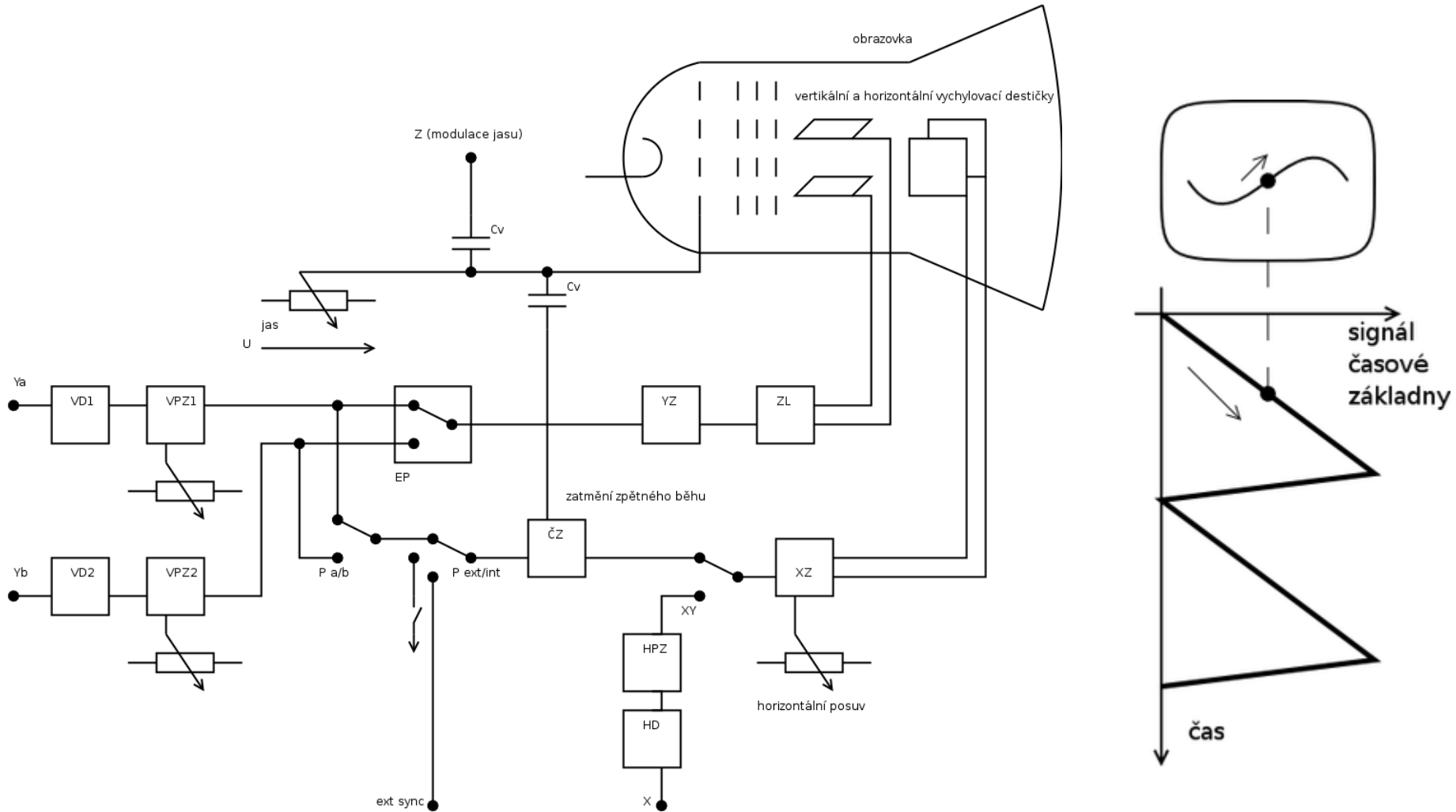
volba horizontální osy (XY vs čas) pod tlačítkem „horiz“

- dva kanály CH1 a CH2 kanály 1 a 2
- základní dva měřicí (zobrazovací) módy-
 - s časovou základnou - na ose x je čas, - použito při měření doby života v Si
 - XY – mód kdy na ose x je signál z CH1 a na ose Y signál z CH2
 - použito při sledování hysterezní smyčky ve feroelektrikách
 - použito při sledování fázového rozdílu při měření doby života z fázové kompenzace
- šířka pásma (70 MHz pro Keysight DSOX2002A)

Analogově-digitální převodník u digitálního osciloskopu

- digitální signál má kvantované úrovně
- počet kvantovaných úrovní je daný bitovou rozlišitelností převodníku N jako 2^N
- Typicky $N=8$, tzn, $2^8=256$ (ne zrovna moc). Toto je bitová rozlišitelnost u osciloskopů, které mají za cíl vzorkovat do co nejvyšších frekvencí (100 MHz až GHz). Tímto ztrácím jemné detaily signálu.
- Některé AD převodníky umožní zvýšit bitovou rozlišitelnost AD převodníku např. na 12 ($2^{12}=4096$ úrovní) až 16 bitů ($2^{16}=65\,536$ úrovní).

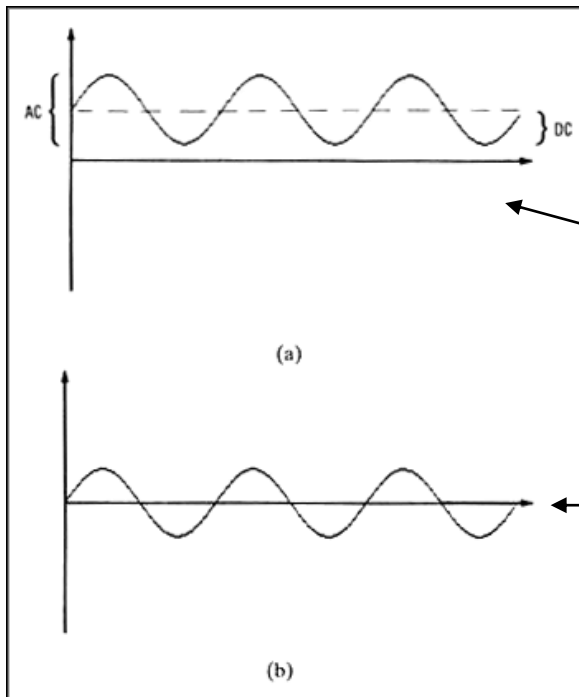
- při měření s časovou základnou je potřeba generátoru pilovitého průběhu, který posune pozici zobrazovaného bodu zleva do prava



- synchronizace (trigger) spouští časovou základnu
 - může být interní – synchronizuje se podle měřeného signálu
 - externí synchronizační signál se přivádí na externí trigger (ext sync) - toto je pro situaci, kdy v experimentu je používán např. generátor signálu. Externí synchronizace je typicky lepší než interní

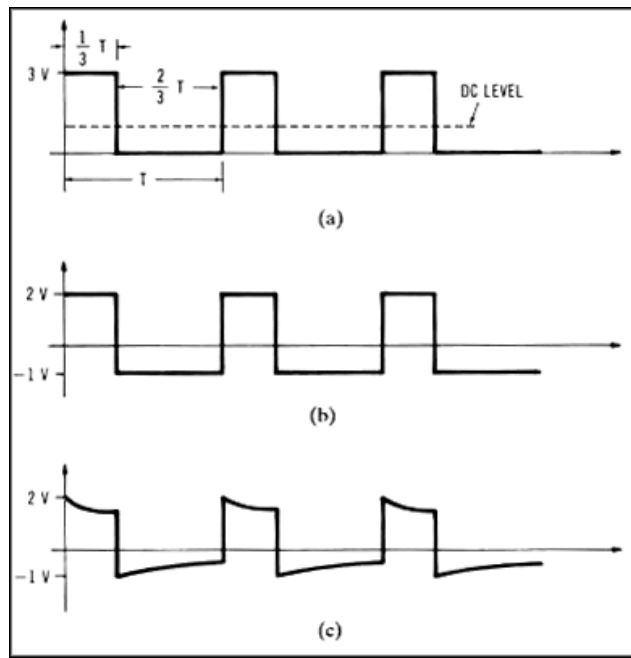


DC vs AC vazba (coupling)



DC vazba zobrazuje přímo měřený signál

- AC vazba odstraňuje DC složku signálu a zobrazuje pouze AC složku. Vhodné, pokud je signál ve formě malé modulace na velkém pozadí (doba života v Si)
- AC vazba se realizuje skrze kondenzátor



DC vazba

- přirozeně odstranění DC složky nemusí být bez artefaktů. Signálu (např. schodovitému) mohou „chybět“ nízké frekvence

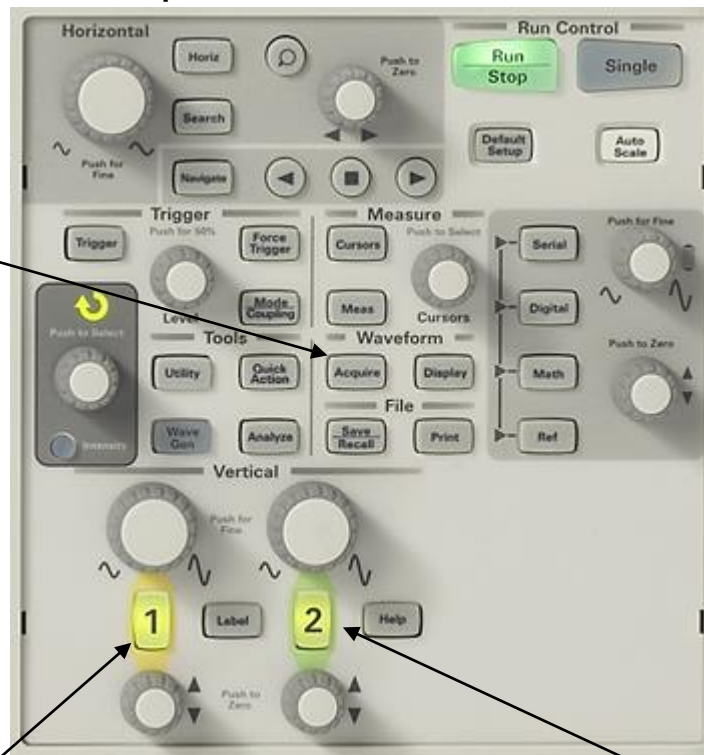
AC vazba - ideální

AC vazba reálná

Akumulace na digitálních osciloskopech

Tlačítko „Acquire“

- volba akumulace (průměrování) signálů 2-8000
- možnost také volit mód „high resolution“ (velmi doporučené pro praktikum), kdy se průměruje několi vzorků za sebou, čímž se zlepší poměr signál šum. Zmenší se tím šířka pásma, což pro mnohé aplikace nevadí



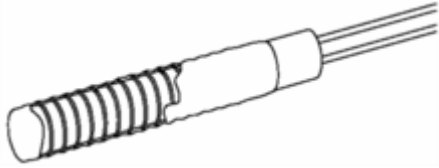
volba vazby je možná individuálně ke každému kanálu

- více o osciloskopu Keysight DSOX2002A v manuálu

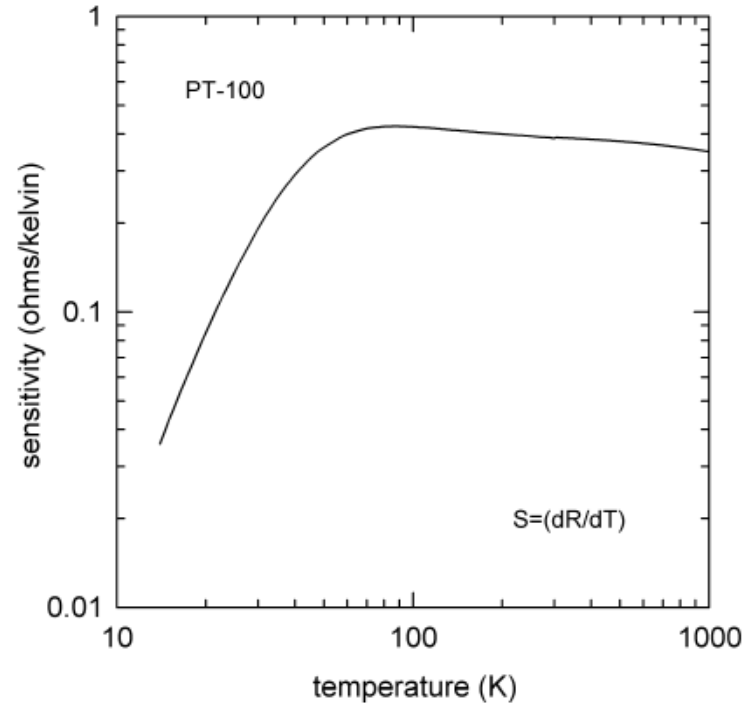
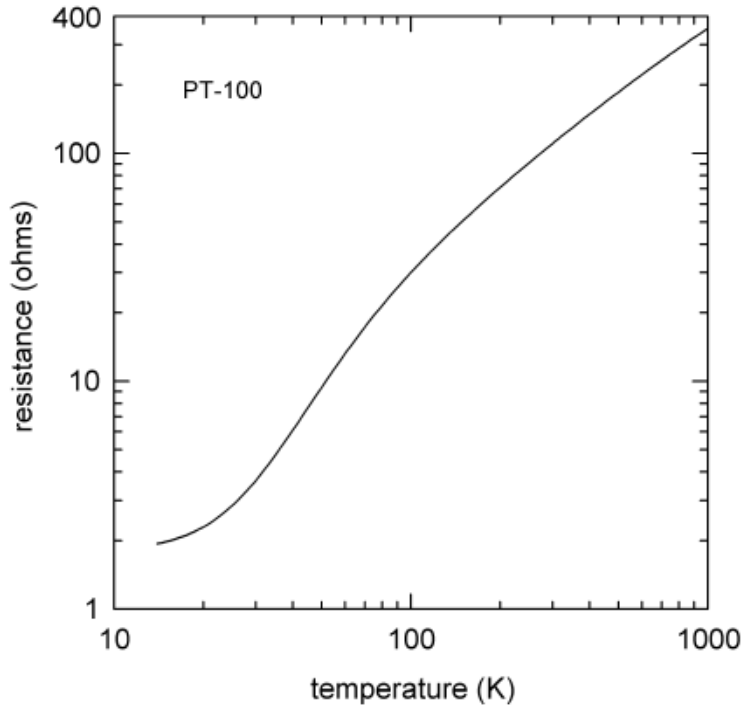
DobaZivota\Manualy\OsciloskopAgilent2000_series_users_guide.pdf

Měření teploty – odpor platiny

- odpor platiny – čtyřkontaktní měření odporu převedené kalibrační křivkou na teplotu



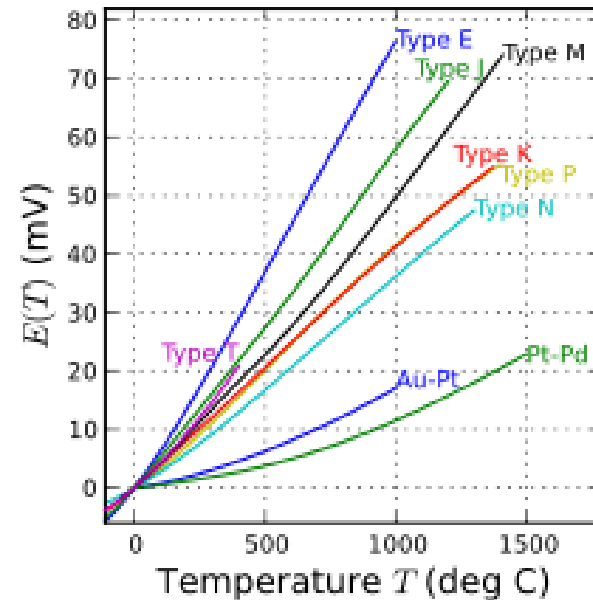
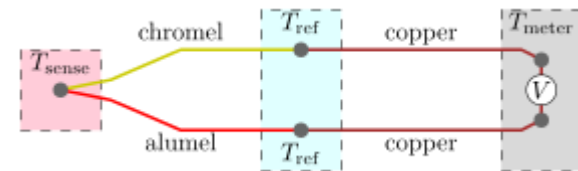
- citlivé v rozsahu 20-1000 K
- pro nižší teploty lepší křemíková dioda



Měření teploty – termočlánek

- využívá termoelektrického jevu
- Skládá se ze dvou kovů zapojených do série se dvěma spoji (kov A – spoj AB – kov B – spoj BA – kov A). Mají-li spoje navzájem různou teplotu, vzniká na každém ze spojů odlišný elektrický potenciál,

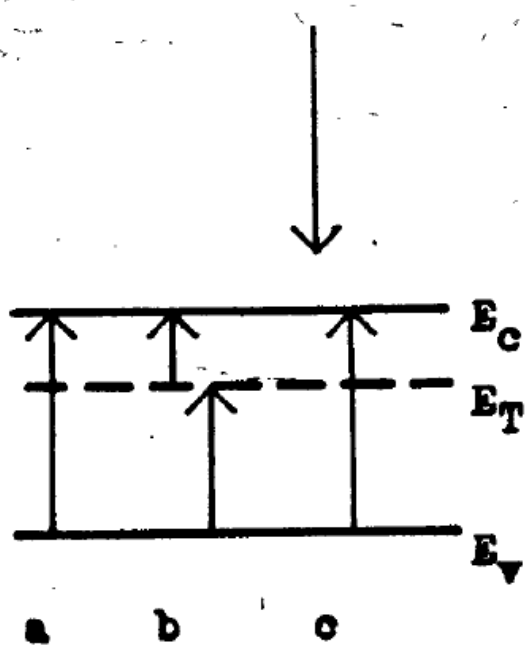
typ T: měď - konstantan



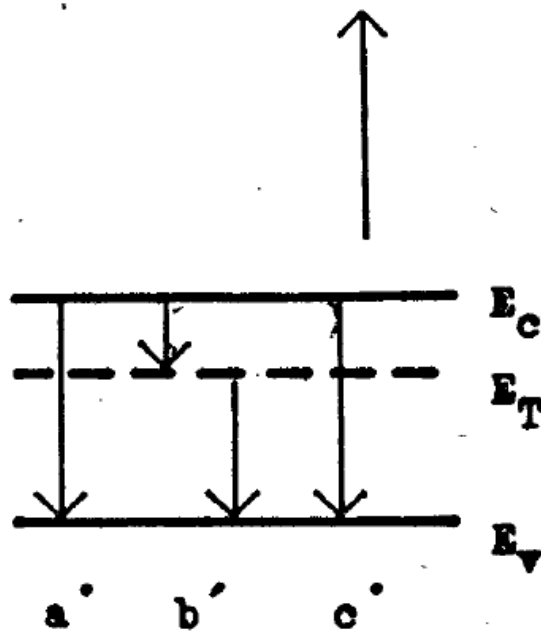
zdroj: wiki

Rekombinace nadbytečných nositelů proudu v polovodičích, doba života nositelů.





excitace

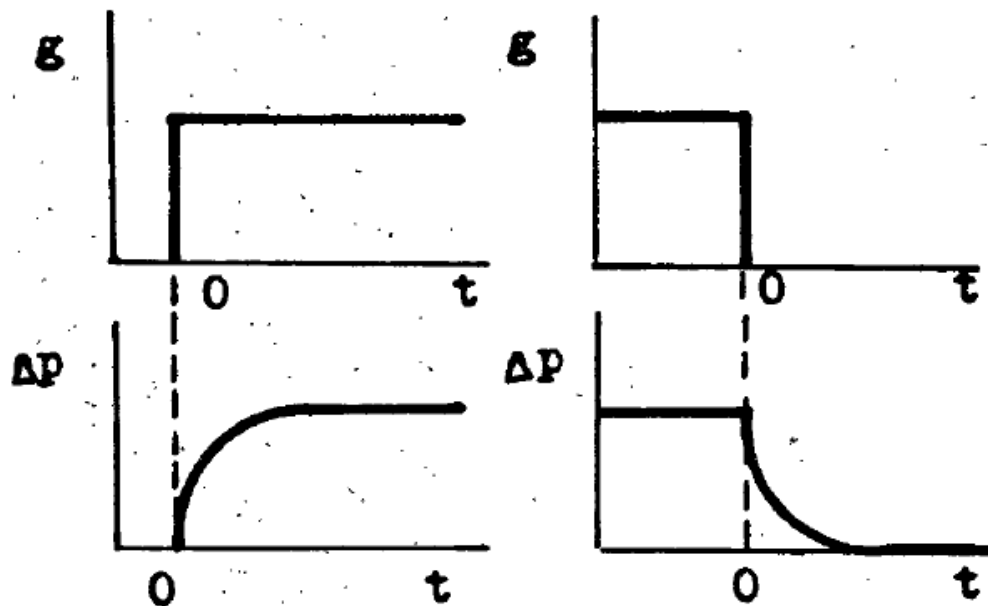


rekombinace

rekombinace s
 charakteristickou dobou
 (života) τ

stavy uvnitř
 zakázaného pásu
 díky defektům

Doba života

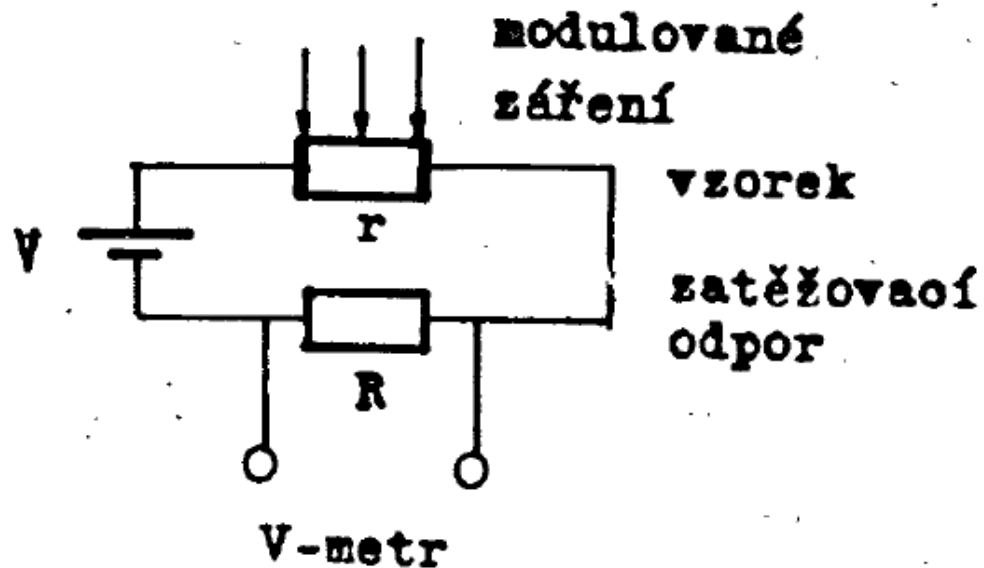


Obr. 6.4. Relaxace koncentrace nadbytečných nositelů.

$$\Delta n = \tau \cdot \beta \cdot k \cdot E_0 \cdot (1 - e^{-t/\tau})$$

exponenciální nárůst (pokles) s dobou života τ

Měření doby života: měření fotovodivosti



Měření doby života: metodá fázové kompenzace

periodický osvit $g = g_m \cdot (1 - \cos \omega t)$

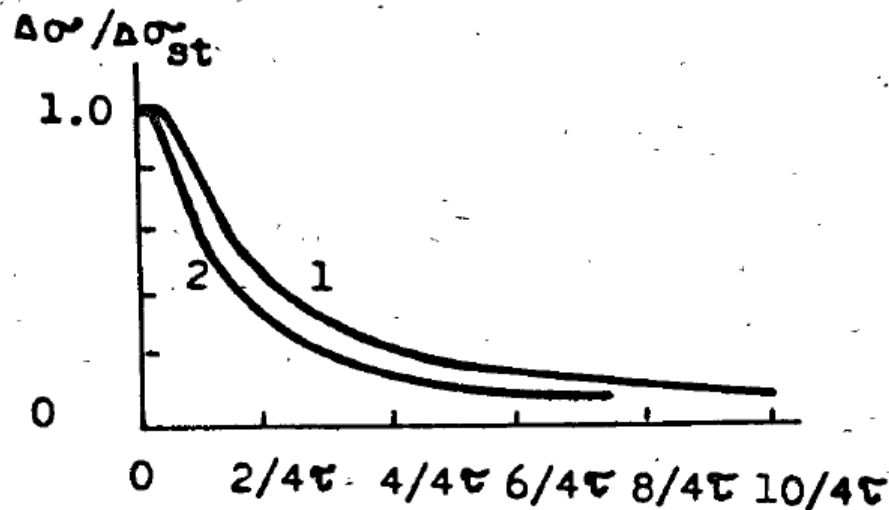
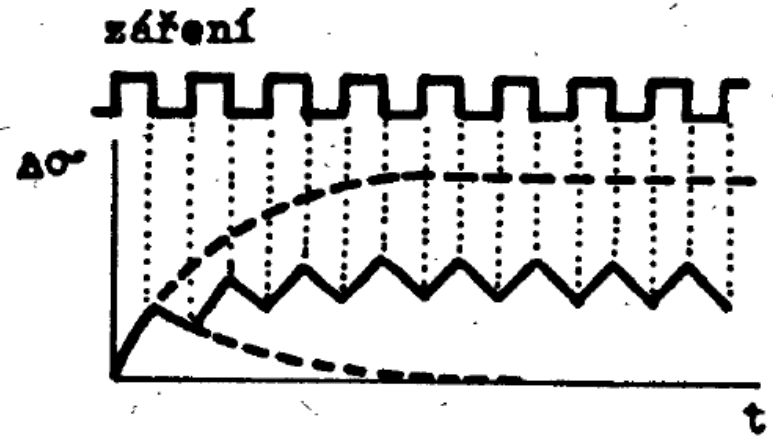
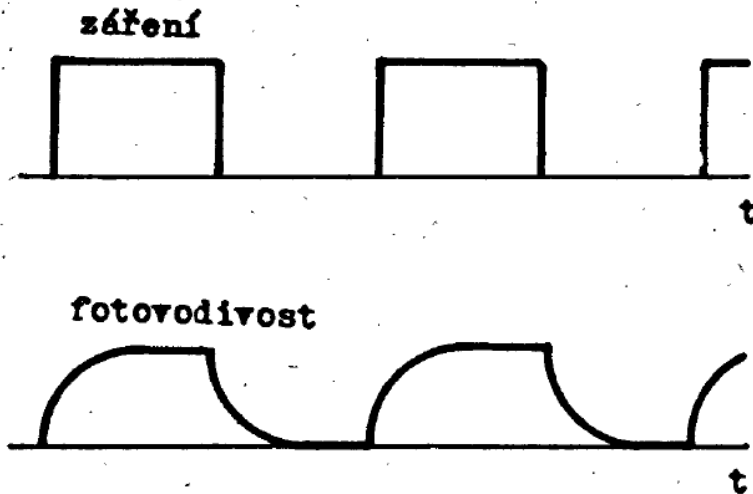
generuje periodickou koncentraci nadbytečných nositelů

$$\Delta n = \frac{\beta \cdot k \cdot g_m \cdot \tau}{\sqrt{1 + (\tau \cdot \omega)^2}} \cdot \cos[\omega \cdot t - \arctg(\tau \cdot \omega)]$$

která je fázově posunuta oproti osvitu o $\arctg(\tau\omega)$.

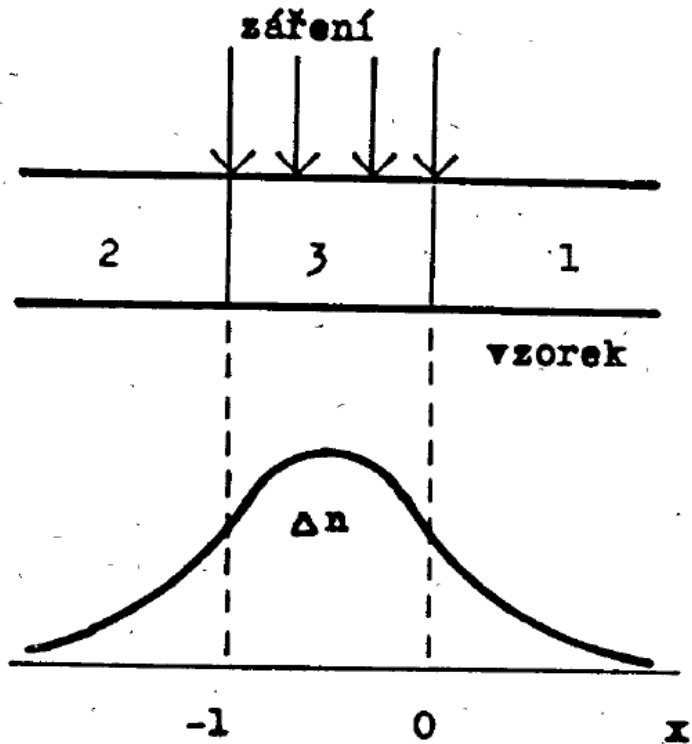
- Měření pomocí fázového posuvu mezi funkčním generátorem napájejícím fotodiodu a měřeným fotoproudem přímo pomocí osciloskopu

doba života - metoda frekvenčního poklesu fotovodivosti



$$\Delta \sigma = \Delta \sigma_{st} \cdot \text{th} \frac{1}{4 \cdot \tau \cdot f}$$

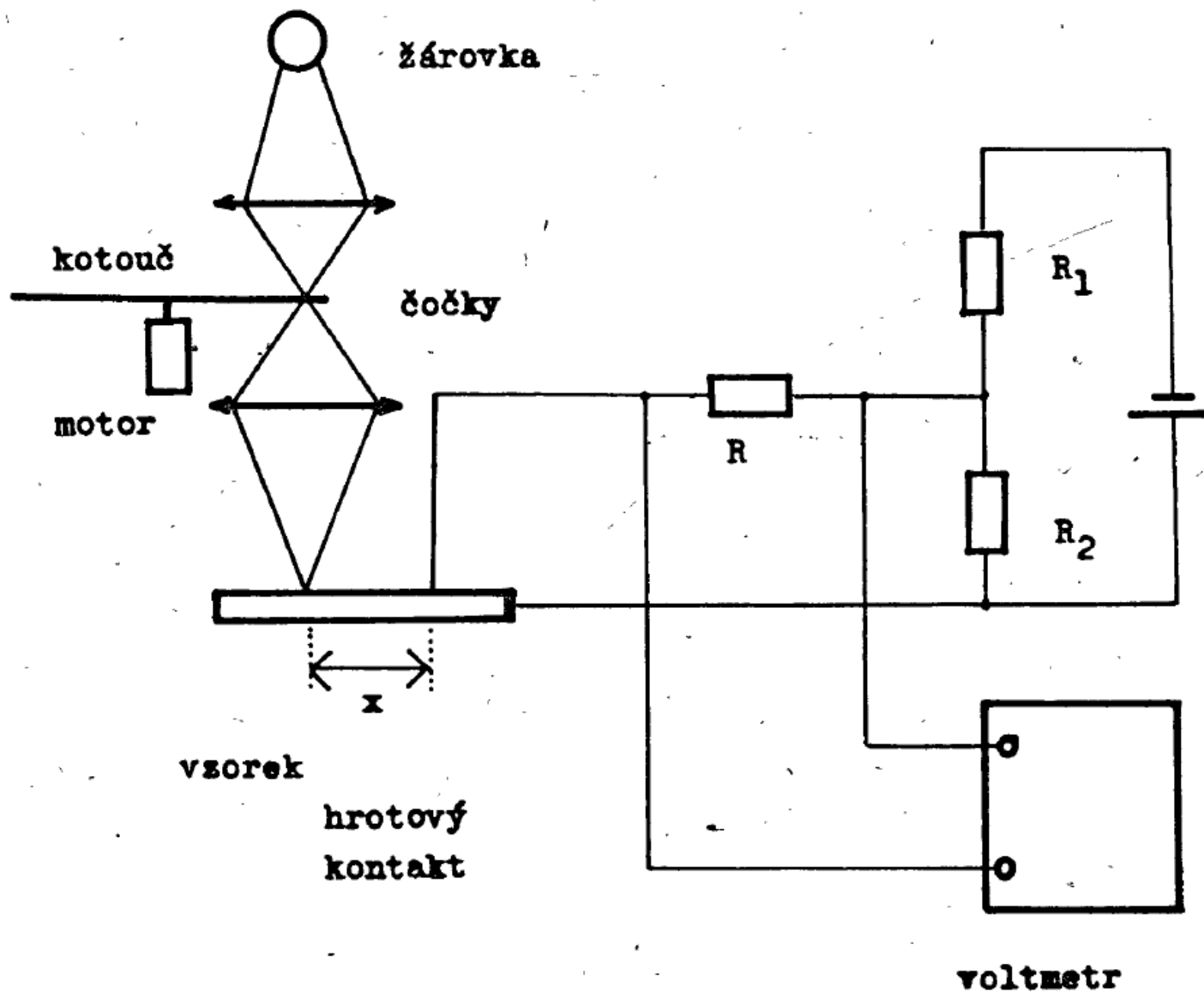
doba života - měření pomocí difúzní délky



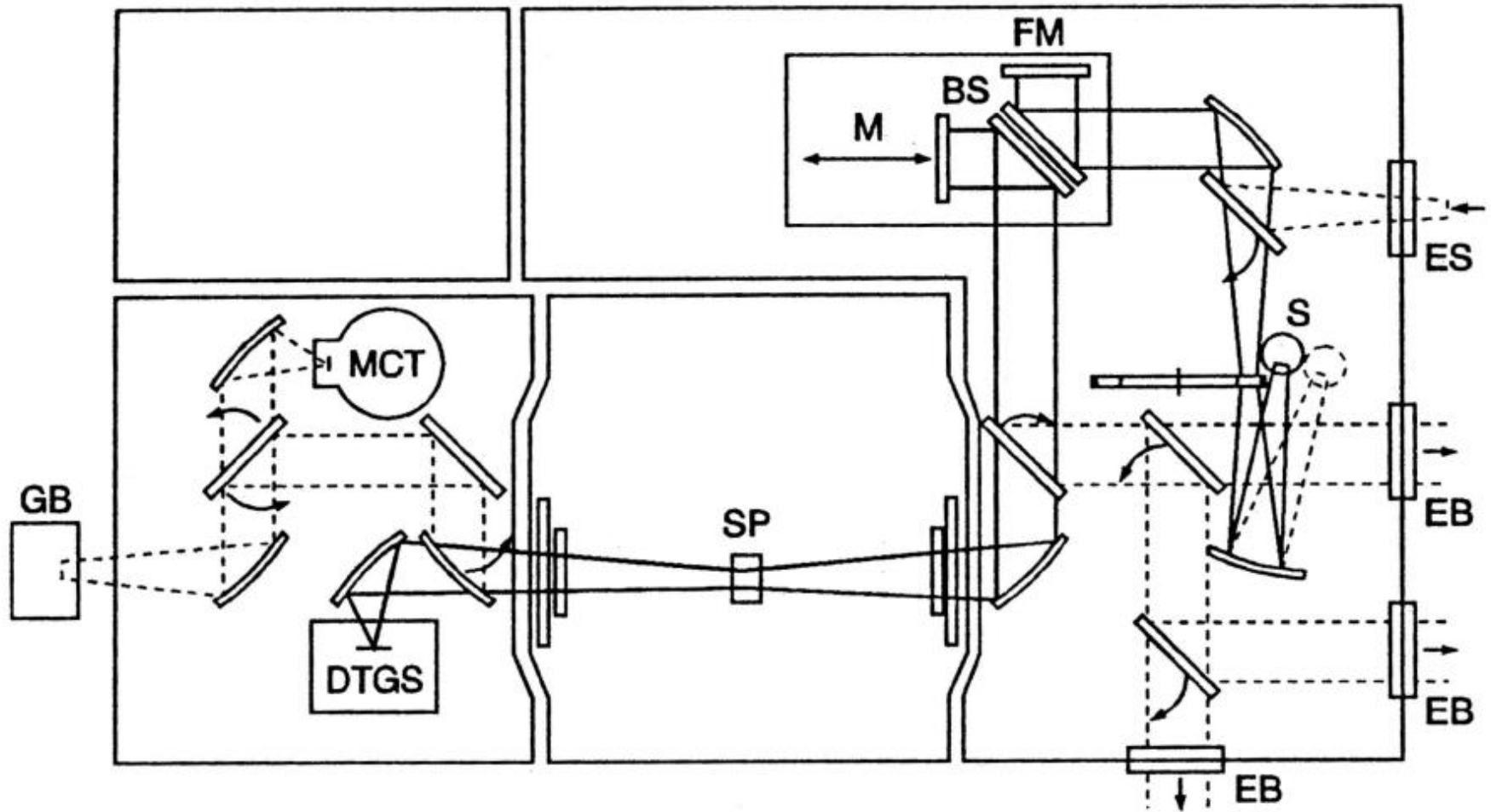
$$\Delta n = \text{konst.} \cdot e^{-x/L_1}$$

$$L_1 = L_2 = L = \sqrt{D \cdot \tau}$$

doba života - měření pomocí difúzní délky



Infračervená spektroskopie pevných látek



- Fourierovský spektrometr (Bruker IFS 66v)
- spektrální informace určena interferometricky – měření pásma frekvencí najednou

předpokládejme že zdroj emituje monochromatickou vlnu:

$$E(r, t) = E_0 \cos(k_0 r - \omega_0 t)$$

detektor: $E_D(r, t) = \frac{E_0}{2} \{ \cos(k_0 r_D - \omega_0 t) + \cos[k_0(r_D + 2x) - \omega_0 t] \}$

detektor: $I(x) = \text{konst } \epsilon_0 \langle E^2 \rangle = \text{konst } \frac{\epsilon_0}{4} E_0^2 [1 + \cos(4\pi\nu_0 x)]$

vlnočet: $\nu_0 = k_0 / 2\pi$

při polychromatickém zdroji s intenzitou $I(\nu)$ je intenzita na detektoru

$$I(x) = \frac{1}{2} \int_0^\infty I(\nu) [1 + \cos(4\pi\nu x)] d\nu$$

střední intenzita : $I'(x) = I(x) - \frac{1}{2} \int_0^\infty I(\nu) d\nu = \frac{1}{2} \int_0^\infty I(\nu) \cos(4\pi\nu x) d\nu$

spektrální informaci získáme inverzní Fourierovou transformací přímo měřené veličiny $I'(x)$

$$I(\nu) = 2 \int I'(x) \cos(4\pi\nu x) dx$$

používané veličiny a jednotky ve spektroskopii

Veličiny a jejich jednotky

vlnová délka λ , jednotka typicky nm pro VIS

energie E : jednotka typicky eV, meV

vlnočet ν : počet elmag. vln na jeden centimetr
jednotka: cm^{-1}

frekvence f : Hz, MHz, THz

$$E_{[\text{eV}]} \approx \frac{1240}{\lambda_{[\text{nm}]}}$$

$$\nu_{[\text{cm}^{-1}]} = \frac{10\,000}{\lambda_{[\mu\text{m}]}}$$

$$\nu_{[\text{cm}^{-1}]} \approx 8E_{[\text{meV}]}$$

$$\nu_{[\text{cm}^{-1}]} \approx 33f_{[\text{THz}]}$$

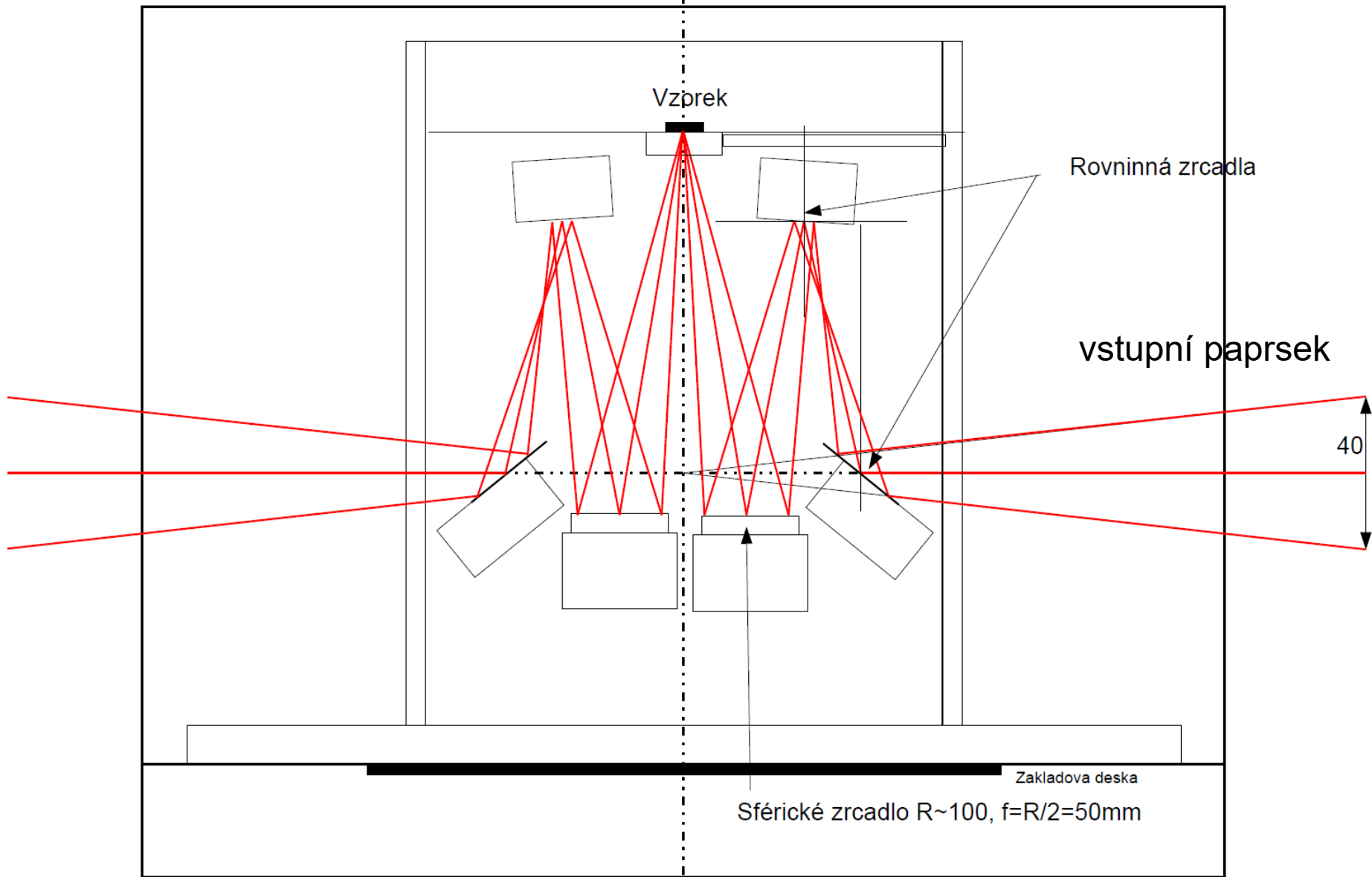
$$300\text{ K} \approx 25\text{ meV}$$



- Fourierovský spektrometr
Bruker IFS 66v

- zdroj globar (glow bar – žhavená keramická tyč)
- detektor DTGS (deuterated tri glycin sulfat), blízkost k feroelektrickému přechodu
- rozsah frekvencí $50\text{-}680\text{ cm}^{-1}$ (6-90 meV), FIR (far infrared), dělič svazku $6\text{ }\mu\text{m}$ mylar
- rozsah frekvencí $400\text{-}6000\text{ cm}^{-1}$ (50- 750 meV), MIR (mid infrared), dělič svazku KBr krystal
- měření pod vakuem pro odstranění absorpce ve vzduchu

Reflexní přístavek pro Bruker 80V, úhel dopadu cca 10°



- vzorek optickou stranou dolů leží na clonce
- clonka zajišťuje stejnou pozici vzoru a reference

Odrazivost polonekonečného vzorku

$$R = \frac{I_{\text{odražená}}}{I_{\text{dopadající}}}$$

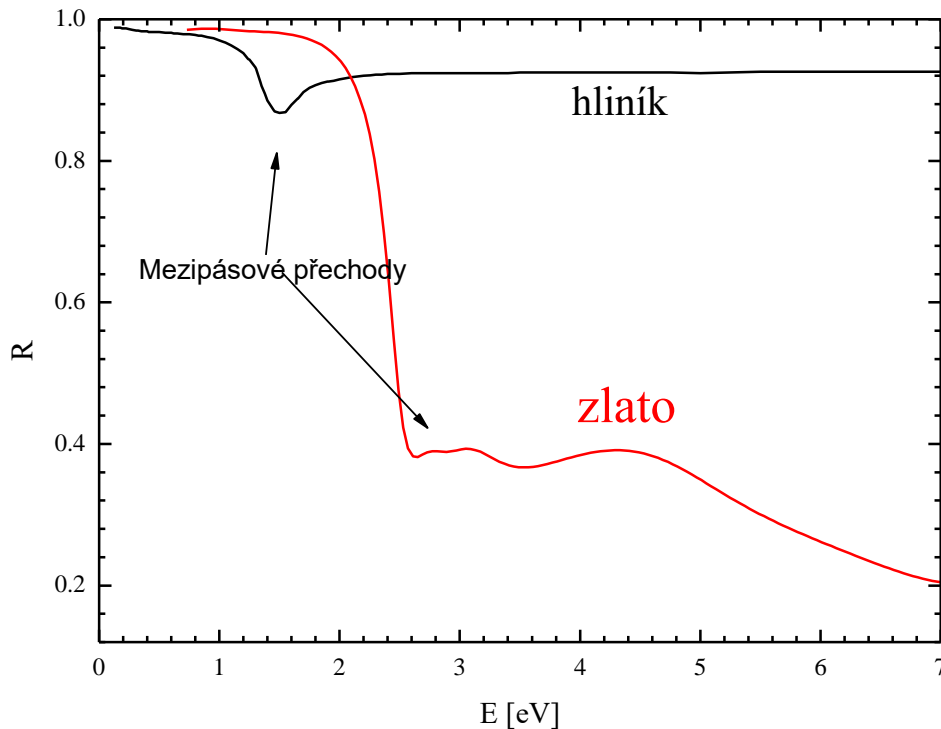
- často se měří při téměř kolmém dopadu (uhel dopadu $< 10^\circ$), kde $\cos(\text{uhel dopadu}) \sim 1$ a pak Fresnelův odrazivostní koeficient r vychází

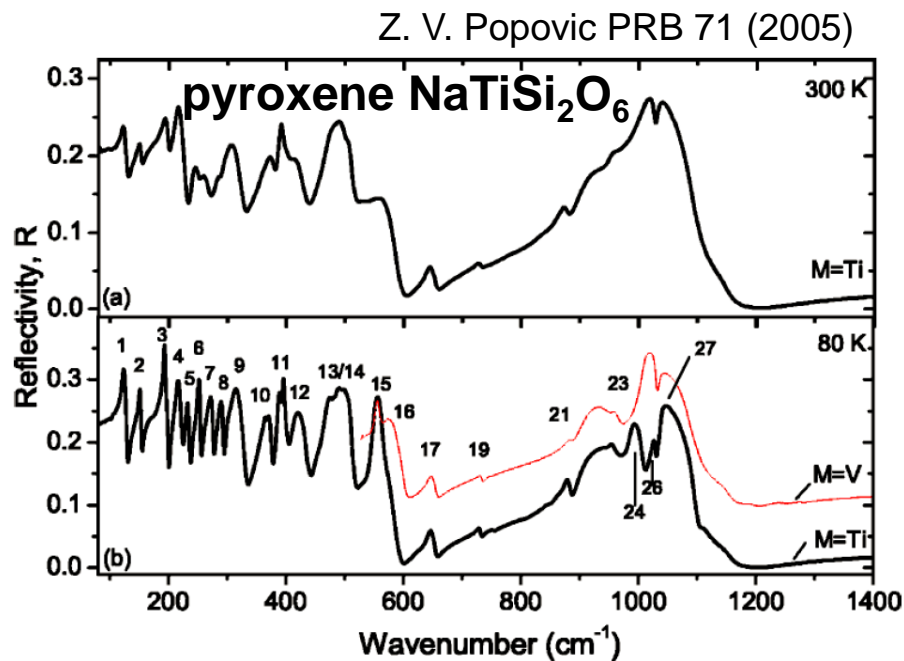
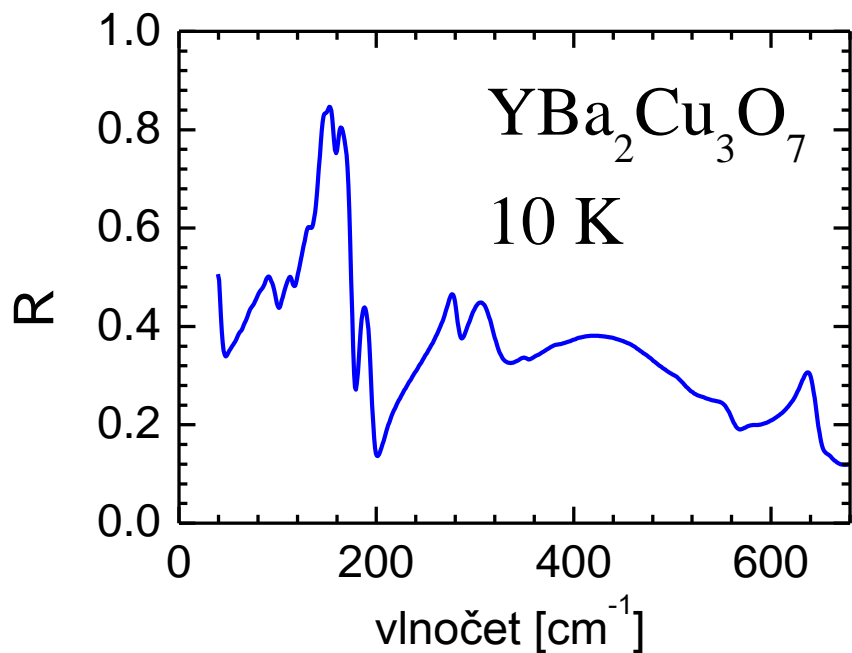
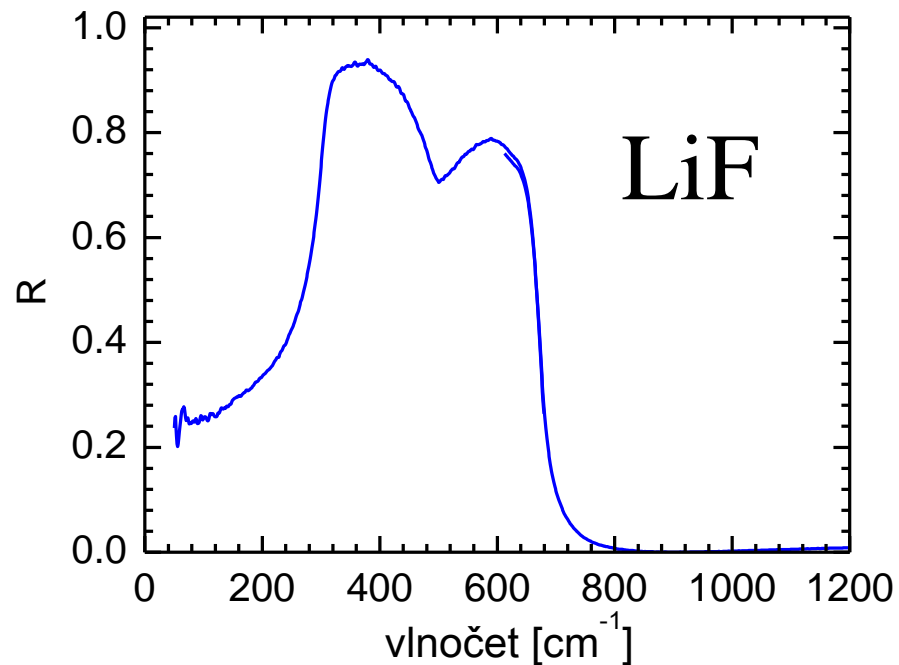
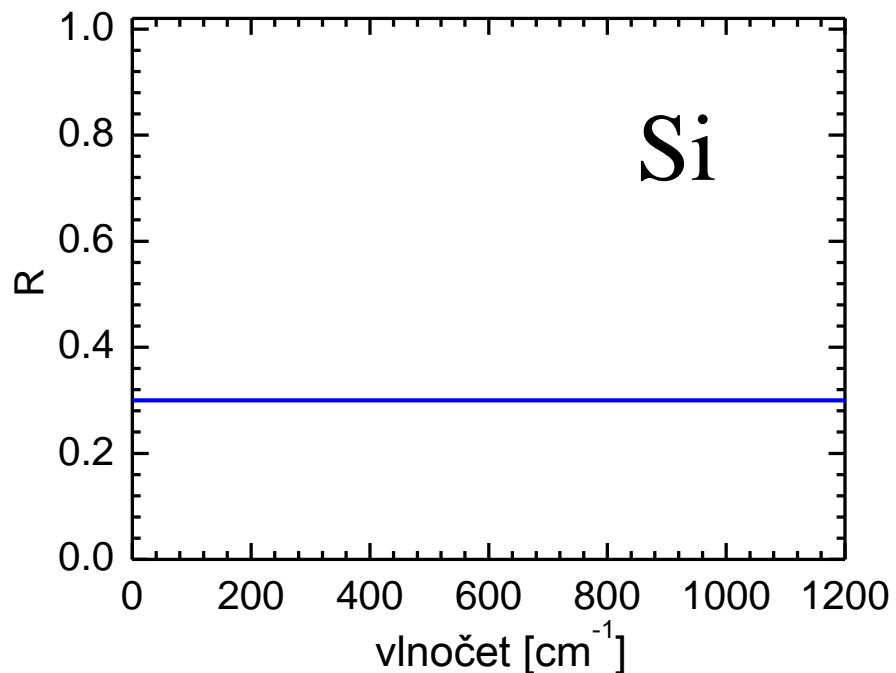
$$r = \frac{1 - N}{1 + N}, \quad R = |r|^2 = \frac{(1 - n)^2 + k^2}{(1 + n)^2 + k^2}$$

- index lomu $N = n + ik$, $N = \sqrt{\varepsilon}$
- odrazivost citlivá pouze na k řádově srovnatelné s n , tedy typicky $k > 0.01$, tedy silné absorpční procesy
- měřením R ztrácíme informaci o fázi odrazivosti $r = \sqrt{R} e^{i\phi}$
- polonekonečným vzorkem myslíme vzorek tlustší než hloubka průniku, nebo vzorek se zdrsňenou zadní stranou, která rozptyluje záření tak účinně, že se nedostane do detektoru.

Normály pro odrazivost

- množství dopadajícího světla je třeba experimentálně zjistit pomocí měření se vzorkem se známou reflektivitou.
- ve střední a vzdálené oblasti se používá vrstva zlata, odrazivost ~ 1 (0.995)
- pro vyšší frekvence (až do 15 eV) se často používá hliník (avšak pozor na Al_2O_3 na povrchu), nebo jiné normály (Si). Normály je potřeba kalibrovat buď elipsometricky (absolutní měření), pomocí přístavku V-W nebo pomocí měření s goniometrem.





Lorentzův oscilátor

Newtonova rovnice harmonicky buzeného mechanického oscilátoru:

$$m \frac{d^2 x(t)}{dt^2} = -k x(t) - m\gamma \frac{dx(t)}{dt} + qE_0 e^{-i\omega t}$$

Řešení:

$$x_0(\omega) = \frac{F}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\omega\gamma}$$

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}, \quad F = \frac{qE_0}{m}$$

polarizace je hustota dipólového momentu

$$P(\omega) = \sum_j n q x_{0,j}(\omega) \quad n: \text{koncentrace}$$

z definice dielektrické funkce:

$$\varepsilon(\omega) = 1 + \frac{P(\omega)}{\varepsilon_0 E(\omega)} = 1 + \sum_j \frac{\omega_{pl,j}^2}{\omega_{0,j}^2 - \omega^2 - i\omega\gamma_j}$$

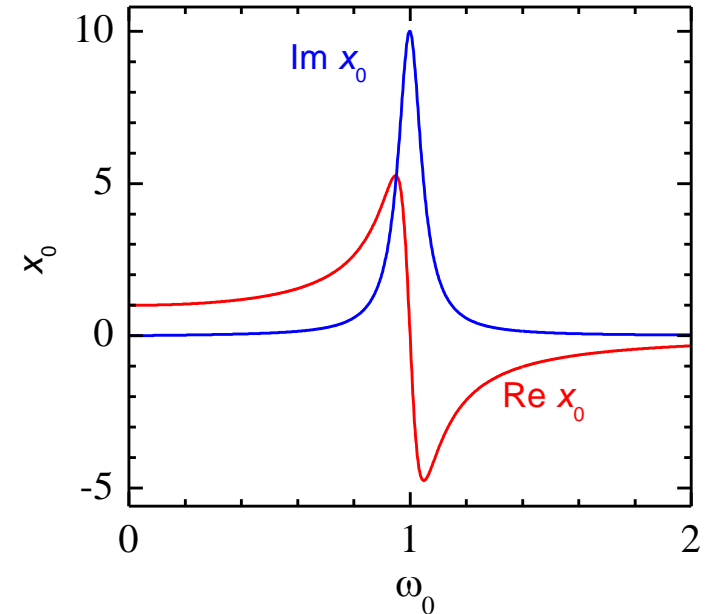
plasmová frekvence:

$$\omega_{pl,j} = \sqrt{\frac{q_j^2 n_j}{\varepsilon_0 m_j}}$$

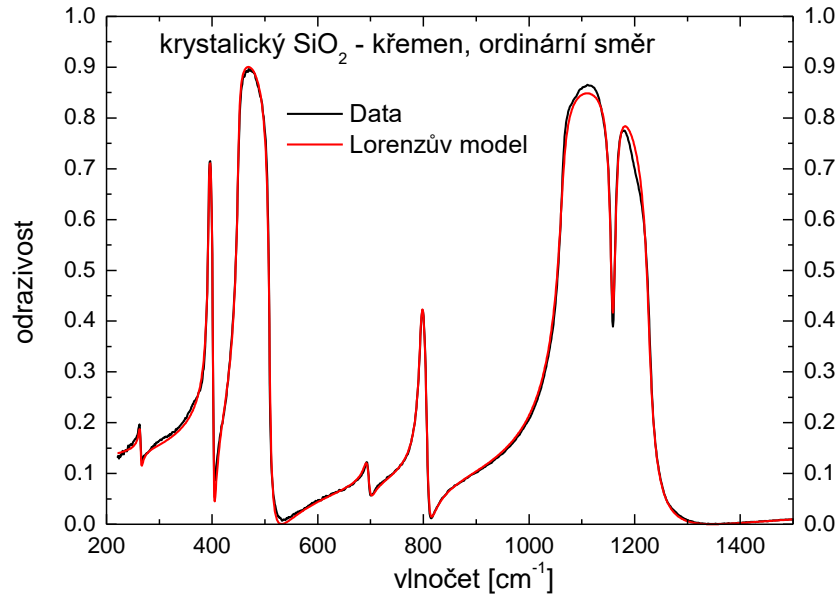
příspěvek vysokofrekvenčních přechodů lze nejhruběji aproximovat konstantou:

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_\infty + \sum_j \frac{\omega_{pl,j}^2}{\omega_{0,j}^2 - \omega^2 - i\omega\gamma_j}$$

- dielektrická funkce nezávislých Lorentzových oscilátorů. Typicky dobře funguje pro fonony. Drudeův model kovů dostaneme dosazením $\omega_0=0$



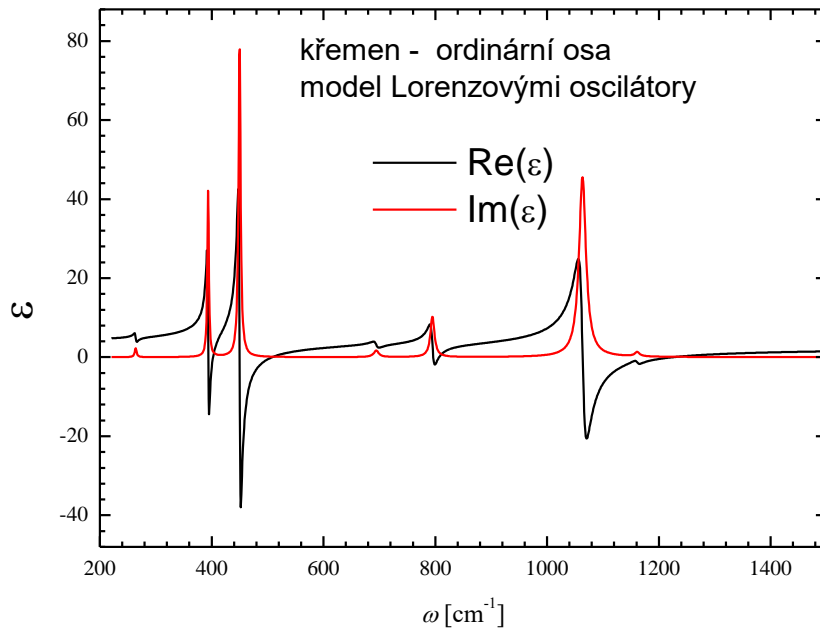
Ukázka použití Lorentzova oscilátoru: odrazivost křemene



- Na každou strukturu použit jeden Lorentzův oscilátor
- 7 infračerveně aktivních fononů

$$\epsilon_{\infty}=2.3$$

ω_{pl}	ω	γ
7.3E+05	1063	14
1.3+04	1161	10
1.6E+05	4.98	4.1
7.1E+04	794	8.6
1.2E+04	694	11
5.3E+04	393	3.1
2.3E+03	264	3.8



Důsledky zákonů zachování při jednofononové absorpci

foton

$$\omega^{\text{fot}}, k^{\text{fot}}$$

fonon

$$\Omega^{\text{fon}}, K^{\text{fon}}$$



Zákon zachování energie:

$$\hbar\omega^{\text{fot}} = \hbar\Omega^{\text{fon}}$$

Zákon zachování kvaziimpulzu:

$$k^{\text{fot}} = K^{\text{fon}} \approx 0$$

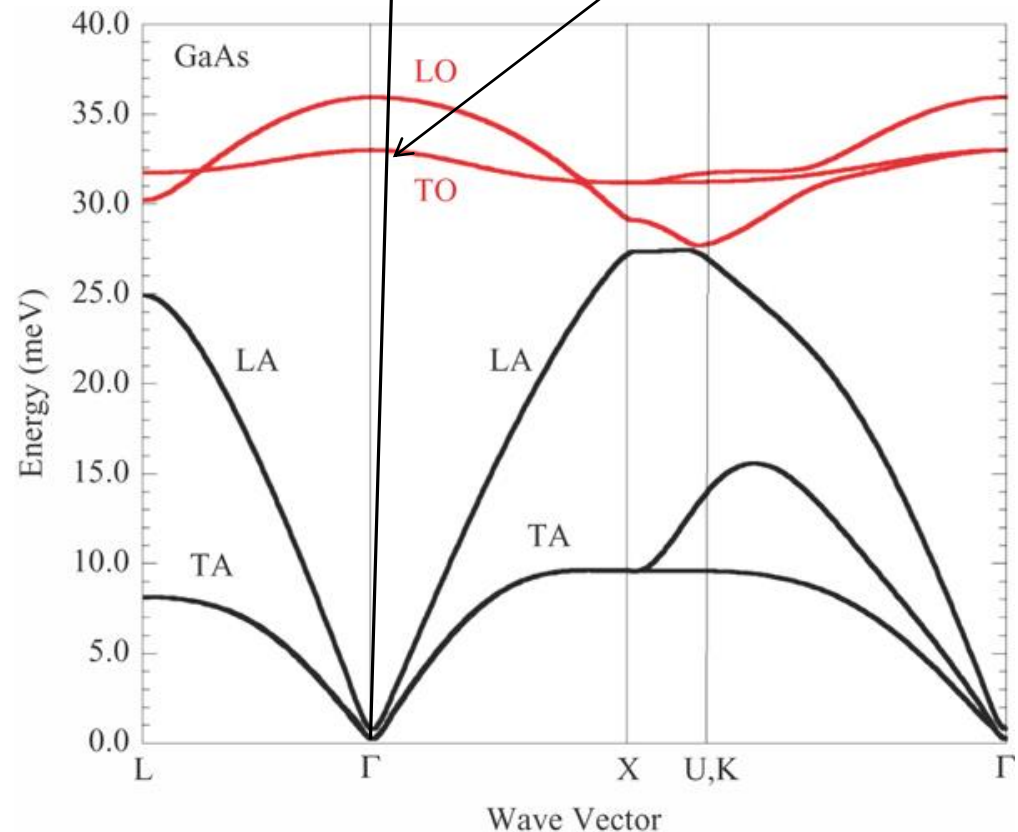
Disperzní relace záření je velmi „strmá“: $E = \hbar\omega = \hbar ck$
 absorpce fotonu (pouze) TO fononem,
 foton je TO vlna (sonda)

Absorpce fotonu je doprovázena absorpcí jeho kvaziimpulzu,

$$k^{\text{fot}} = 2\pi/\lambda \quad \text{kde } \lambda \sim 30 \mu\text{m}$$

Kvaziimpuls fotonu je velmi malý oproti hranicím Brillouinovy zóny $k^{\text{BZ}} = \pi/a$

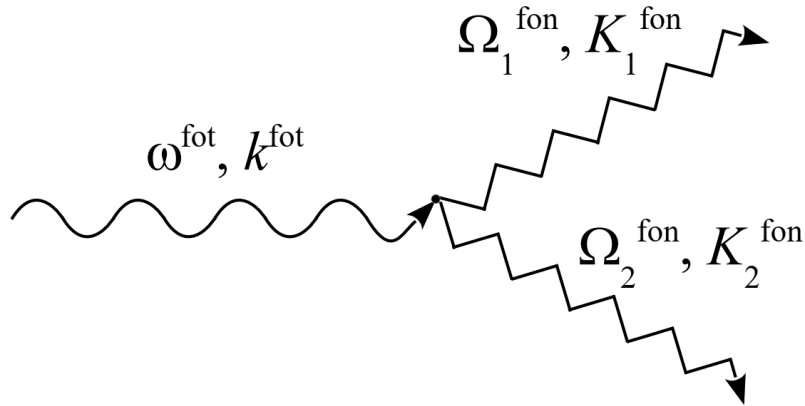
kde a je v řádu $\sim 1\text{nm}$



Zákony zachování při dvoufononové absorpci

foton

fonon

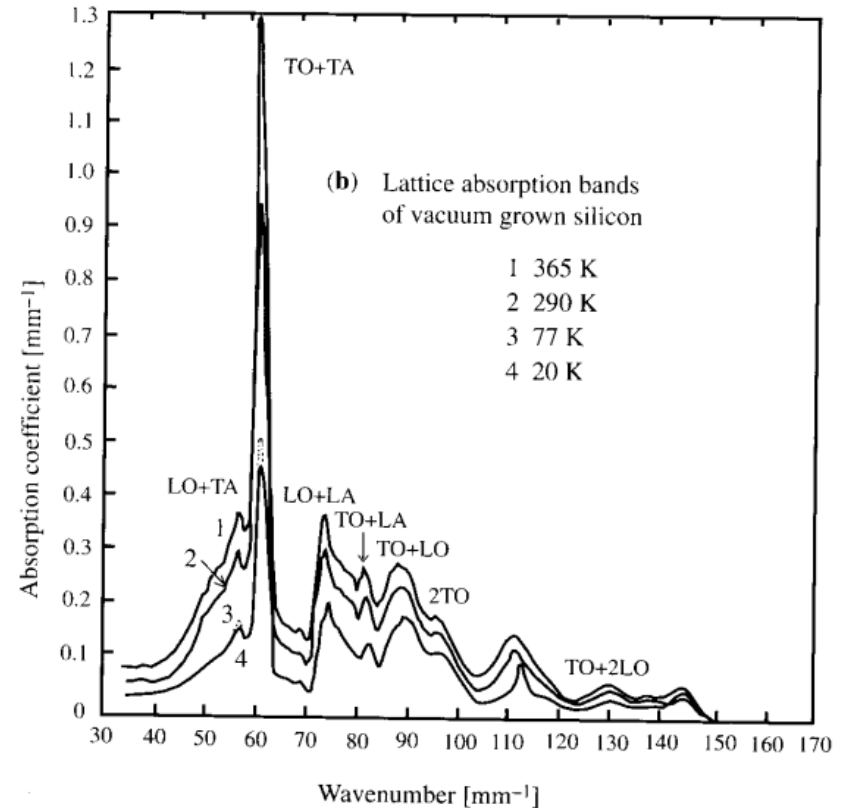


Zákon zachování energie:

$$\hbar\omega^{\text{fot}} = \hbar\Omega_1^{\text{fon}} + \hbar\Omega_2^{\text{fon}}$$

Zákon kvaziimpulzu: $k^{\text{fot}} = K_1^{\text{fon}} + K_2^{\text{fon}} \approx 0$
 $K_1^{\text{fon}} \approx -K_2^{\text{fon}}$

- Při dvoufononové absorpci není kvaziimpuls limitován na centrum BZ, ale prochází celou BZ.
- Jedná se o proces vyššího řádu než jednofononová absorpce, tudíž je řádově slabší.



Drudeova formule

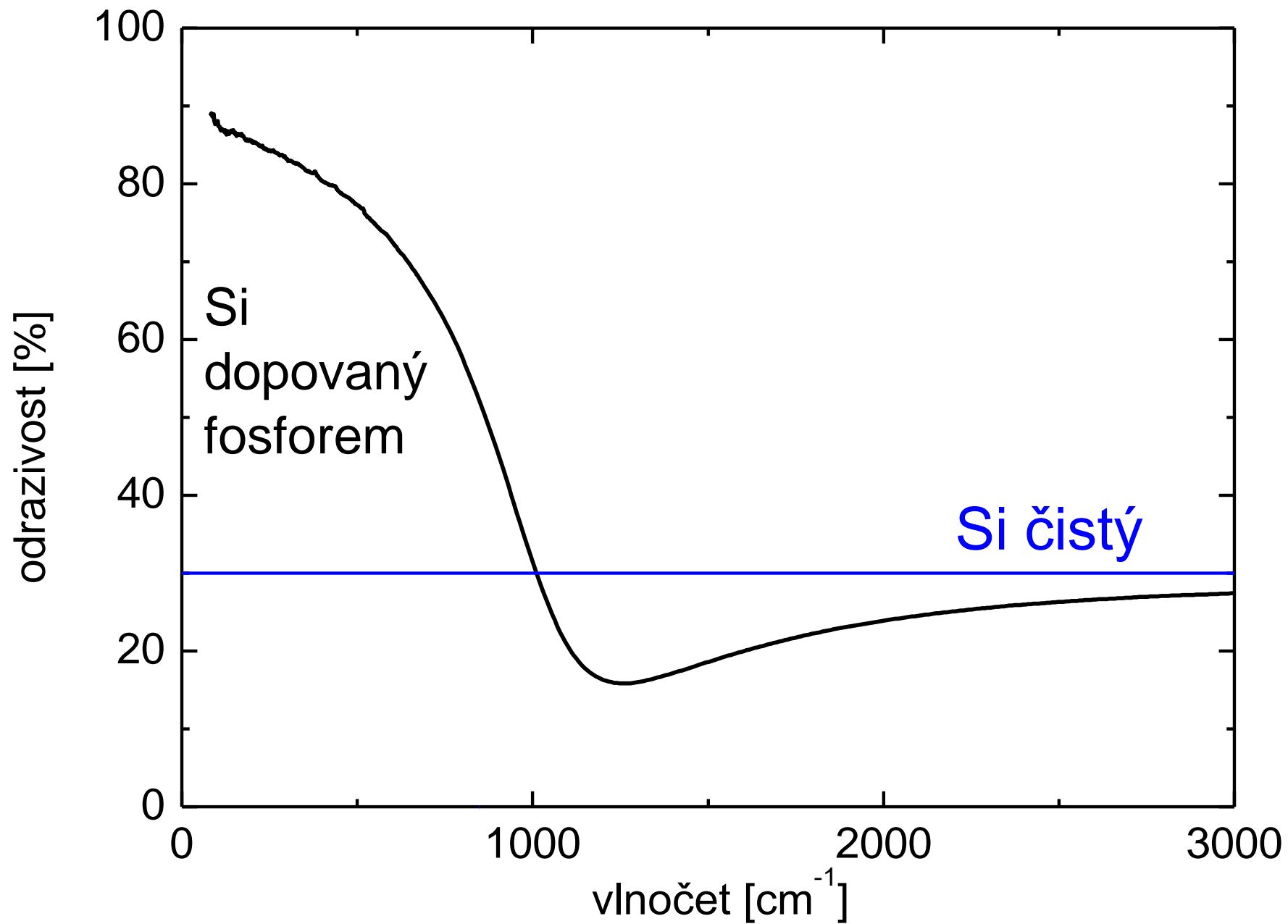
- odezvu volných nosičů náboje získáme pro $\omega_0=0$

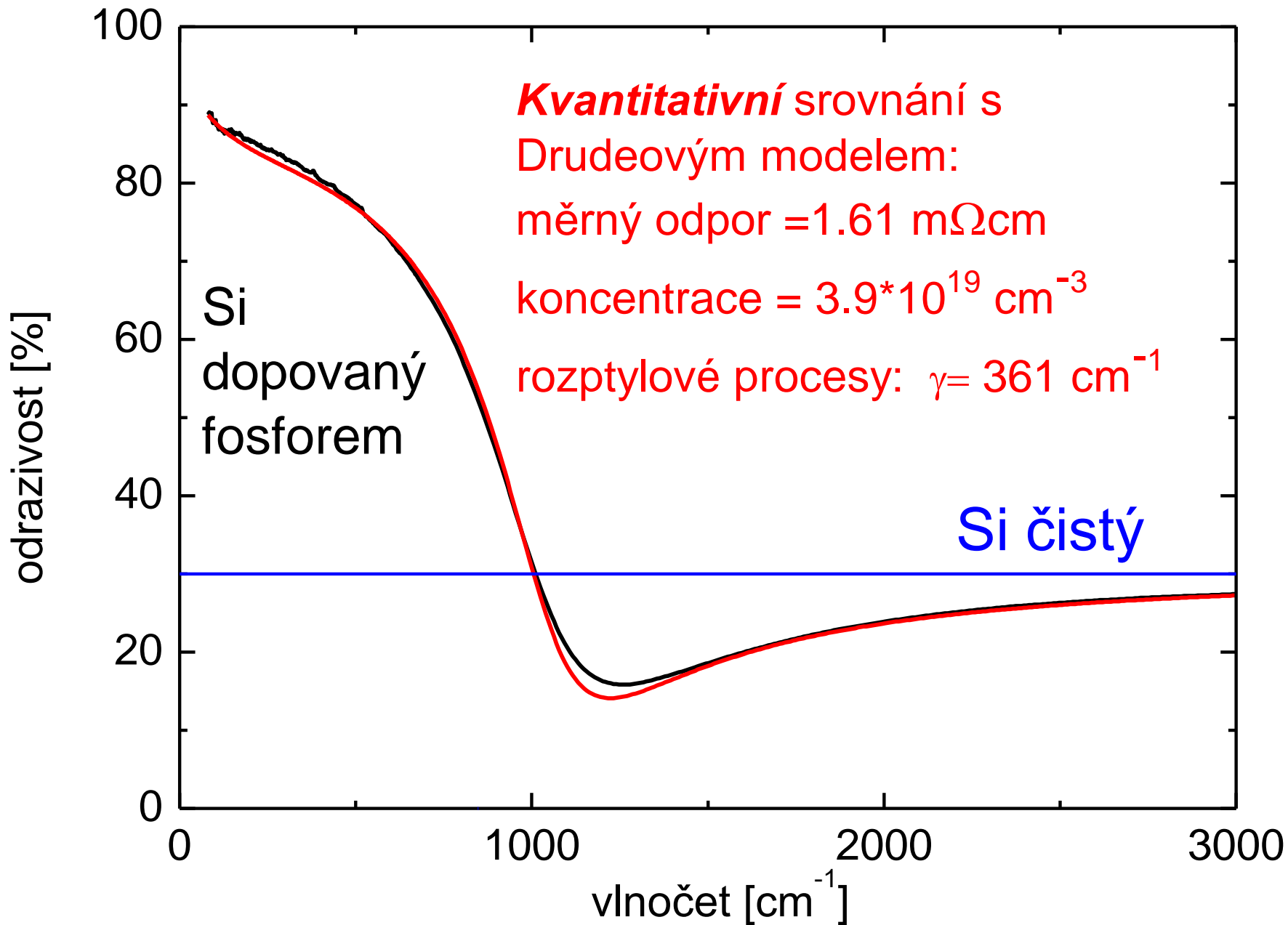
$$\epsilon(\omega) = \epsilon_\infty - \frac{F}{\omega(\omega + i\gamma)}$$

- vztahu se říká Drudeova formule a velmi dobře popisuje odezvu neinteragujících volných nositelů, např. dopovaného polovodiče nebo kovů
- v případě vodivých materiálů se často optická odezva vyjadřuje pomocí optické vodivosti

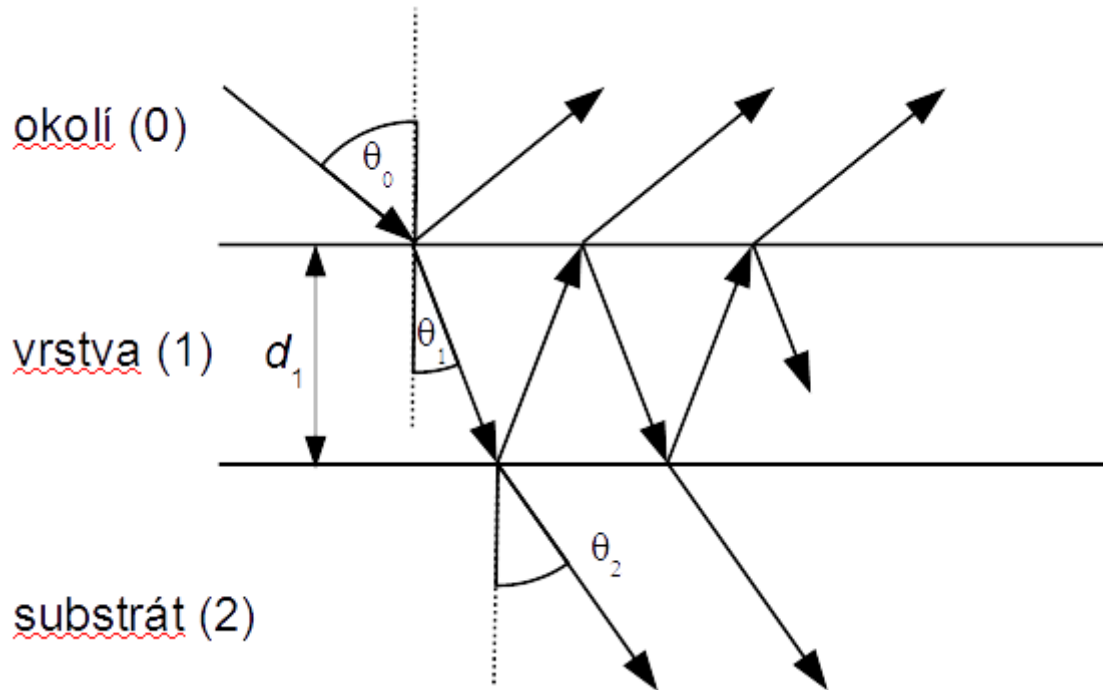
$$\sigma(\omega) = -i\omega\epsilon_0(\epsilon(\omega) - 1)$$

- reálná část optické vodivosti představuje hustotu absorpce záření, tzn. je to velmi fundamentální veličina.
- limita optické vodivosti do nulové frekvence představuje DC vodivost.
- v obecnosti jsou příspěvky do dielektrické funkce aditivní, tedy se můžou sčítat různé oscilátory, Drudeův příspěvek atp.





interference na tenké vrstvě



- výsledná vlna je dána součtem geometrické řady příspěvků
- amplitudy vlny polarizované v rovině dopadu (p) a kolmo (s) jsou následující:

$$r_p^{\text{tot}} = \frac{r_{01p} + r_{12p} e^{i2\beta}}{1 + r_{01p} r_{12p} e^{i2\beta}}, \quad r_s^{\text{tot}} = \frac{r_{01s} + r_{12s} e^{i2\beta}}{1 + r_{01s} r_{12s} e^{i2\beta}}, \quad \beta = 2\pi \frac{d_1}{\lambda} N_1 \cos \theta_1$$

- tyto vzorce jsou platné pro nejobecnější případ absorbující vrstvy na absorbujícím substrátu

vzorky k měření

- jedno a dvoufononová absorpce v LiF
- odezva volných nositelů v dopovaném křemíku
- interference na vrstvě
- vysokoteplotní supravodič $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$

Inverzní (regresní) problém:

- měříme výsledek (odezvu), ne přímo vlastnosti materiálu
- vlastnosti materiálu (optické konstanty, anizotropie, tloušťky, nehomogenity...) jsou často spjaty s odezvou nelineárními a transcendentními rovnicemi, které nelze analyticky invertovat
- řešení je nutno hledat numericky, minimalizací rozdílu předpovědi modelu a měřených dat:

$$M = \sum_{\omega} \frac{(R_{\text{teor}}(\omega) - R_{\text{exp}}(\omega))^2}{\delta R_{\text{exp}}^2(\omega)} + \dots + \frac{(T_{\text{teor}}(\omega) - T_{\text{exp}}(\omega))^2}{\delta T_{\text{exp}}^2(\omega)} \dots +$$

implementace regresního algoritmu („fitování“)

- hledání hodnot parametrů funkce prokládáním dat
 - resp. hledání hodnot parametrů, jejich chyb a korelační matice
- neoptimálnější numerická implementace minimalizace čtverců odchylek je Marquardt-Levenbergův (ML) algoritmus. Kdo chce vědět více, chodte na Numerické metody, J. Chaloupka
- implementace ML algoritmu:
 - **gnuplot:**
 - nejrychlejší způsob fitování („na pár řádků“)
 - volně stažitelný program
 - možnost definovat (i komplexní) složité funkce po částech
 - pro rozsáhlejší problémy může být příliš jednoúčelové příp. pomalé, avšak pro praktikum bohatě dostačující
 - implementace i Gaussova příp. Gassova-Lorentzova profilu
 - **python:** (doporučené pro vaše účely)
 - skriptovací jazyk, nezávislý na platformách (linux, Windows)
 - implementovány různé minimalizační procedury včetně ML, viz scipy, numpy, ale **hlavně LMFIT**
 - pro složitější funkce pomalé

- **C:**
 - v GSL(Gnu scientific library) implementovány různé minimalizační procedury včetně ML
 - velmi rychlé
- **C++:**
 - přirozeně opět možno použít GSL
 - implementace ML od P. Mikulíka na <http://www.sci.muni.cz/~mikulik/freewareCZ.html#marqfitp>
 - velmi rychlé, pro rozsáhlejší programy možnost využití všech výhod objektového programování
 - grafická implementace Qt
- řada dalších programových balíčků
 - **Octave** (zdarma) a **Matlab**,
 - **Origin**, placené, **QtiPlot** (obtížné až nereálné pro složitější funkce)
 - **LabView**
 - **Reffit**: volně stažitelný program na analýzu optických dat s implementací ML algoritmu, viz <http://optics.unige.ch/alexey/reffit.html>
 - bohužel black-box program

Ukázka kódu v pythonu pro fitování odrazivosti n-Si

```
import numpy as np
from lmfit import Minimizer, Parameters, fit_report

#nacteni dat do matice
data=np.loadtxt('Data.dat')
xdata=data[:,0]
ydata=data[:,1]

#definice residualu: rozdilu fitovane funkce a dat
def residual(params, x, y):
    #rozbaleri hodnot parametru ze slovníku
    eINF=params['eINF']
    w=params['w']
    g=params['g']
    e = eINF-w**2/(x*(x+1)*g) # dielektrická funkce
    N = e**0.5 # index lomu
    R = abs((N-1)/(N+1))**2-y # odrazivost
    return R

params = Parameters()#definice objektu s parametry pro model
#zde se definují jména parametru, jejich startovací hodnoty a zda se fitují či nikoliv
params.add('eINF', value=9,vary=True)
params.add('w', value=1780,vary=True)
params.add('g', value=300,vary=True)
original=ydata+residual(params,xdata,ydata) # Modelové spektrum se startovními parametry

minner = Minimizer(residual, params, fcn_args=(xdata,ydata)) #fitování
result = minner.minimize() #zde jsou výsledky
final = ydata + result.residual # calculate final result: data + residual
```

Ukázka kódu v gnuplotu pro fitování odrazivosti n-Si

```
#funkce musi byt v takovem poradí, aby az skript dojde k reflektivite, tak aby znal vsechny funkce co do ni ma vlozit
#Komplexni i se v terminologii gnuplotu pise jako {0,1}, coz znamena {0,1} = 0*Re + 1*i
e(x) = eINF+wp1**2/(-x**2-{0,1}*x*gamma1)

N(x) = sqrt(e(x)) #odmocnina z epsilon. Epsilon zavisi na w (omega).

R(x) = abs((N(x)-1)/(N(x)+1))**2 # ** je gnuplotovy termin pro ^; N(e) je N v zavislosti na e (epsilon)

# startovaci hodnoty parametru. Ve fitovani nelinearnimi funkcemi je nutne, aby byly dost blizko optimalnim hodnotam
eINF = 9
wp1 = 1780
gamma1 = 300

#fitovani. Jen pro zobrazeni funkce se startovacimi parametry --- DULEZITE!!! --- zaremovat znakem # nasledujici radku.
fit R(x) 'data.dat' using 1:2 via eINF, wp1, gamma1

#vykresleni dat a funkce
plot "data.dat" using 1:2 title "data" w l, R(x) w l title "fit,,

# vysledky fitu gnuplot uklada do souboru fit.log
```

Vyhodnocení výsledku fitu

- Kvalitní regresní program vypočte kromě parametrů i jejich chyby. (Relativní) velikost chyby je mírou citlivosti metody na daný parametr. Vyhodnocení velikosti chyb je zcela zásadní krok v evaluaci:
koukat na chyby, koukat na chyby a koukat na chyby...
- dobrý regresní program by měl taktéž vypočítat korelační matici. Vysoké hodnoty elementů korelační matice (>95%) ukazují na korelované (svázané) parametry. Model není citlivý na parametry zvláště ale typicky na součin nebo podíl, případně součet apod.
- Více matematické metody zpracování měření, F. Munz

Vědecká metoda

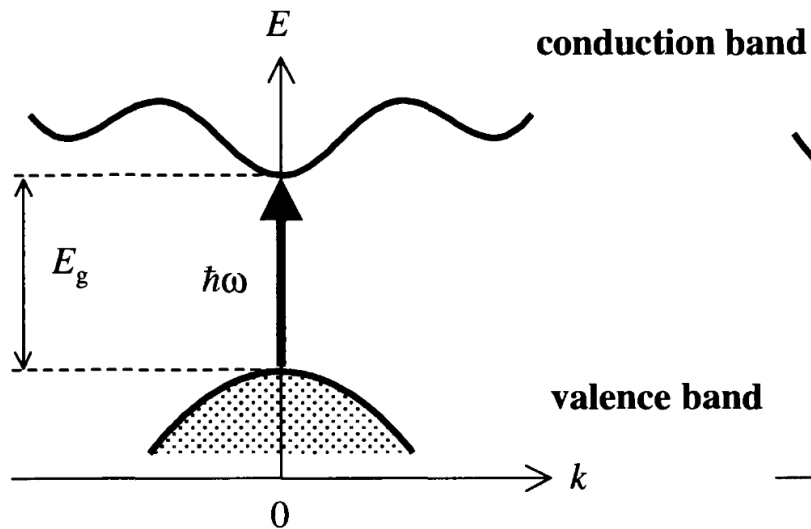
- Změřte data
- formulujte hypotézu (model)
- testujte hypotézu na naměřených datech včetně analýzy chyb
- opakujte od začátku

důležitá poznámka: Nikdy nemůžete dokázat, že hypotéza je správná. Pouze můžete ukázat, že je nesprávná, pokud neprojde testem, nebo že prošla testem (je koroborována). Více viz K. Popper, Logika vědeckého zkoumání

Absorpční hrana polovodičů

- Cíl úlohy: analýza absorpce v okolí nepřímého přechodu v polovodiči, určení příspěvků přechodů s absorpcí a emisí fononu

Přímý přechod



- Absorpce fotonu způsobuje přechod ze stavu valenčního pásu E_i do stavu E_f vodivostního pásu. Jelikož foton má zanedbatelný kvaziimpuls $\hbar k \sim 0$, je přechod „vertikální“

Zák. zach. en.:

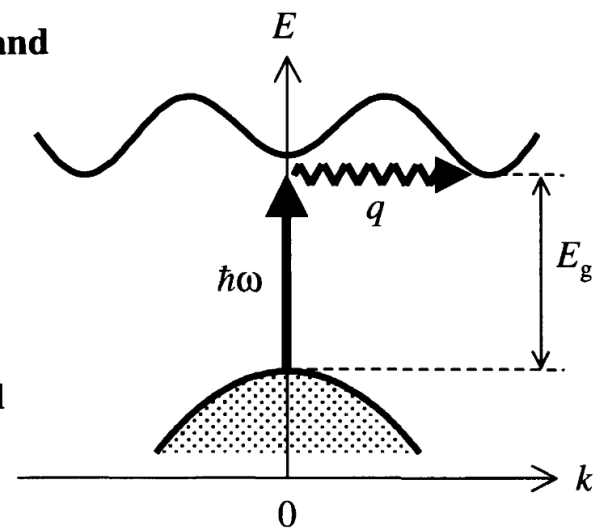
$$E_f = E_i + \hbar\omega$$

Zák. zach. kvaziimpulzu:

$$\hbar k_f = \hbar k_i + \hbar k$$

$$\hbar k_f \approx \hbar k_i$$

Nepřímý přechod



- Excitace elektronu z valenčního stavu E_i do vodivostního stavu E_f za účasti absorpce (+) nebo emise (-) fononu s energií $\hbar\Omega$ a kvaziimpulsem $\hbar q$:

Zák. zach. en.:

$$E_f = E_i + \hbar\omega \pm \hbar\Omega$$

$$\hbar k_f = \hbar k_i \pm \hbar q$$

Přímý přechod

míra absorpce vyjádřena imaginární částí dielektrické funkce, nebo absorpčního koeficientu

$$\epsilon_2(E) = \frac{D}{E^2} \sqrt{E - E_g}$$

- přímé a dovolené přechody jsou řádově silnější než nepřímé a nedovolené

Nepřímý přechod

nepřímý přechod s emisí fononu:

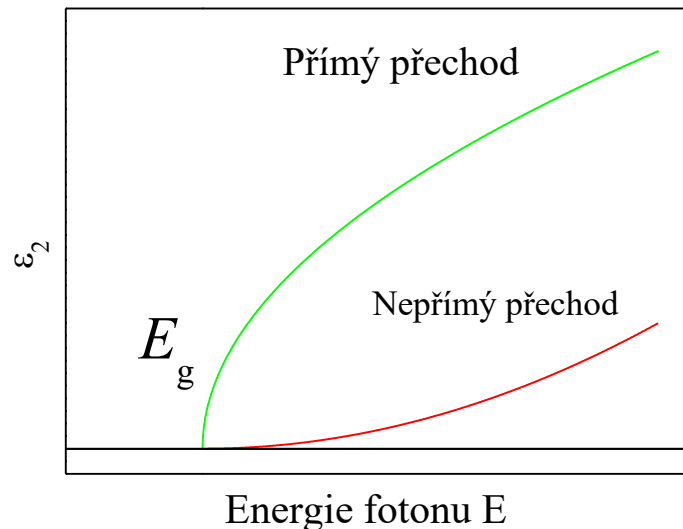
$$\epsilon_2^+(E) = \frac{D^+}{E^2} (1 + n_B)(E - E_g - E_B)^2$$

nepřímý přechod s absorpcí fononu:

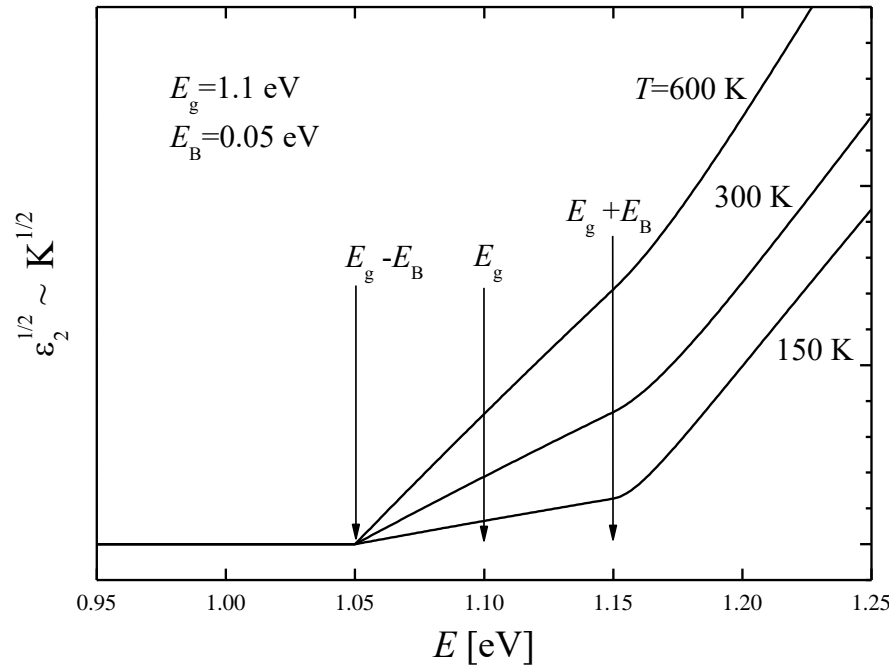
$$\epsilon_2^-(E) = \frac{D^-}{E^2} n_B (E - E_g + E_B)^2$$

$$n_B = (\epsilon^{E_B/kT} - 1)^{-1}$$

je Bose-Einsteinova statistika a D^+ a D^- jsou konstanty



struktura absorpční hrany nepřímého přechodu



- intenzity větví:

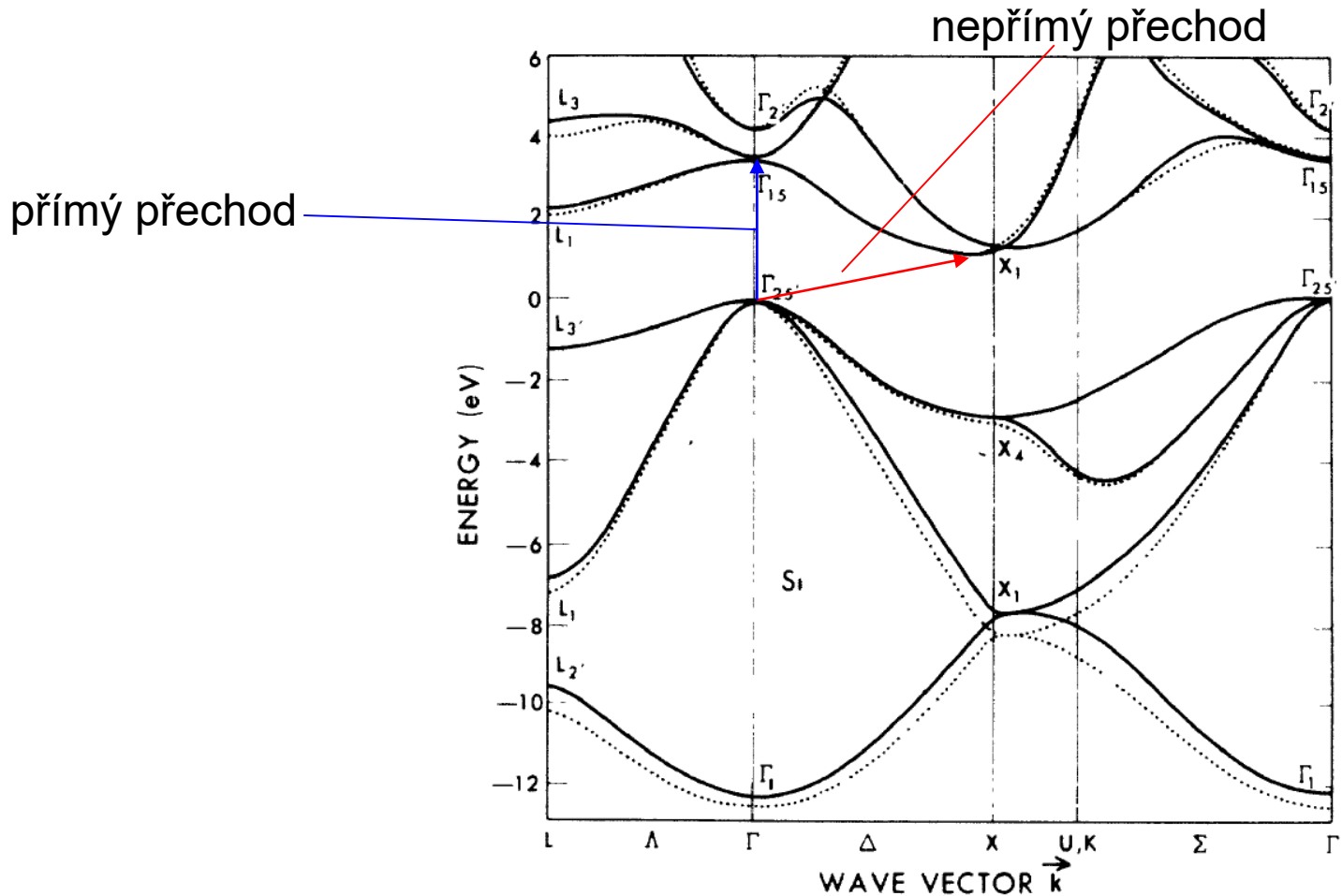
Absorpce fononu: $(E_g - E_B)$: úměrné n_B = koeficient stimulované absorpce

Emise fononu: $(E_g + E_B)$: úměrné $1 + n_B$ = koeficient stimulované emise

kde n_B je počet fononů dán Bose-Einsteinovým rozdělením

$$n_B = \frac{1}{e^{E_B/kT} - 1}$$

teoretická pásová struktura Si



Cohen and Chelikowsky,
Solid-State Sciences 75,
Springer-Verlag 1988

FIG. 2. Band structure for Si as determined from a local-pseudopotential calculation (dotted line) and an energy-dependent nonlocal-pseudopotential calculation (solid line).

teoretická pásová struktura Ge:

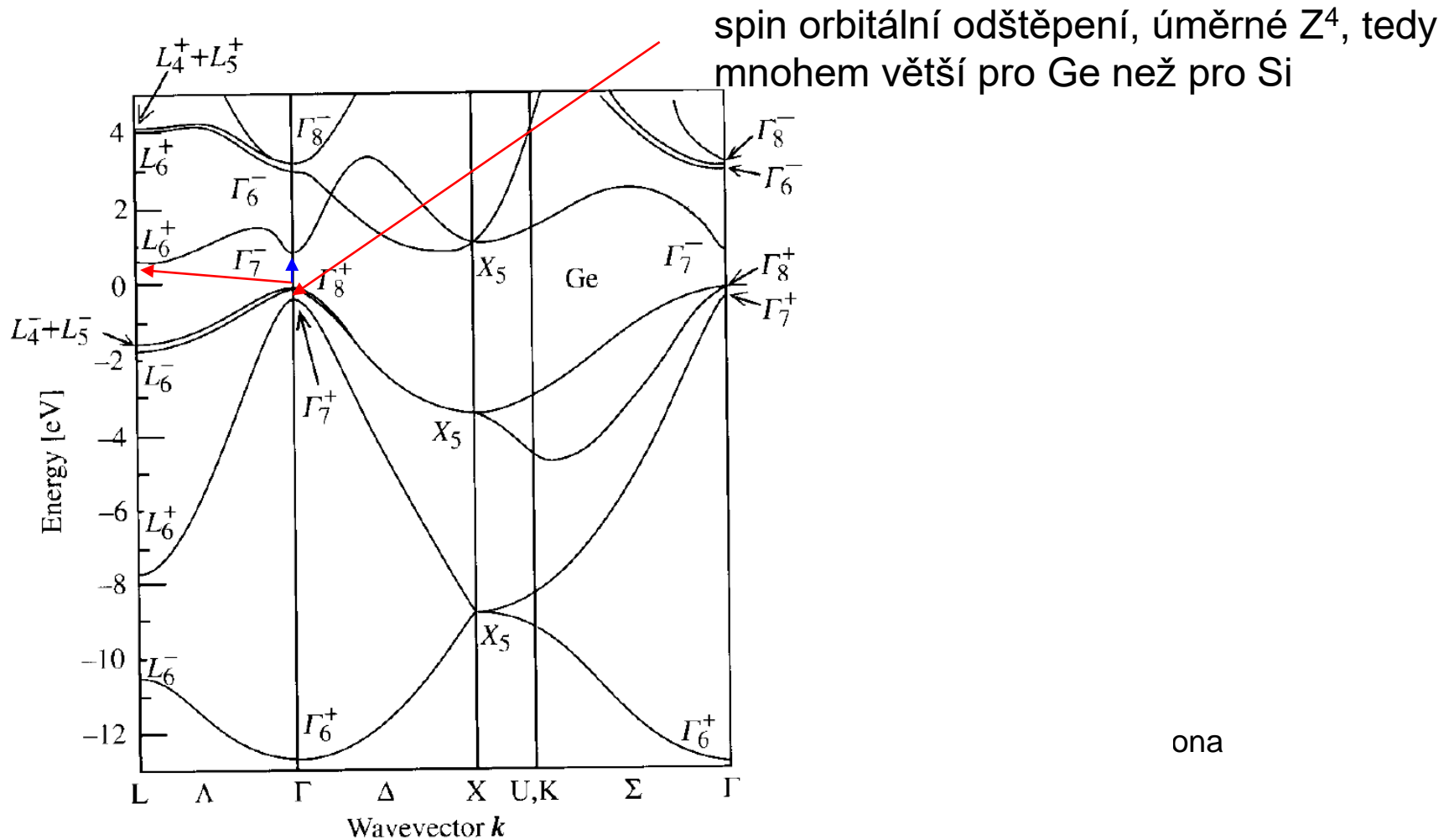


Fig. 2.13. Electronic band structure of Ge calculated by the pseudopotential technique. The energy at the top of the filled valence bands has been taken to be zero. Note that, unlike in Fig. 2.10, the double group symmetry notation is used [Ref. 2.6, p. 92]

Propagace elektromagnetické vlny

Postupná vlna: $E(x, t) = E_0 e^{-i(\omega t - kx)}$, $k = \frac{2\pi}{\lambda}$

$$\lambda = vT = \frac{cT}{N(\omega)} = \frac{\lambda_0}{N(\omega)}$$

λ_0 ... vln. délka ve vakuu

$$k = \frac{2\pi N(\omega)}{\lambda_0} = \frac{2\pi}{\lambda_0} (n(\omega) + i\kappa(\omega))$$

$$E(x, t) = E_0 e^{-i(\omega t - \frac{2\pi n(\omega)}{\lambda_0} x)} e^{-\frac{2\pi}{\lambda_0} \kappa(\omega) x}$$

$$I(x, t) = |E(x, t)|^2 = I_0 e^{-\frac{4\pi}{\lambda_0} \kappa(\omega) x} = I_0 e^{-K x}$$

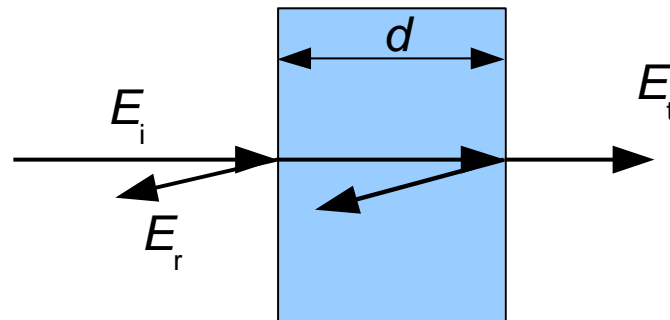
• koeficient absorpce: $K = \frac{4\pi}{\lambda_0} \kappa \left(= \frac{\omega \epsilon_2(\omega)}{cn(\omega)} \right)$

- nejedná se přesně řečeno o absorpci, a obsahuje i $n(\omega)$. Jedná se o exp. pokles. Např. při totální odraze intenzita exp. klesá, ale žádná energie se neabsorbuje.

„nejjednodušší“ experiment: propustnost

Propustnost:

Pokud se neuplatňují vícenásobné odrazy uvnitř vzorku, pak pro prošlou intenzitu platí



$$I_d = I_0(1 - R)^2 e^{-Kd}$$

exponenciální pokles se nazývá Beer-Lambertův zákon

- měření i velmi malých koeficientů absorpce na velkých tloušťkách
- započtení nekoherentních odrazů uvnitř vrstvy (tlustá vrstva)

odrazivost

$$i_r = \frac{I_r}{I_0} = R \left[1 + \frac{(1 - R)^2 e^{-2Kd}}{1 - R^2 e^{-2Kd}} \right]$$

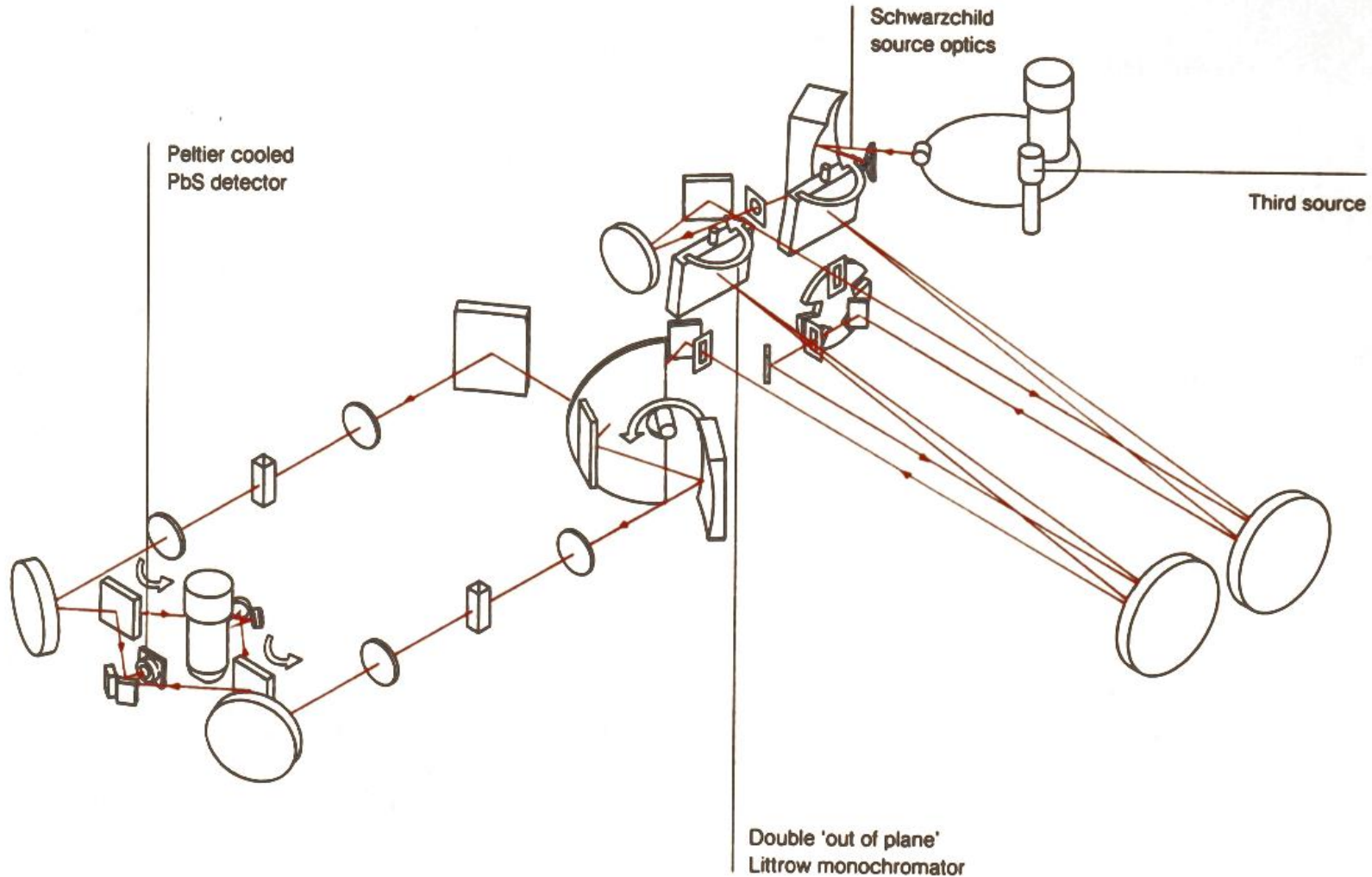
propustnost

$$i_d = \frac{I_d}{I_0} = \frac{(1 - R)^2 e^{-Kd}}{1 - R^2 e^{-2Kd}}$$

- spektrometr Varian Cary 5E
- frekvenční rozsah 0.4-6.5 eV (3000 -185 nm)



- dvoukanálově měření pro odstranění časové nestability
- PbS detektor, zakázaný pás 0,37eV, chlazený Peltierovým efektem
- fotonásobič pro VIS-UV
- halogenová žárovka (IR –VIS), detektorová výbojka (UV)
- disperzní dvoumřížkový monochromátor, vysoké rozlišení ~ 0.1 nm



Ramanova spektroskopie, P. Klenovský



Sir Chandrasekhara
Venkata Raman
- 1930 nobelova
cena za objev
neelastického
rozptylu světla

- hlavně používaná na měření frekvencí fononů (vibrační spektroskopie)

$$\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$$

- chemické složení, příměsi, mechanické napětí
- relativně dobré prostorové rozlišení díky fokusaci laserového paprsku (difrakčně limitované)

Ramanova spektroskopie

- Část záření dopadajících na materiál se rozptýlí na nehomogenitách materiálu (buď statických nebo dynamických). V případě dynamických nehomogenit (vibrace a jiné excitace) se záření rozptyluje na odlišných frekvencích než dopadající záření.
- Ramanova spektroskopie je nejčastějším zástupcem rodiny rozptylových spektroskopií, v tomto případě neelastický rozptyl.
- Brillouinova spektroskopie – rozptyl na akustických fononech – principiálně to samé co Ramanova spektroskopie, jen na frekvencích mnohem blíže excitačnímu záření

princip Ramanova rozptylu

- Elektromagnetická vlna v mediu indukuje polarizaci

$$\mathbf{F}(\mathbf{r}, t) = \mathbf{F}_i(\mathbf{k}, \omega) \cos(\mathbf{k}_i \cdot \mathbf{r} - \omega_i t)$$

$$\mathbf{P}(\mathbf{r}, t) = \mathbf{P}(\mathbf{k}_i, \omega_i) \cos(\mathbf{k}_i \cdot \mathbf{r} - \omega_i t).$$

Vztah mezi amplitudami je dán elektrickou susceptibilitou

$$\mathbf{P}(\mathbf{k}_i, \omega_i) = \chi(\mathbf{k}_i, \omega_i) \mathbf{F}_i(\mathbf{k}_i, \omega_i).$$

Medium je modulováno vibrační vlnou (fononem)

$$\mathbf{Q}(\mathbf{r}, t) = \mathbf{Q}(\mathbf{q}, \omega_0) \cos(\mathbf{q} \cdot \mathbf{r} - \omega_0 t)$$

Tuto (malou) modulaci vyjádříme pomocí Taylorova rozvoje

$$\chi(\mathbf{k}_i, \omega_i, \mathbf{Q}) = \chi_0(\mathbf{k}_i, \omega_i) + (\partial\chi/\partial\mathbf{Q})_0 \mathbf{Q}(\mathbf{r}, t) + \dots,$$

Celková polarizace se potom skládá z komponenty indukované vnějším polem

$$\mathbf{P}_0(\mathbf{r}, t) = \chi_0(\mathbf{k}_i, \omega_i) \mathbf{F}_i(\mathbf{k}_i, \omega_i) \cos(\mathbf{k}_i \cdot \mathbf{r} - \omega_i t)$$

a vibrací

$$\mathbf{P}_{\text{ind}}(\mathbf{r}, t, \mathbf{Q}) = (\partial\chi/\partial\mathbf{Q})_0 \mathbf{Q}(\mathbf{r}, t) \mathbf{F}_i(\mathbf{k}_i, \omega_i) \cos(\mathbf{k}_i \cdot \mathbf{r} - \omega_i t)$$

celková polarizace je tedy:

$$\mathbf{P}(\mathbf{r}, t, \mathbf{Q}) = \mathbf{P}_0(\mathbf{r}, t) + \mathbf{P}_{\text{ind}}(\mathbf{r}, t, \mathbf{Q}),$$

princip Ramanova rozptylu

polarizaci indukovaná
vibrací je tedy

$$\mathbf{P}_{\text{ind}}(\mathbf{r}, t, \mathbf{Q}) = (\partial\chi/\partial\mathbf{Q})_0 \mathbf{Q}(\mathbf{q}, \omega_0) \cos(\mathbf{q} \cdot \mathbf{r} - \omega_0 t) \\ \times \mathbf{F}_i(\mathbf{k}_i, \omega_i) \cos(\mathbf{k}_i \cdot \mathbf{r} - \omega_i t)$$

což pomocí vzorců pro
trigonometrické funkce
lze přepsat na

$$= \frac{1}{2} (\partial\chi/\partial\mathbf{Q})_0 \mathbf{Q}(\mathbf{q}, \omega_0) \mathbf{F}_i(\mathbf{k}_i, \omega_i t) \\ \times \{ \cos[(\mathbf{k}_i + \mathbf{q}) \cdot \mathbf{r} - (\omega_i + \omega_0)t] \\ + \cos[(\mathbf{k}_i - \mathbf{q}) \cdot \mathbf{r} - (\omega_i - \omega_0)t] \}.$$

rozptýlené záření je na frekvenci nižší
(Stokesova větev)

$$\omega_S = (\omega_i - \omega_0)$$

a vyšší (anti-Stokesova větev)
než dopadající záření

$$\omega_{AS} = (\omega_i + \omega_0).$$

Ramanská spektra sfaleritové struktury pod 90°

geometrie 90 stupňů, nepolarizované spektra

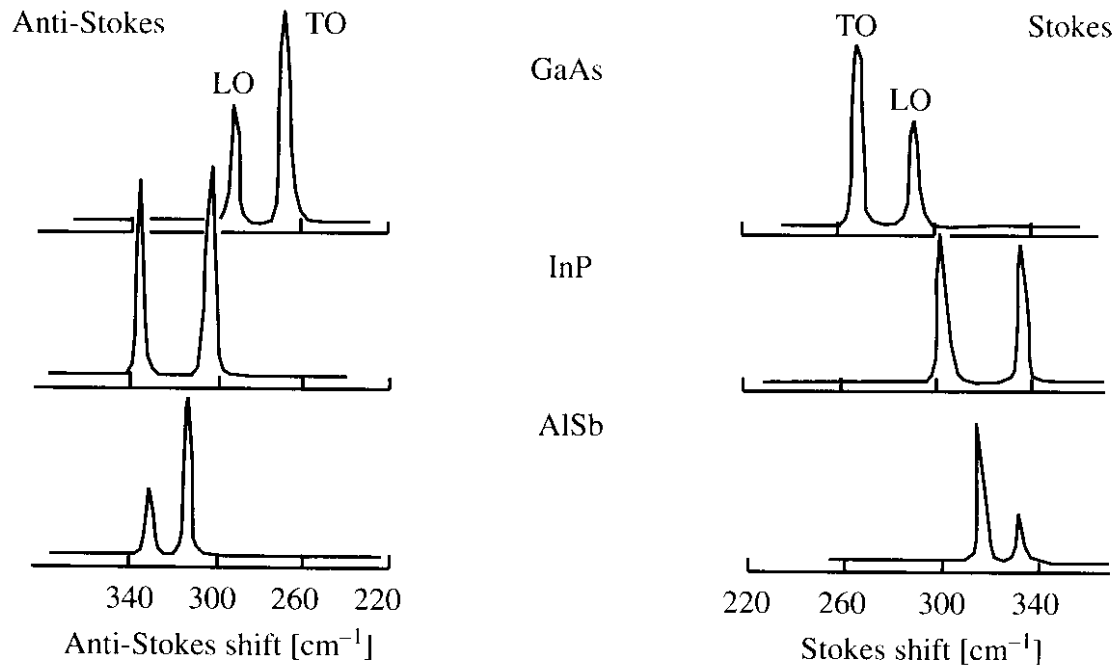
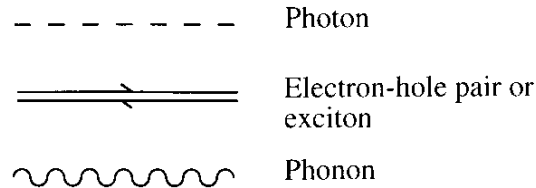


Fig. 7.21. Raman spectra of three zinc-blende-type semiconductors showing the TO and LO phonons in both Stokes and anti-Stokes scattering. (From [7.61])

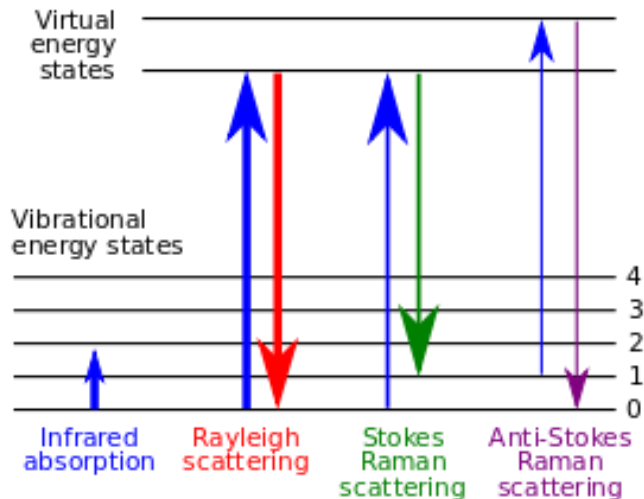
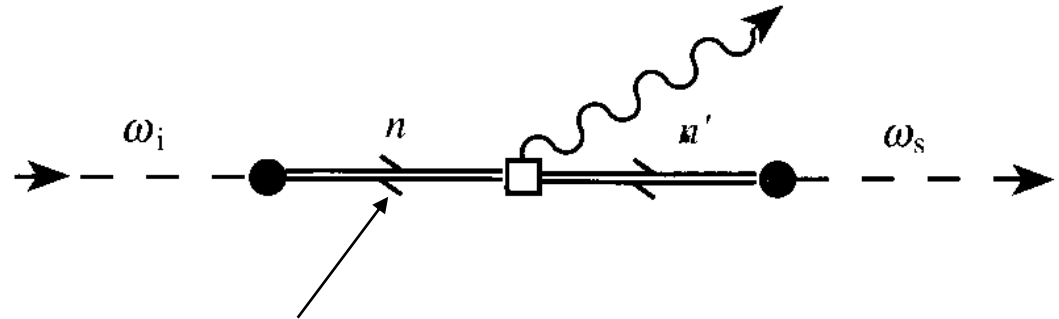
- typickým ramanským signálem jsou vibrační pásy. Ramanská spektroskopie se tedy vedle infračervené spektroskopie řadí k tzv. vibračním spektroskopiím
- velmi vzácně se v ramanském spektru detekují příspěvky vodivostních elektronů

Kvantový popis Ramanova rozptylu

Propagators



Feynmanův diagram Ramanova rozptylu (jedna z několika možností, viz. Yu-Cardona)



excitované stavy jsou tzv. virtuální (žijí krátkou dobu danou relacemi neurčitosti mezi energií a časem). Můžou být např. uvnitř zakázaného pásu. Toto je zásadní rozdíl oproti luminiscenci, která excituje pár elektron-díra pouze do reálných stavů uvnitř pásové struktury

Ramanův tenzor

celková rozptýlená intenzita

$$I_s \propto \left| \mathbf{e}_i \cdot \left(\frac{\partial \chi}{\partial \mathbf{Q}} \right)_0 \mathbf{Q}(\omega_0) \cdot \mathbf{e}_s \right|^2$$

směr dopadajícího zář.

směr
rozptýleného
zář.

závisí na tenzoru druhého řádu,
kterému se říká Ramanův

$$\mathcal{R} = \left(\frac{\partial \chi}{\partial \mathbf{Q}} \right)_0 \hat{\mathbf{Q}}(\omega_0)$$

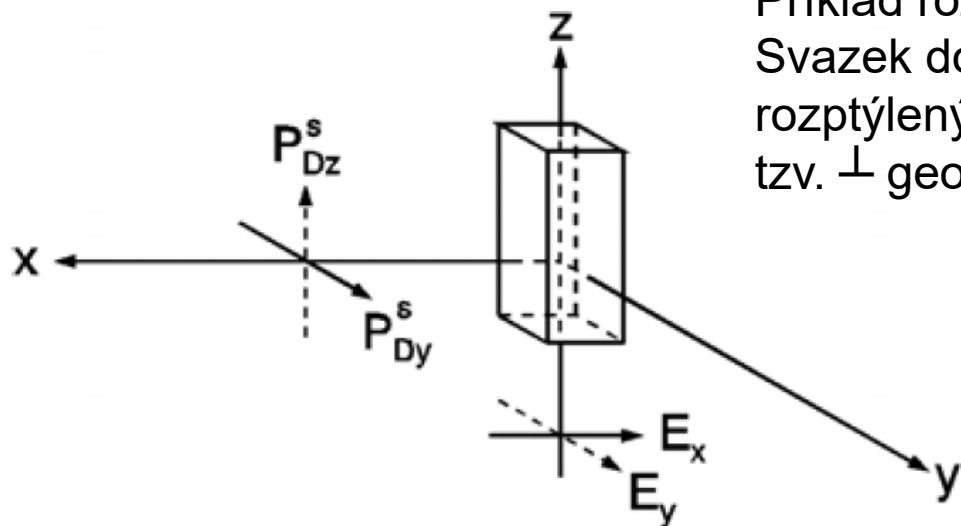
- symetrie krystalu a vibrací určuje, které komponenty Ramanova tenzoru jsou nenulové.
- např. v centrosymetrických krystalech jsou vibrace buď sudé nebo liché při inverzi. Jelikož je krystal invariální při inverzi, jeho tenzorové vlastnosti musí zůstat zachovány při této operaci. Jelikož však Q mění znaménko,

$$\left(\frac{\partial \chi}{\partial \mathbf{Q}} \right)$$

musí být rovno nule (je to tenzor třetího řádu)

proto Ramanský tenzor lichých vibrací v centrosymetrických krystalech je nula

Porto notace



Příklad rozptylové geometrie pod 90 stupni.
Svazek dopadá podle osy z, polarizovaný v ose x
rozptýlený svazek podél osy x, polarizovaný v ose y
tzv. \perp geometrie

Fig. 9.5. Beam and sample geometry for 90° scattering; (full drawn arrows: (\parallel , \perp)-geometry, dashed arrows: (\perp , \parallel)-geometry)

Porto notace

a(bc)d, písmena odpovídají
kartézským osám

Příklad na obrázku má porto notaci z(xy)x

a,d ... směr dopadajícího
a rozptýleného záření

b,c... polarizace dopadajícího a rozptýleného záření

příklad Ramanova tenzoru pro sfaleritovou strukturu (GaAs, ZnSe, InSb...)
transversální optický fonon polarizovaný ve směru:

$$\mathcal{R}(X) = \begin{bmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & d \\ 0 & d & 0 \end{bmatrix} \quad \mathcal{R}(Y) = \begin{bmatrix} 0 & 0 & d \\ 0 & 0 & 0 \\ d & 0 & 0 \end{bmatrix} \quad \mathcal{R}(Z) = \begin{bmatrix} 0 & d & 0 \\ d & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$

Table 7.2. Raman selection rules for backscattering geometries in zinc-blende-type crystals. d_{TO} and d_{LO} denote the non-zero Raman tensor elements for the TO and LO phonons, respectively. y' and z' denote the $[011]$ and $[0\bar{1}1]$ axes, while x'' , y'' and z'' denote the set of three mutually perpendicular $[111]$, $[\bar{1}\bar{1}0]$ and $[11\bar{2}]$ axes (see Problem 7.4)

Infračerveně aktivní jak
TO tak LO fonony.
Toto je rozdíl oproti
infračervené spektroskopii

Scattering geometry	Selection rule	
	TO phonon	LO phonon
$x(y, y)\bar{x}; x(z, z)\bar{x}$	0	0
$x(y, z)\bar{x}; x(z, y)\bar{x}$	0	$ d_{\text{LO}} ^2$
$x(y', z')\bar{x}; x(z', y')\bar{x}$	0	0
$x(y', y')\bar{x}; x(z', z')\bar{x}$	0	$ d_{\text{LO}} ^2$
$y'(x, x)\bar{y}'$	0	0
$y'(z', x)\bar{y}'$	$ d_{\text{TO}} ^2$	0
$y'(z', z')\bar{y}'$	$ d_{\text{TO}} ^2$	0
$x''(z'', z'')\bar{x}''$	$(2/3) d_{\text{TO}} ^2$	$(1/3) d_{\text{LO}} ^2$
$x''(z'', y'')\bar{x}''$	$(2/3) d_{\text{TO}} ^2$	0

Ramanský spektrometr

- monochromatické buzení laserem nejčastěji ve viditelné oblasti, ale možno v infra nebo UV
- velmi častá kombinace se standardním (optickým) mikroskopem - fokusace svazku na difrakční limitu cca ~ mikrometry. Malá fokální stopa je výhodou oproti infračervené spektroskopii.
- spektrometry:
 - klasické řešení pomocí trojného monochromátoru – nutnost odstínit primární laser
 - velmi časté moderní řešení pomocí notch filteru (blokuje pás frekvencí) + jednomřížkový monochromátor
- typicky multikanálová detekce pomocí CCD (chlazeného peltierovsky nebo kap. dusíkem)
- i přesto že se jedná o rozptyl (tedy jev vyššího řádu než infračervená spektroskopie) tak použití velmi citlivých multikanálových detektorů (viditelná oblast) vede k rozumně krátkým akumulacním dobám v řádu 1s-10 min

geometrie měření Ramanského rozptylu

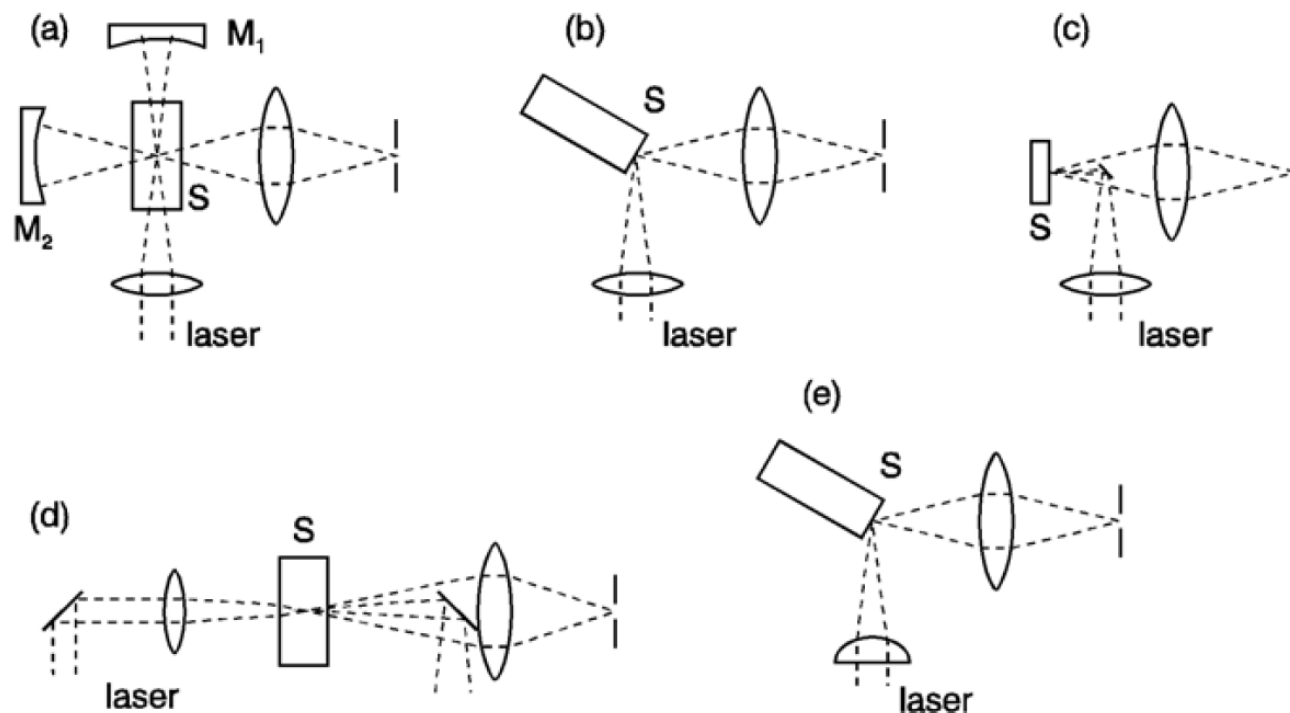
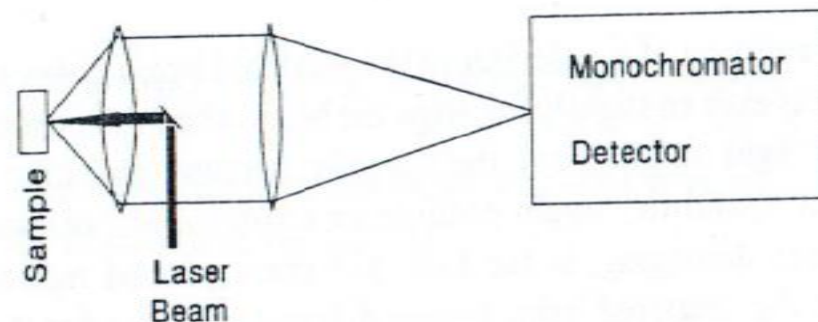
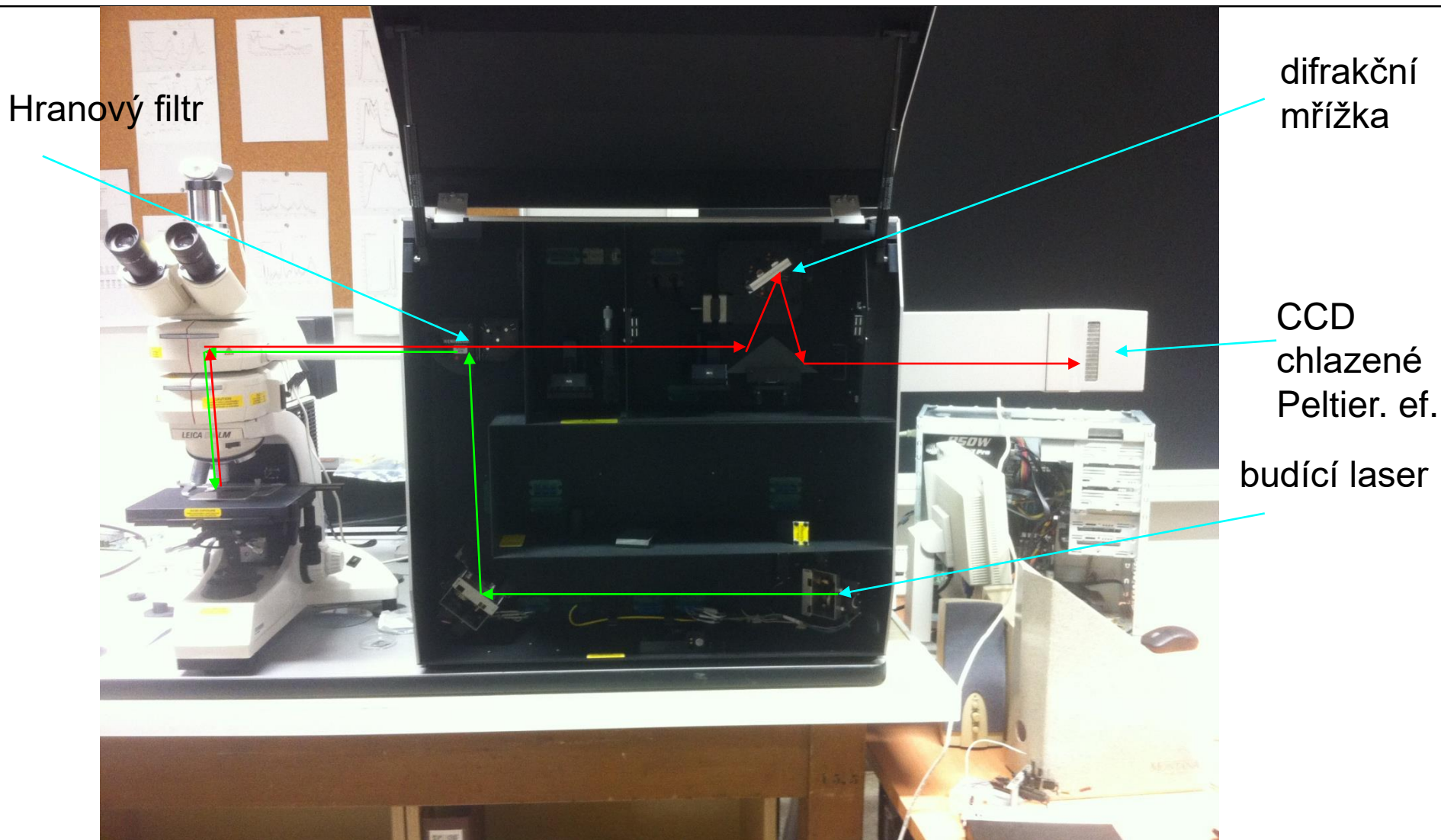


Fig. 9.1. Various geometries for light-scattering experiments: 90° scattering for transparent crystals (a), 90° scattering for absorbing crystals (b), 180° backscattering (c), 0° forward scattering (d), and line focus (e); (S: sample, M_{1,2}: mirrors)



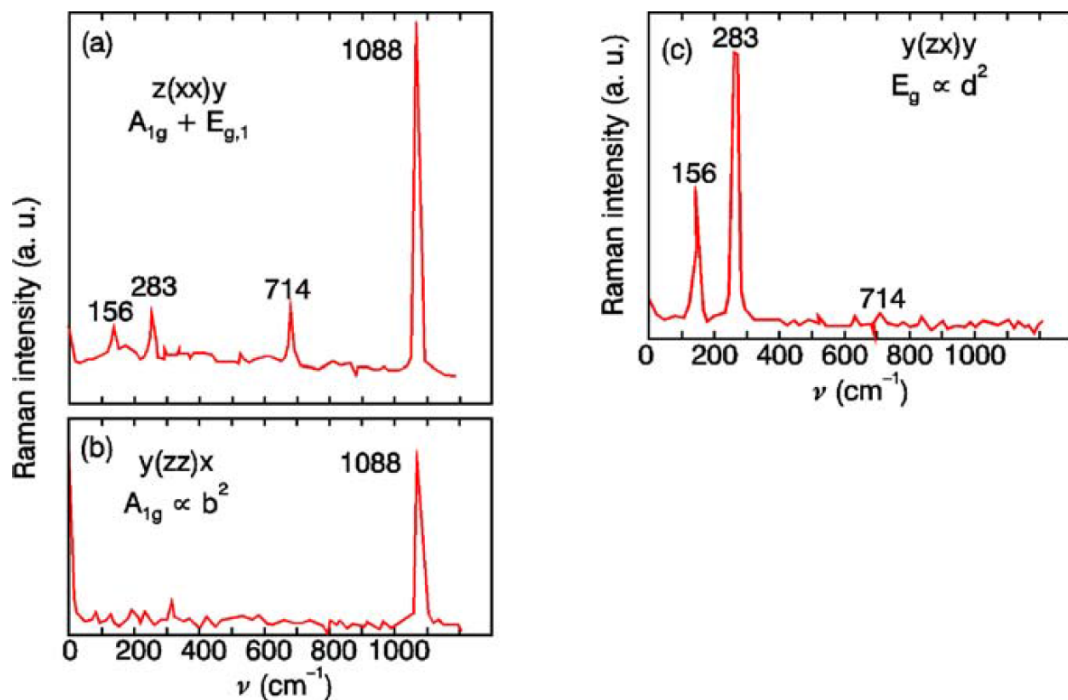
- zpětný rozptyl použitý kompatibilní s mikroskopem. Fokuse laseru a sběr Ramanova záření je tou samou čočkou.

Ramanský spektrometr Renishaw na UFKL



- dnes nejčastější geometrie zpětného rozptylu s použitím mikroskopu. Fokuse laseru a sběr je tou samou čočkou. Použití hranového filtru (edge filteru) na odstínění primárního laseru

Ramanská spektra kalcitu CaCO_3



Porto notace
 $a(bc)d$, písmena odpovídají
 kartézským osám

a, d ... polarizace dopadajícího
 a rozptýleného záření

b, c ... krystalový směr polarizací
 (natočení krystalu)

Fig. 9.6. Raman spectra of calcite for different scattering geometries. The four lines in (a) can be either A_{1g} or E_g . From (b) the mode at 1088 cm^{-1} is A_{1g} , from (c) the modes at 156 and 283 cm^{-1} are E_g , and thus the mode at 714 cm^{-1} is also E_g ; after [9.4]

CaCO_3 má bodovou grupu symetrie D_{3d} s 27 optickými módy:

$$\Gamma^{(3N-3)} = A_{1g}(\text{R}) + 3A_{2g} + 4E_g(\text{R}) + 2A_{1u} + 3A_{2u}(\text{IR}) + 5E_u(\text{IR})$$

$$A_{1g} : \begin{pmatrix} a & 0 & 0 \\ 0 & a & 0 \\ 0 & 0 & b \end{pmatrix}, \quad E_{g1} : \begin{pmatrix} c & 0 & 0 \\ 0 & -c & d \\ 0 & d & 0 \end{pmatrix}, \quad E_{g2} : \begin{pmatrix} 0 & -c & -d \\ -c & 0 & 0 \\ -d & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Ramanské tenzory pro
 dané módy

rezonanční Ramanova spektroskopie

pokud se však excitační energie budícího záření přiblíží mezipásovému (meziorbitalovému) přechodu, nastává řádové zvýšení účinnosti rozptylu, tzv. rezonanční Ramanův rozptyl. Toto je možno použít pro měření velmi tenkých vrstev nebo velmi zředěných roztoků.

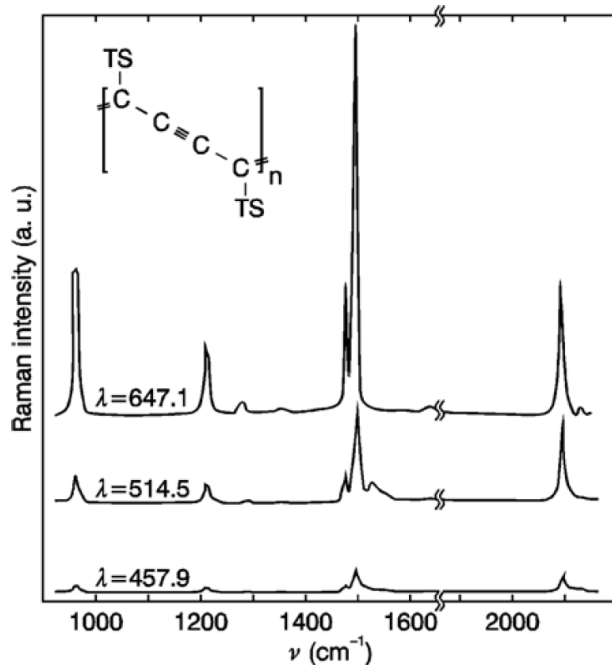


Fig. 9.14. Raman spectra of polydiacetylene-TS as excited with different lasers of equal intensity; after [9.8]. Insert: chemical structure of the polymer

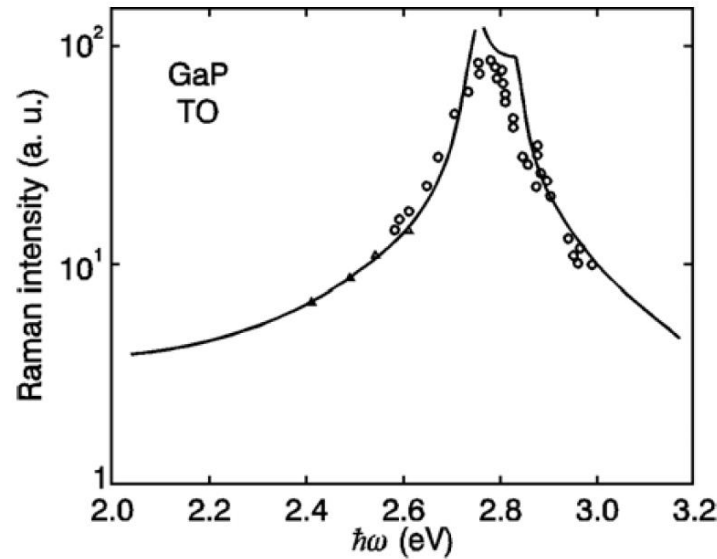
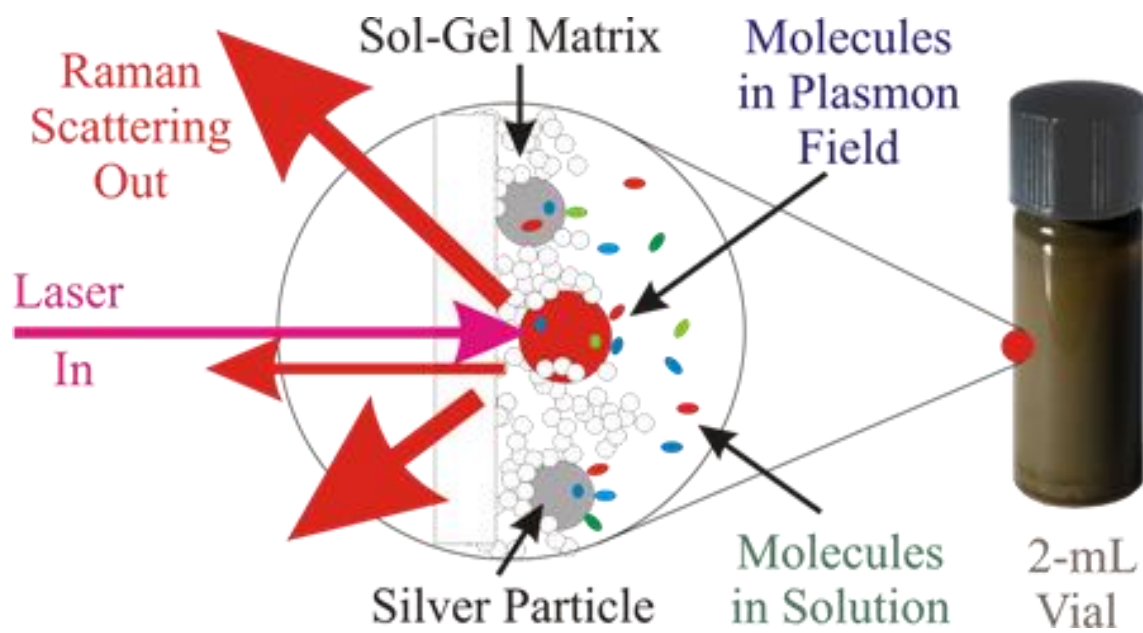


Fig. 9.15. Resonance Raman cross section for the optical mode at 365 cm⁻¹ in GaP. The full drawn line is calculated; after [9.9]

SERS (surface enhanced Raman spectroscopy)

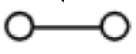




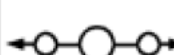
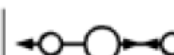

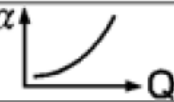
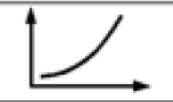


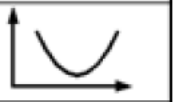




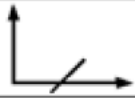
- Ramanský signál může být zesílen o mnoho řádů (až 10^7 i vyšší) když je detekovaný materiál v blízkosti strukturovaného kovového materiálu. Typicky se používá buď drsná kovová podložka nebo nanokuličky (zlato, stříbro).
- Světlo vybudí v kovu povrchový plazmon který na rezonanční frekvenci řádově zesílí pole a tedy i ramanský signál.



obrázkové shrnutí symetrie a výběrových pravidel

molekula se středem inverze

molekula bez středu inverze

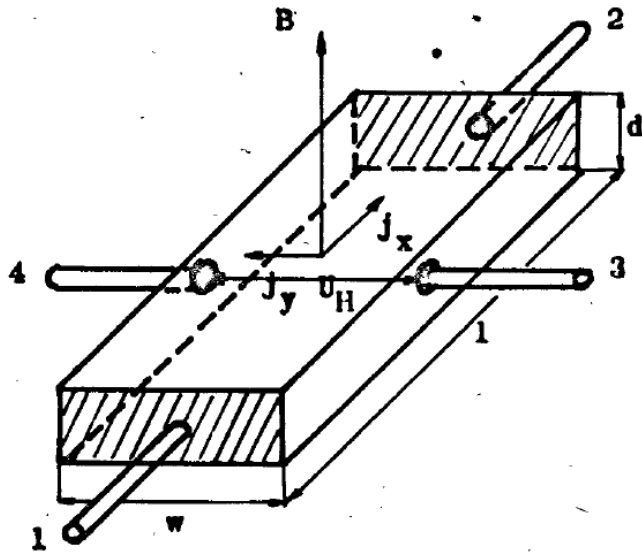
molecule					
vibration					
change of α with Q					
$\frac{d\alpha}{dQ}$	$\neq 0$	$\neq 0$	$\neq 0$	$= 0$	$= 0$
Raman active	yes	yes	yes	no	no
change of \vec{P}_D with Q					
$\frac{d\vec{P}_D}{dQ}$	$= 0$	$\neq 0$	$= 0$	$\neq 0$	$\neq 0$
infrared active	no	yes	no	yes	yes

změna susceptibility

změna dipólového momentu

- pokud má struktura střed symetrie (inverzi) pak Ramansky aktivní módy nejsou infračerveně aktivní a naopak.

Elektrická vodivost, Hallův koeficient a magnetovodivost polovodiče.



Hallův koeficient $R_H = \frac{U_H \cdot d}{B \cdot I}$

Z Hallova koeficientu můžeme získat koncentraci nositelů:

$$R_H = - \frac{1}{q \cdot n}$$

v případě, že všichni nositelé mají stejné vlastnosti.
Toto je dobrá aproximace např. pro kovy.

pokud měříme měrný odpor, získáme také pohyblivost

$$\sigma_n = q \cdot n \cdot \mu_n$$

$$\sigma_p = q \cdot p \cdot \mu_p$$

Hallův faktor r_H

v případě, že nosiče mají určité rozdělení, pak lze odvodit že
(např. Yu-Cardona, Physics of semiconductors, nebo L. Hrivnák a kol, Teória tuhých látok, 1985)

$$R_H = - r_H \cdot \frac{1}{q \cdot n}$$

kde $r_H = \frac{\langle \tau^2 \rangle}{\langle \tau \rangle^2}$

je Hallův faktor. τ je střední doba rozptylu

$$R_H = + r_H \cdot \frac{1}{q \cdot p}$$

$$r_H = 3\pi/8 \quad \text{pouze Si, n-tyt}$$

Hallův faktor je rámcově blízký k 1, ale v rozmezí cca 0.2-4, navíc tím že rozdělovací funkce je teplotně závislá. Z Hallova měření tedy získáváme koncentraci příp. mobilitu až na znalost Hallova faktoru. Hovoříme tedy o Hallově pohyblivosti a Hallově koncentraci.

Hallův faktor v Ge

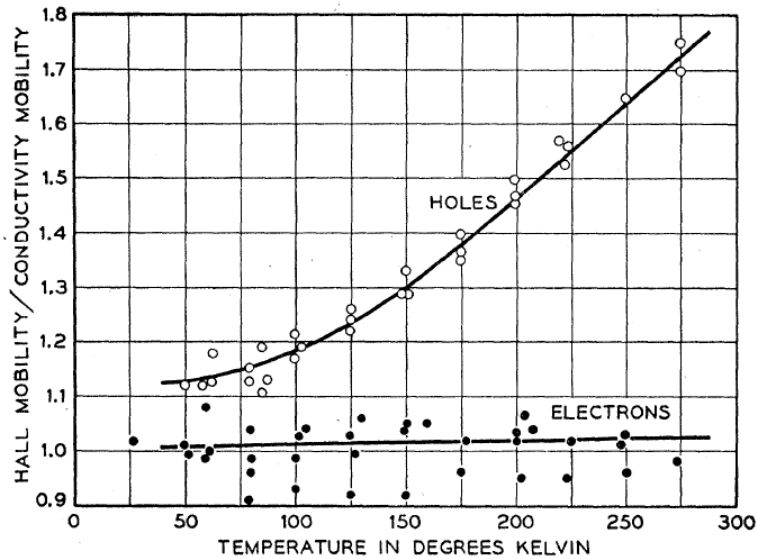
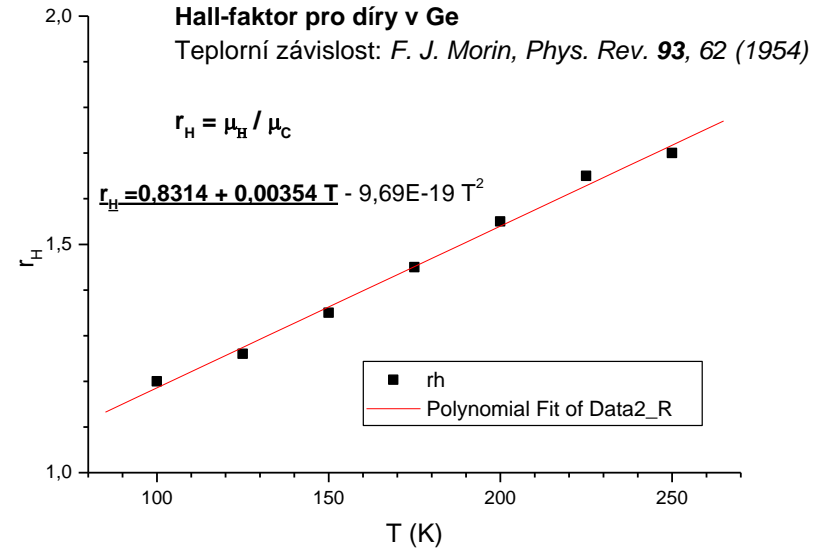


FIG. 2. Hall mobility/conductivity mobility as a function of temperature.

¹ F. J. Morin, Phys. Rev. **93**, 62 (1954).



- podíl Hallovy pohyblivosti a pohyblivosti určené z vodivosti za předpokladu konstantní koncentrace nositelů
- použijte tuto závislost na zpracování výsledků měření a zjištění koncentrace a pohyblivosti

díry: Hallův-faktor roste lineárně s teplotou (100 – 300 K) pro $T = 300$ K je $r_H = 1,89$

Halův faktor v Si

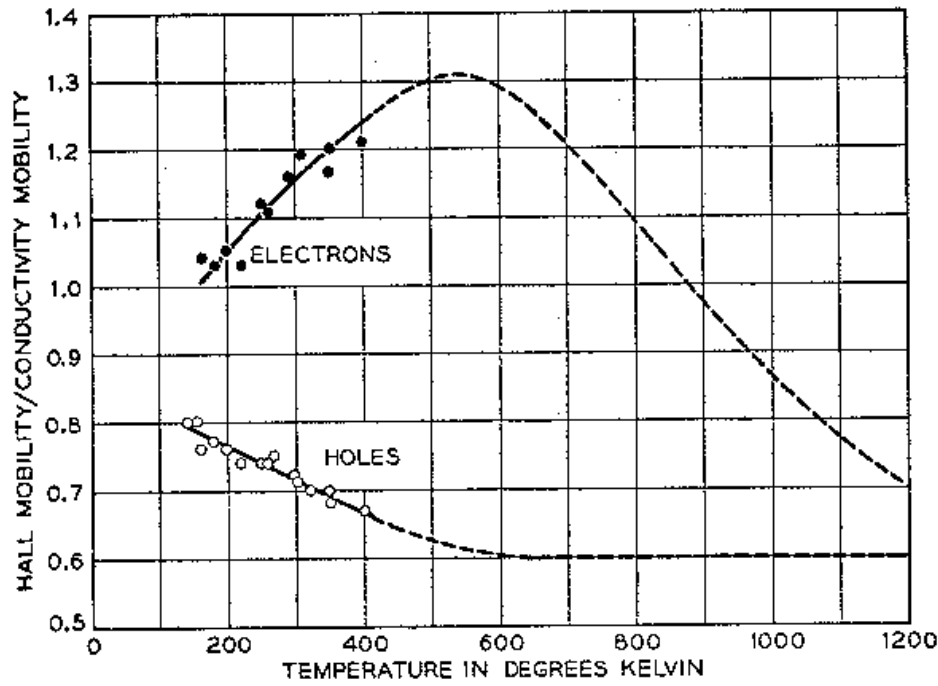


FIG. 14. Hall mobility/conductivity mobility as a function of absolute temperature for electrons and holes in silicon.

Teplotní závislost koncentrace vlastních nositelů

$$n = N_C \exp \left\{ (E_F - E_C) / kT \right\} \quad N_C = 2 \cdot (2\pi m_n \cdot k \cdot T \cdot h^{-2})^{3/2}$$

$$p = N_V \exp \left\{ (E_V - E_F) / kT \right\} \quad N_V = 2 (2\pi m_p \cdot k \cdot T \cdot h^{-2})^{3/2}$$

$$n \cdot p = n_i^2(E_g, T) = N_C N_V \exp(-E_g / kT)$$

n_i je intrinsická koncentrace, při $T = 300$ K je pro

Ge: $n_i = 2.4 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ (šířka zakázaného pásu 0.67 eV)

Si: $n_i = 1.45 \times 10^{10} \text{ cm}^{-3}$ (šířka zakázaného pásu 1.11 eV)

přibližně (pro $\mu_n/\mu_p = \text{konst}$) $R_H(T) = \text{konst.} \cdot T^{-3/2} \exp[E_g / 2kT]$

z naměření teplotní závislosti R_H v oblasti vlastní vodivosti lze určit E_g

Hallova konstanta a vodivost pro dvojí typ nositelů

$$R_H = -r_H \frac{n \cdot \mu_n^2 - p \cdot \mu_p^2}{q(n \cdot \mu_n + p \cdot \mu_p)^2}$$

$$\sigma = q \cdot n \cdot \mu_n + q \cdot p \cdot \mu_p$$

$$r_H = \frac{\langle \tau^2 \rangle}{\langle \tau \rangle^2}$$

pro dopování např. donory je podmínka nábojové neutrality: $n - N_D = p$
z ní lze odvodit že

$$n = \frac{N_D}{2} + \sqrt{\left(\frac{N_D}{2}\right)^2 + n_i^2(T)}$$

$$p = \frac{n_i^2}{n}$$

- experimentálně zjištěná pohyblivost pro Ge

elektrony: $\mu_L = 4,9 \cdot 10^7 \cdot T^{-1,66} \text{ cm}^2/\text{Vs}$

díry: $\mu_L = 1,05 \cdot 10^9 \cdot T^{-2,33} \text{ cm}^2/\text{Vs}$

koncentrace příměsí

- koncentraci příměsí N_D lze určit v oblasti příměsové vodivosti kdy $n_i \ll N_D$ a Hallův koeficient by měl být konstantní nebo
- fitováním teplotní závislosti předcházející sadou rovnic

Magnetorezistance

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_0} = \xi \cdot (\mu_H \cdot B)^2$$

pro rozptyl na akustických fononech $x=0.275$

pro částečné zkratování hallova pole je navíc magnetorezistance násobená koeficientem $k < 1$

$$\frac{\Delta \rho}{\rho_0} = k \cdot (\mu \cdot B)^2$$

k závisí na poměru délky a šířky vzorku

- principiálně je možno magnetorezistanci použít na určení pohyblivosti μ , avšak reálně koeficient k komplikuje kvantitativní zpracování
- relativně slabý efekt $\sim 1\%$. Pro větší efekty je třeba použít spintroniku, viz gigantická magnetoresistance, nobelova cena 2007

Teplotní závislost pohyblivosti

- pohyblivost je dána rozptylovými procesy a efektivní hmotností

$$\mu = \frac{q}{m^*} \langle \tau \rangle$$

- rozptylové procesy jsou zásadní pro elektroniku (HEMT - high electron mobility transistor)

- měřitelná pomocí Hallova jevu a měření vodivosti

$$\mu_H(T) = |R_H(T) \cdot \sigma(T)|$$

- experimentálně zjištěná závislost pro Ge

elektrony: $\mu_L = 4,9 \cdot 10^7 \cdot T^{-1,66} \text{ cm}^2/\text{Vs}$

díry: $\mu_L = 1,05 \cdot 10^9 \cdot T^{-2,33} \text{ cm}^2/\text{Vs}$

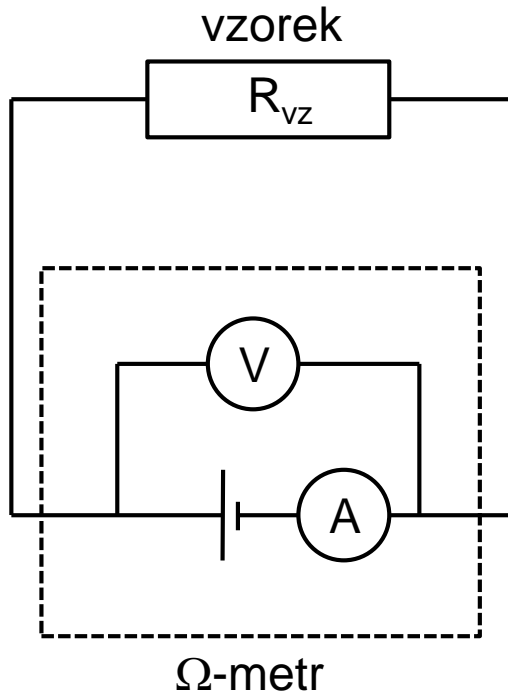
Měření měrného odporu

Jsou zde dva problémy:

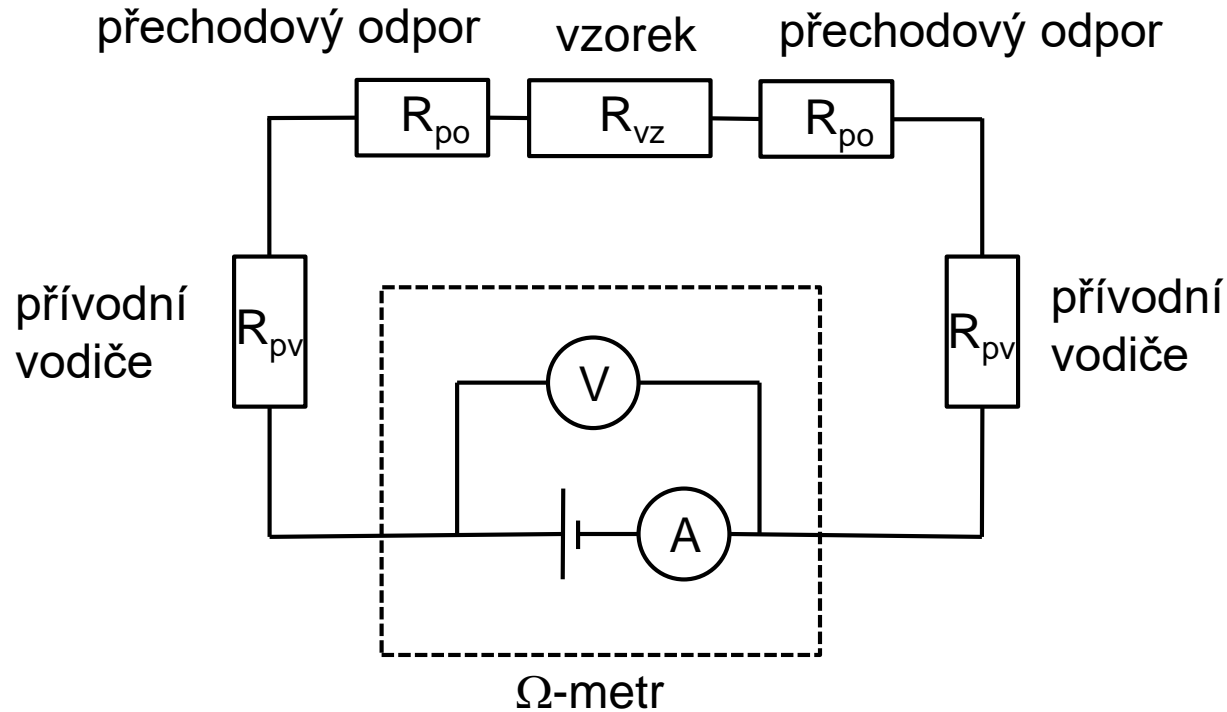
1. Změřit odpor $R = \frac{U}{I}$
 - Změřit ho správně, tzn. minimalizovat vliv odporu přívodních vodičů a přechodového odporu (vzniká při přechodu z vodiče na vzorek)
 - dvoukontaktní metoda
 - čtyřkontaktní metoda
2. Pro výpočet měrného odporu potřebujeme přepočíst odpor na jednotku délky
 - Měření na vzorku tvaru podlouhlého hranolku nebo drátu $\rho = R \frac{S}{l}$
 - měření čtyřsondou (hranolky, desky, wafery)
 - metoda van der Pauw – deskový vzorek libovolného tvaru

Měření odporu dvoukontaktní metodou

Idealizovaná situace



náhradní schéma realistického obvodu



V tomto ideálním případě je $R_{vz} = U/I$

... ale v realistické situaci jsou odpory přivodních vodičů a kontaktů (přechodový odpor)

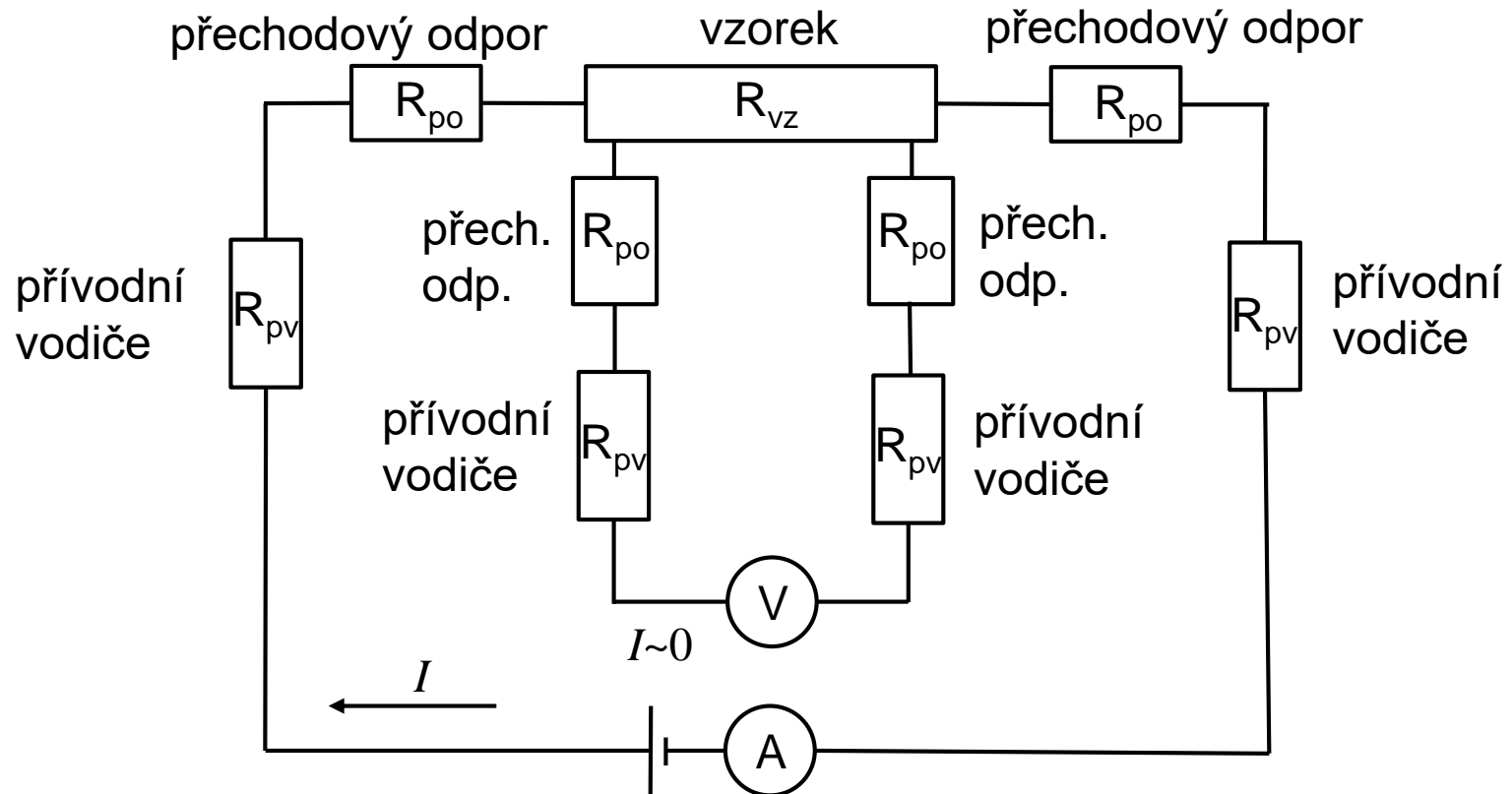
to co pomocí dvoukontaktní metody tedy měříme je

$$R = U/I = R_{vz} + 2R_{po} + 2R_{pv}$$

- Pokud je odpor vzorku mnohem větší než přechodový a odpor vodičů $R_{vz} \gg 2R_{po} + 2R_{pv}$, pak je $R \approx R_{vz}$
- V opačné případě děláme velkou systematickou chybu
- Přechodový odpor pájeného spoje může být jen $\sim 10 \text{ m}\Omega$. Spoje horší kvality mají jakoliv vyšší odpor.
- Odpor vodičů je typicky v řádu $1 \text{ }\Omega$ a vyšší.

Měření odporu čtyřkontaktní metodou (4 wire)

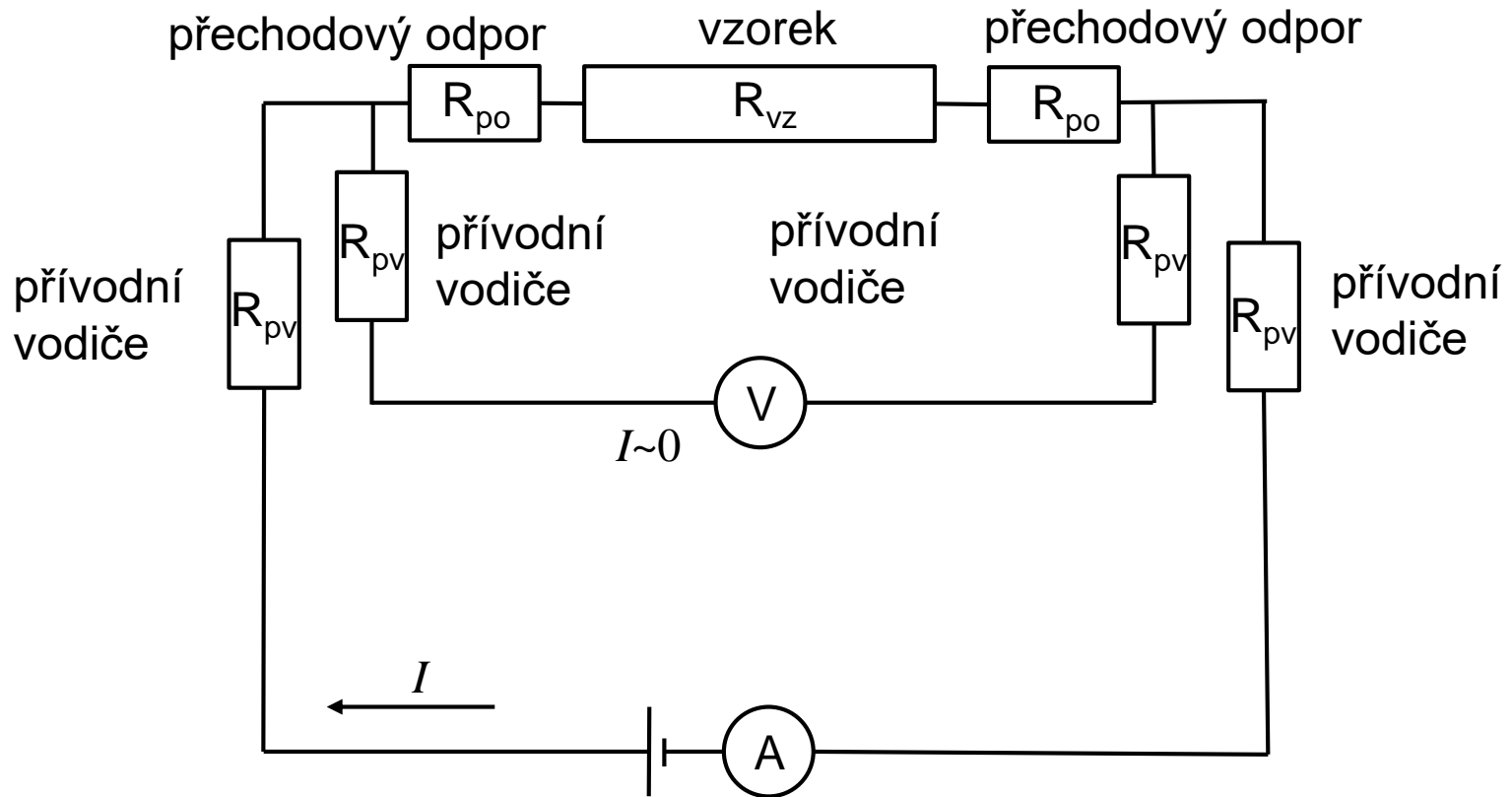
ideální řešení s připojením voltmetru pomocí speciálních kontaktů – vyloučení odporu přívodních vodičů i přechodového odporu



- Připojíme voltmetr přímo na vzorek dalšími dvěma kontakty
- Vzhledem k tomu, že vnitřní odpor voltmetru je obrovský ($>G\Omega$), neteče větví s voltmetrem prakticky žádný proud a tedy nevzniká v této větvi na přechodovém odporu a přívodních vodičích úbytek napětí – tyto parazitická napětí jsou vyloučena
- Pak máme $R=U/I=R_{vz}$
- Je potřeba započíst reálnou vzdálenost napěťových kontaktů na vzorku

Čtyřkontaktní metoda (4 wire) - náhradní schéma

Částečné řešení s připojením voltmetru co nejdříve vzorku - vyloučení odporu přívodních kabelů



- Pokud nemůžeme připojit voltmetr přímo na vzorek dalšími kontakty (např. u zapouzdřené součástky), připojíme ho alespoň co nejdříve vzorku, abychom vyloučili odpor přívodních vodičů.
- Pak máme $R = U/I = R_{vz} + 2R_{po}$
- Výsledek je tedy pořád pořád zkreslen přechodovým odporem. Pokud bychom chtěli výsledek na něho korigovat, je potřeba ho určit nezávislým měřením.

Určení měrného odporu na vzorku tvaru hranolku

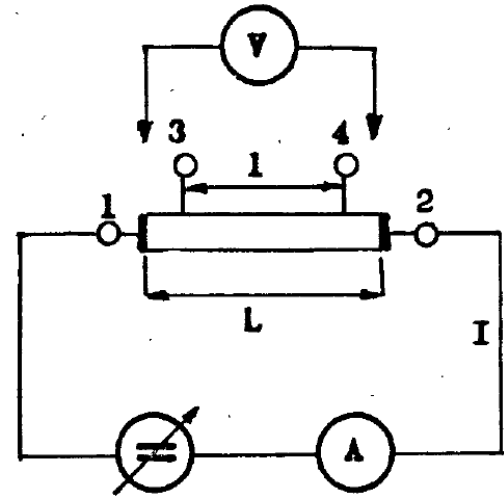
Měření dvoukontaktní metodou

$$\rho = \frac{U_{12}}{I} \frac{S}{L}$$

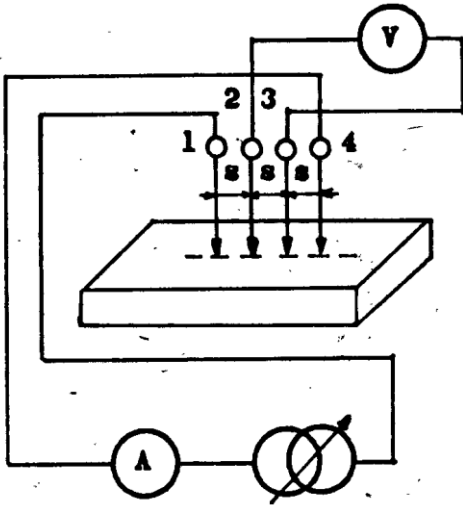
Měření čtyřkontaktní metodou

$$\rho = \frac{U_{34}}{I} \frac{S}{l}$$

Pro vyloučení termoelektrického jevu průměrujeme hodnoty z dvou měření s komutací proudu.



Určení měrného odporu čtyřsondou

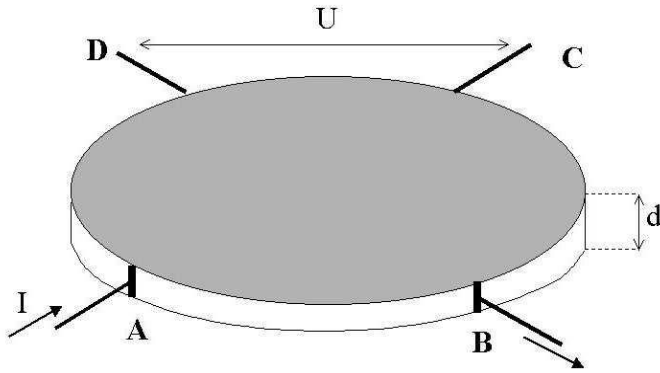


- čtyřkontaktní metoda
- čtyři hrotové kontakty uspořádané lineárně za sebou s pevnou vzdáleností kontaktů s
- kontakt se vzorkem pouze přiložením
- je-li vzorek polonekonečný (mnohem větší a tlustší než vzdálenost hrotů, pak měrný odpor je

$$\rho = 2\pi s \frac{U}{I}$$

- pro rozměry (tloušťku) srovnatelné s velikostí s je nutno hodnotu numericky korigovat – v praxi je instalován program na numerickou korekci (díky J. Chaloupkovi)

Určení měrného odporu metodou van der Pauw



- měření na deskách **libovolného** tvaru
- jsou provedena dvě měření R_1 a R_2 s proudovými kontakty A-B a podruhé „otočenými o 90 stupňů“, tzn. B-C.

$$R_1 = \frac{U_{CD}}{I_{AB}} \quad R_2 = \frac{U_{DA}}{I_{BC}}$$

- z těchto dvou měření se určí plošný odpor R_s řešením transcendentní rovnice

$$e^{-\pi R_1 / R_s} + e^{-\pi R_2 / R_s} = 1$$

- měrný odpor pak $\rho = d R_s$
- Hallovu konstantu měříme s proudovými kontakty A-C a napěťovými D-B, a rotujeme o 90 stupňů.

kontaktování vzorku

- pájení (kovy, ale také i germánium), pouze do 130 °C
- lepení vodivými lepidly (stříbrná pasta, vodivé epoxy): oxidové materiály
- napařování zlatých kontaktů
- pozor na oxidové vrstvy, např. u Si (vtírání kontaktu skrz oxidovou vrstvu)
- wire bonding – metoda na kontaktování (svařování) měděných, zlatých, hliníkových drátů s rozměry až ~10 μm (CEITEC).

Experimentální vybavení

dusíkový kryostat, 80-500K

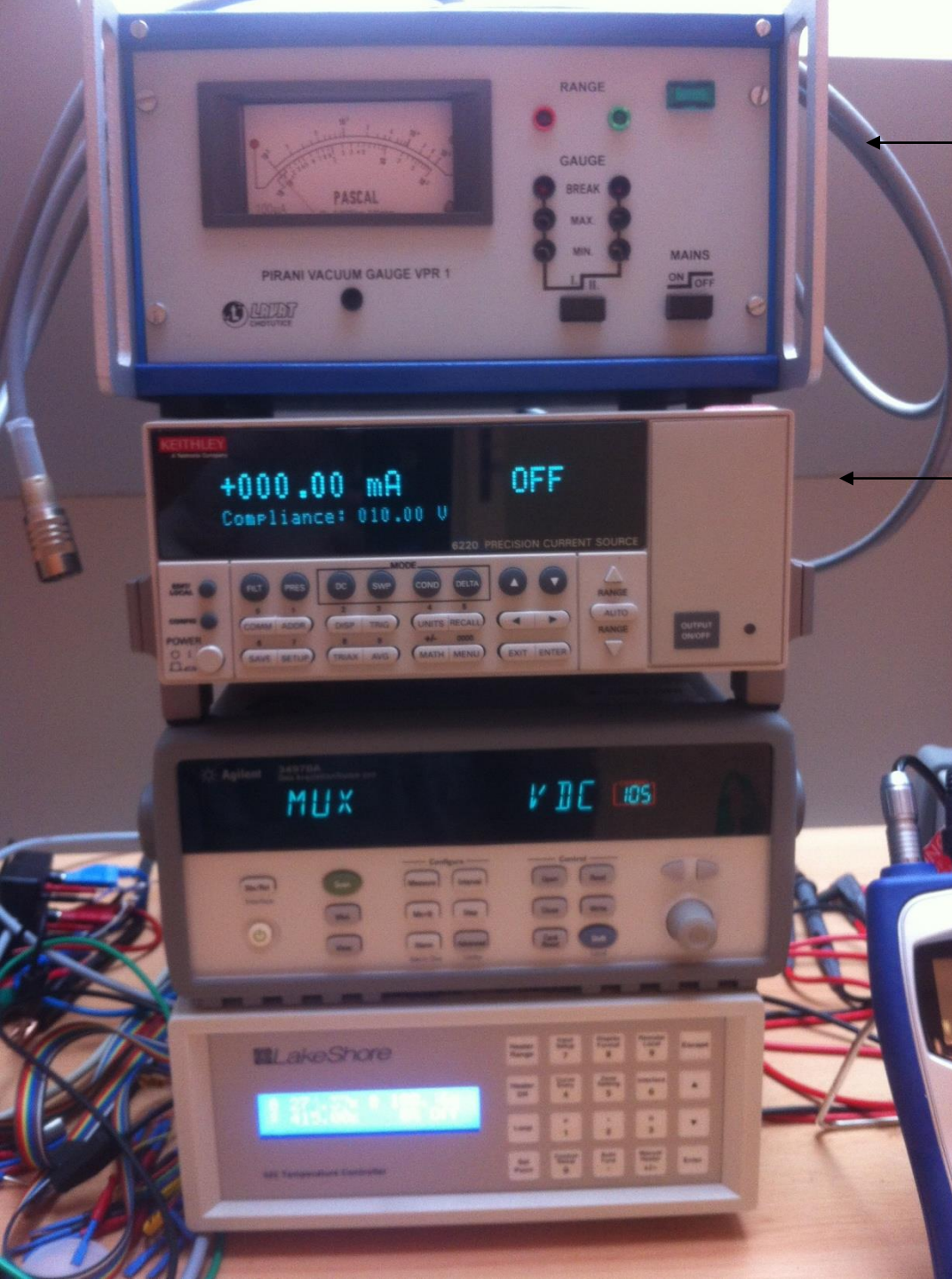
magnet, $\sim 0.7\text{T}$

zdroj pro magnet



měřicí elektronika

- kontaktování vzorku
 - Ge můžeme pájet
 - u jiných materiálů můžeme použít stříbrnou pastu
- vzorek v kryostatu chlazený kapalným dusíkem, rozsah teplot 80-490 K
- resistivní magnet, manetická pole principiálně až 2 T



měření tlaku

přesný zdroj konstantního proudu
Keithley 6220



- přesný zdroj konstantního proudu Keithley 6220

6220 Programmable Current Source

šum 4-5 řádů

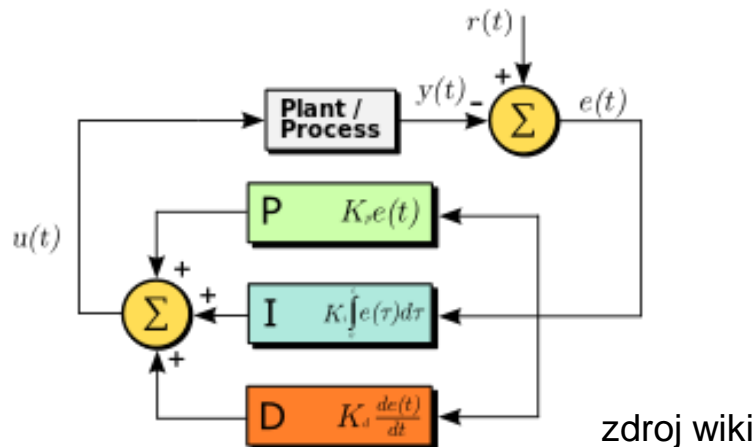
SOURCE SPECIFICATIONS

Range (+5% over range)	Accuracy (1 Year) 23°C±5°C ±(%rdg. + amps)	Programming Resolution	Temperature Coefficient/°C 0°-18°C & 28°-50°C	Typical Noise (peak-peak) /RMS ^{3,4,5} 0.1Hz-10Hz	Settling Time ^{1,2} (1% of final value)
2nA	0.4% + 2pA	100fA	0.02% + 200fA	400/80fA	100μs
20nA	0.3% + 10pA	1pA	0.02% + 200fA	4/0.8pA	100μs
200nA	0.3% + 100pA	10pA	0.02% + 2pA	20/4pA	100μs
2μA	0.1% + 1nA	100pA	0.01% + 20pA	200/40pA	100μs
20μA	0.05% + 10nA	1nA	0.005% + 200pA	2/0.4nA	100μs
200μA	0.05% + 100nA	10nA	0.005% + 2nA	20/4nA	100μs
2mA	0.05% + 1μA	100nA	0.005% + 20nA	200/40nA	100μs
20mA	0.05% + 10μA	1μA	0.005% + 200nA	2/0.4μA	100μs
100mA	0.1% + 50μA	10μA	0.01% + 2μA	10/2μA	100μs

teplotní kontroler Lakeshore 325

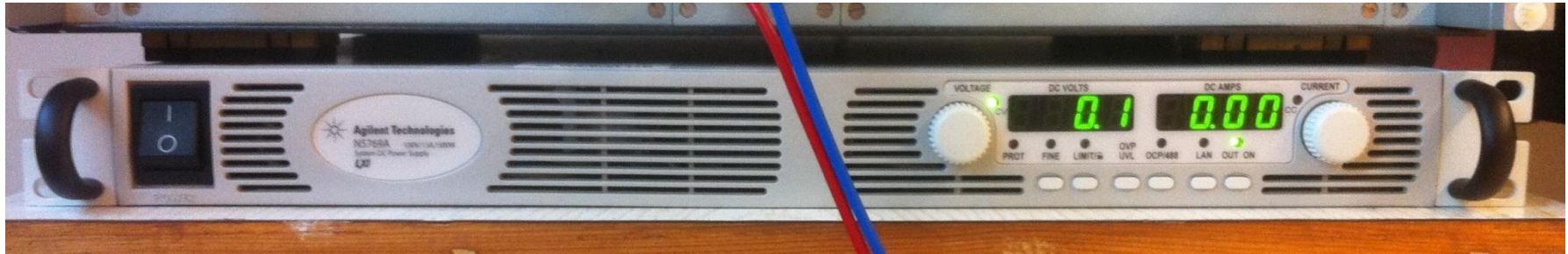


- měří teplotu, v našem případě Pt sondou
- reguluje proud topením (50Ω cartridge heater) tak aby se teplota co nejvíc přiblížila požadované teplotě (setpoint)
- stabilizační cyklus se zpětnou vazbou nastavitelný pomocí hodnot P,I,D
 - P proporční příspěvek, určený současnou chybou
 - I integrální příspěvek, určený minulými chybami
 - D diferenční příspěvek, určený odhadem budoucích chyb



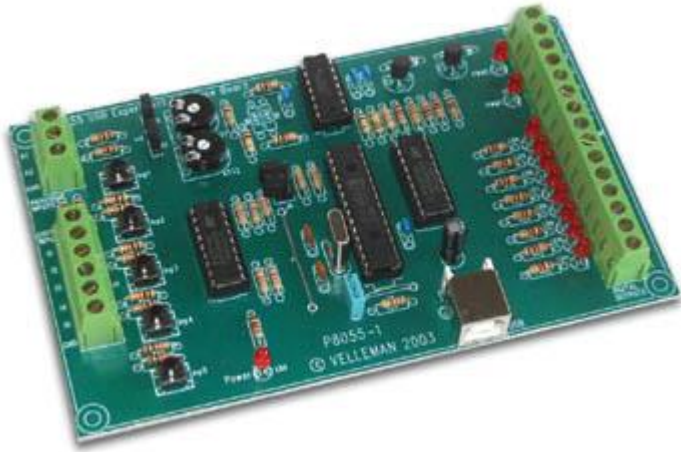
- správné nastavení PID hodnot řádově ovlivňuje rychlost stabilizace
- závisí na typu aparatury (výkon topítka, velikost topné oblasti atp.)
- závisí i na teplotě, např. je veliký rozdíl mezi 4K a 300K, pak se používá zone PID

zdroj proudu pro magnet, Agilent N5769A



- zdroj stejnosměrného proudu 100V, 15A, výkon 1500 W
- řízený přes USB via VISA
- pouze proudy „jedním směrem“ (unipolární zdroj), vlastnost drtivé většiny zdrojů. Bipolární zdroje existují (firma Kepko), ale jsou řádově dražší a méně výkonné.
- nutnost doděláné komutace proudu pro změny magnetického pole přes relé
- ovládání relé přes Vellemanovu kartu

karta Velleman K8055



- karta pro digitální a analogový výstup/vstup z počítače
- velmi levná (1500 Kč)
- použita pro ovládání relé pro komutaci proudu magnetem
- ovládaná a napájená přes USB
- řízená příkazy z K8055D.dll

Specifikace:

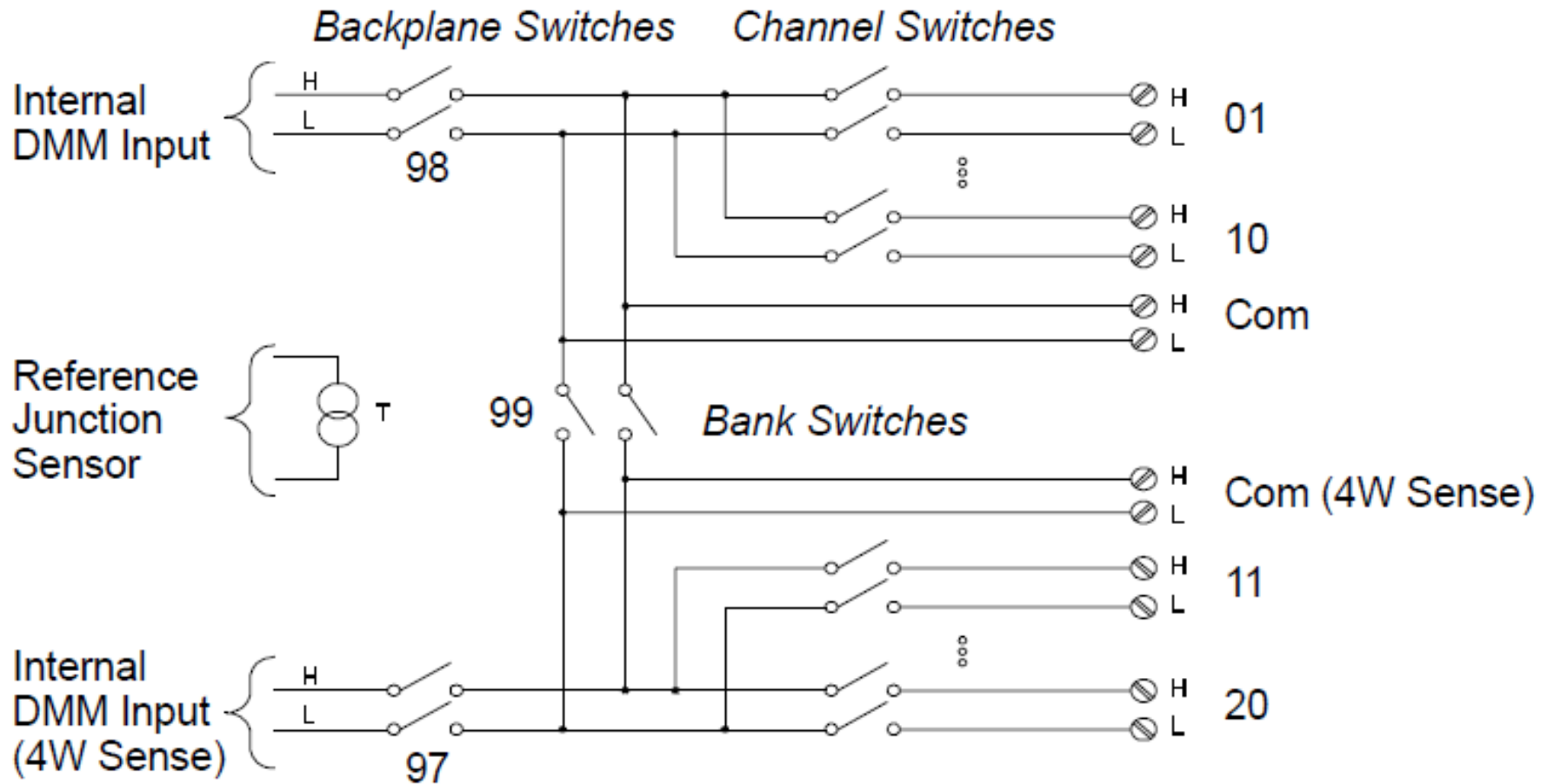
- 5 digital inputs (0= ground, 1= open) (on board test buttons provided)
- 2 analog inputs with attenuation and amplification option (internal test +5V provided)
- 8 digital open collector output switches (max. 50V/100mA) (on board LED indication)
- 2 analog outputs:
 - 0 to 5V, output resistance 1K5
 - PWM 0 to 100% open collector outputs max 100mA / 40V (on board LED indication)
- general conversion time: 20ms per command
- power supply through USB: approx. 70mA

- měření všech napětí pomocí multiplexru Agilent 34970A



20 kanálový multiplexer 34901A

- 20 kanálový multiplexer rozdělený do dvou sad po 10 kanálech 01-10 a 11-20
- na každém kanálu je možno měřit napětí, případně přívěz vstup z teplotní sondy
- 4 bodová měření se vždy provádí na párech n+10



20 kanálový multiplexer 34901A

	34901A	34902A	34908A
Number of channels	20 + 2	16	40
Max scan speed	60 ch/s	250 ch/s	60 ch/s
Number of contacts	2 or 4	2 or 4	1
Temperature			
Thermocouple	●	●	●
2-wire RTD	●	●	●
4-wire RTD	●	●	
Thermistor	●	●	●
dc Volts	●	●	●
ac Volts	●	●	●
2-wire Ohms	●	●	●
4-wire Ohms	●	●	
Frequency	●	●	●
Period	●	●	●
dc current	●		
ac current	●		

Měření aktivační energie tvorby vakancí v kovech

- rovnovážná koncentrace vakancí je dána Boltzmannovým rozdělením:

$$\frac{n}{N} = A \cdot e^{-\frac{E_V}{kT}}$$

E_V = aktivační energie

odpor látky $\rho = \rho_m(T) + \rho_p$

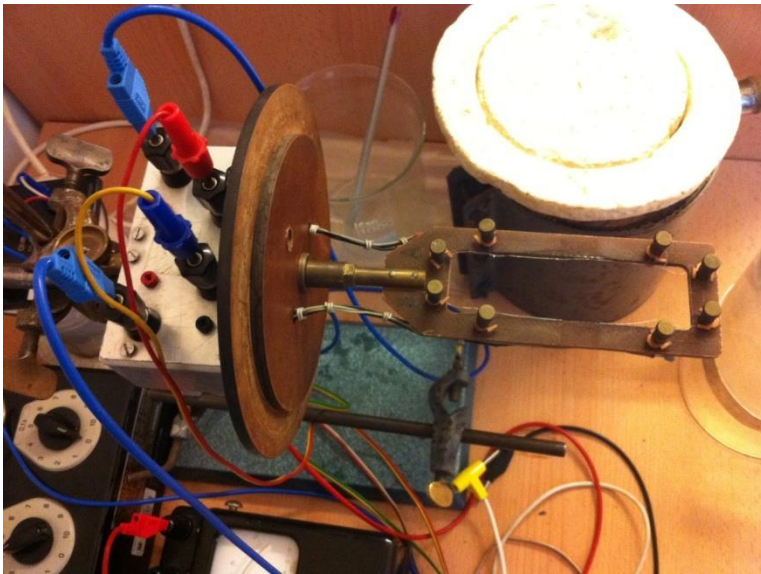
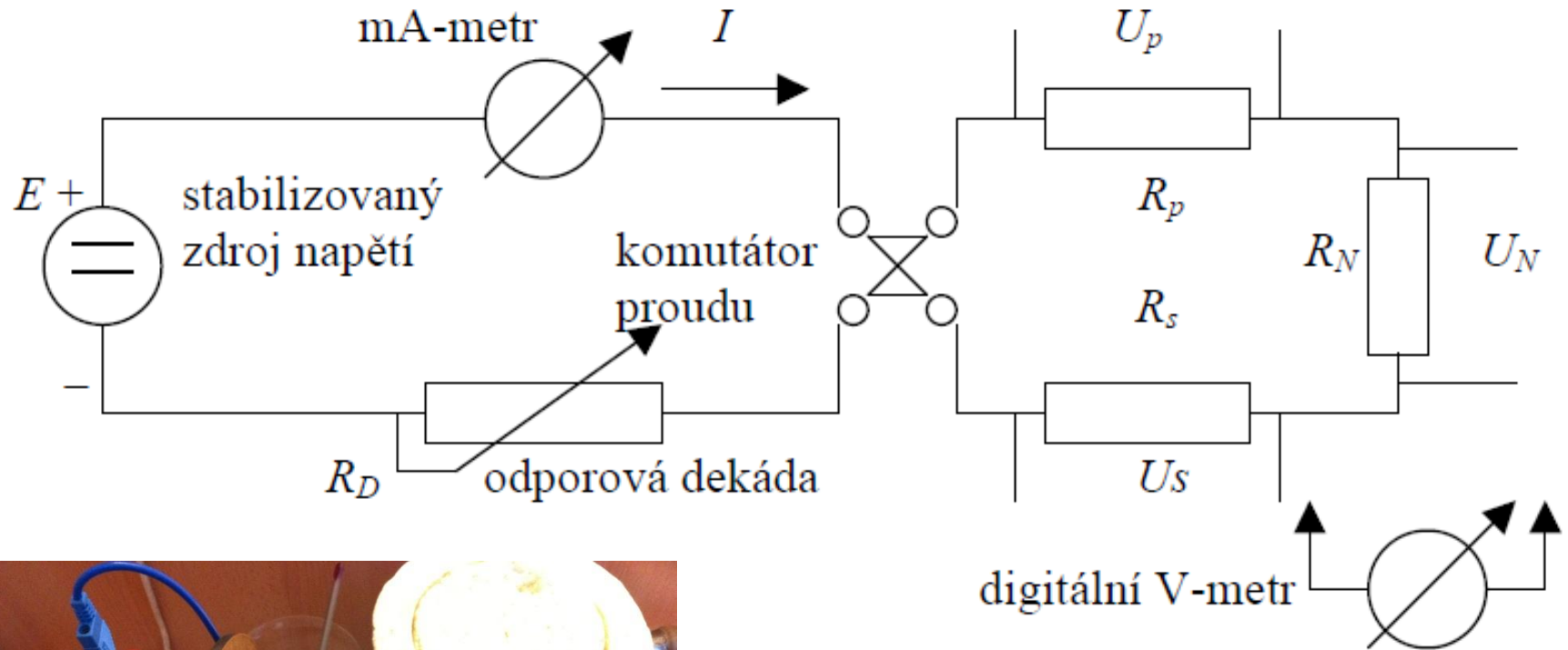


odpor díky rozptylu na kmitech mříže

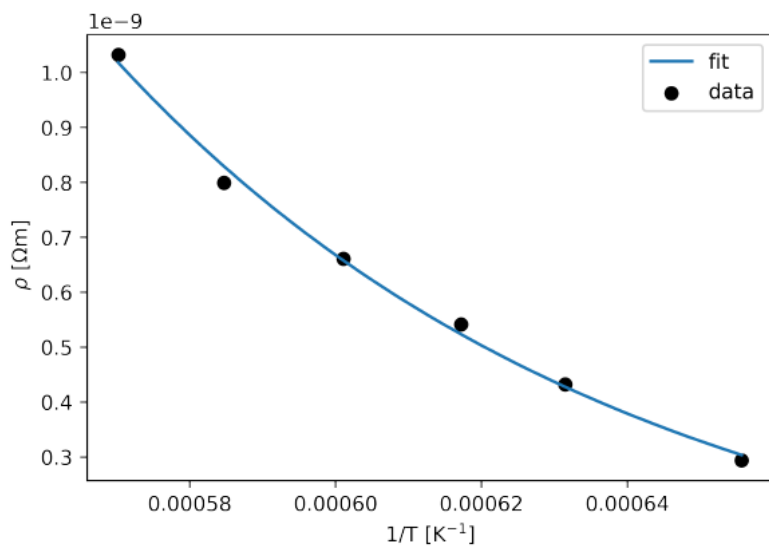
- odpor odpovídající rozptylu na vakancích $\rho_p = B \cdot e^{-\frac{E_V}{kT}}$

- odstranění nerovnovážné koncentrace vakancí žíháním
- zvyšování koncentrace vakancí kalením (metastabilní stav)

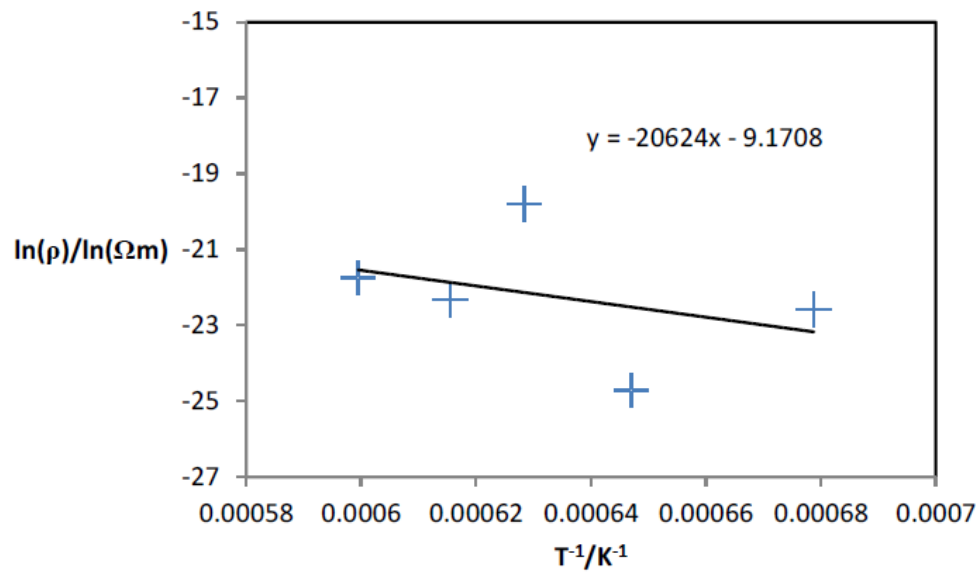
- změny odporu díky vakancím na 5. platné číslici
- nutná adekvátní přesnost měření.
- časová nestabilita potlačena trojím měřením (vzorek-normál-vzorek)



výsledek: závislost odporu na teplotě, ukázky dvou prací



Obrázek 2: Graf závislosti měrného odporu na teplotě kalení

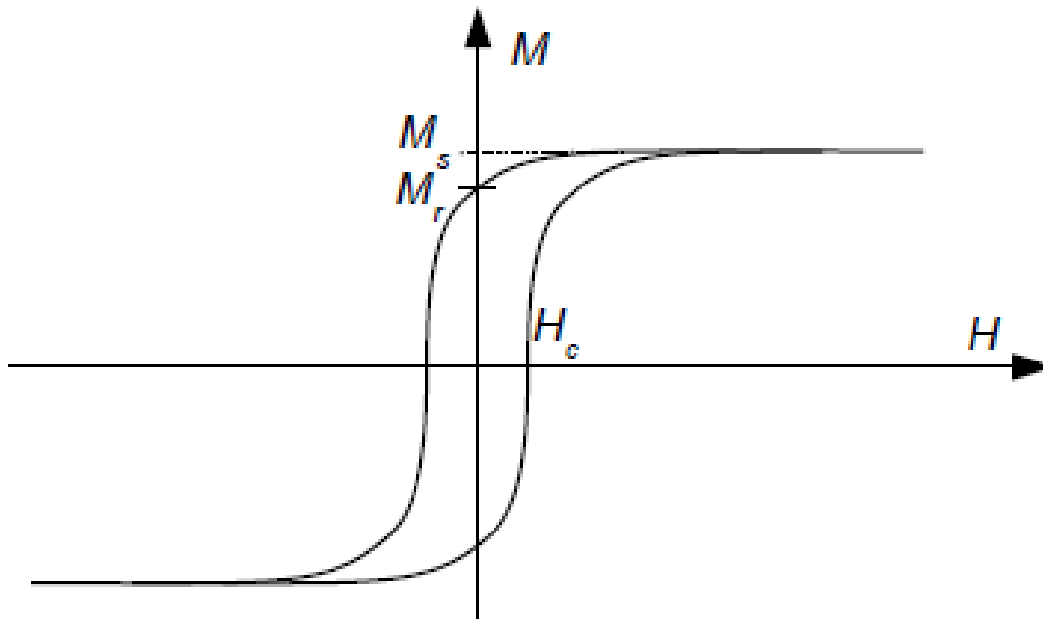


Magnetická anizotropie feromagnetik měřená magneto-optickým Kerrovým jevem

Magnetická susceptibilita nad Curieovou teplotou T_c

$$\chi = \frac{C}{T - T_C}$$

Feromagnetismus se projevuje hysterezní smyčkou v závislosti magnetizace na magnetickém poli



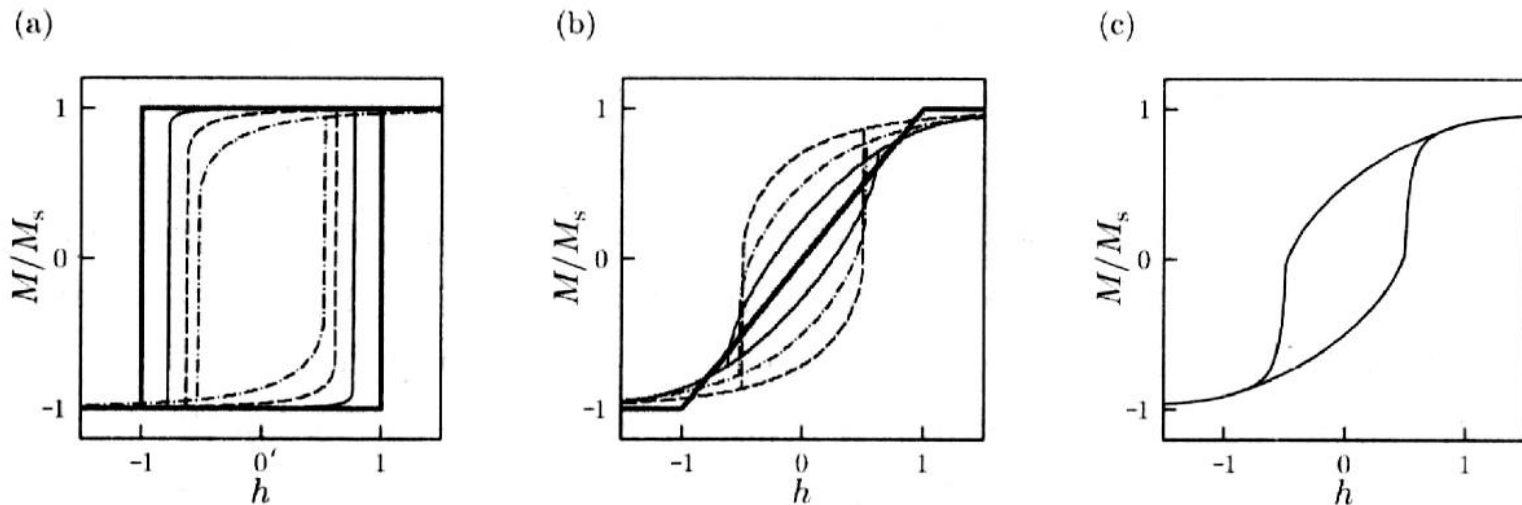
Stonerův-Wohlfarthův model - hysterezní smyčka anizotropních feromagnetů

Hustota energie monodoménové částice v magnetickém poli

$$E = K \sin^2(\theta - \phi) - \mu_0 H M_s \cos \phi$$

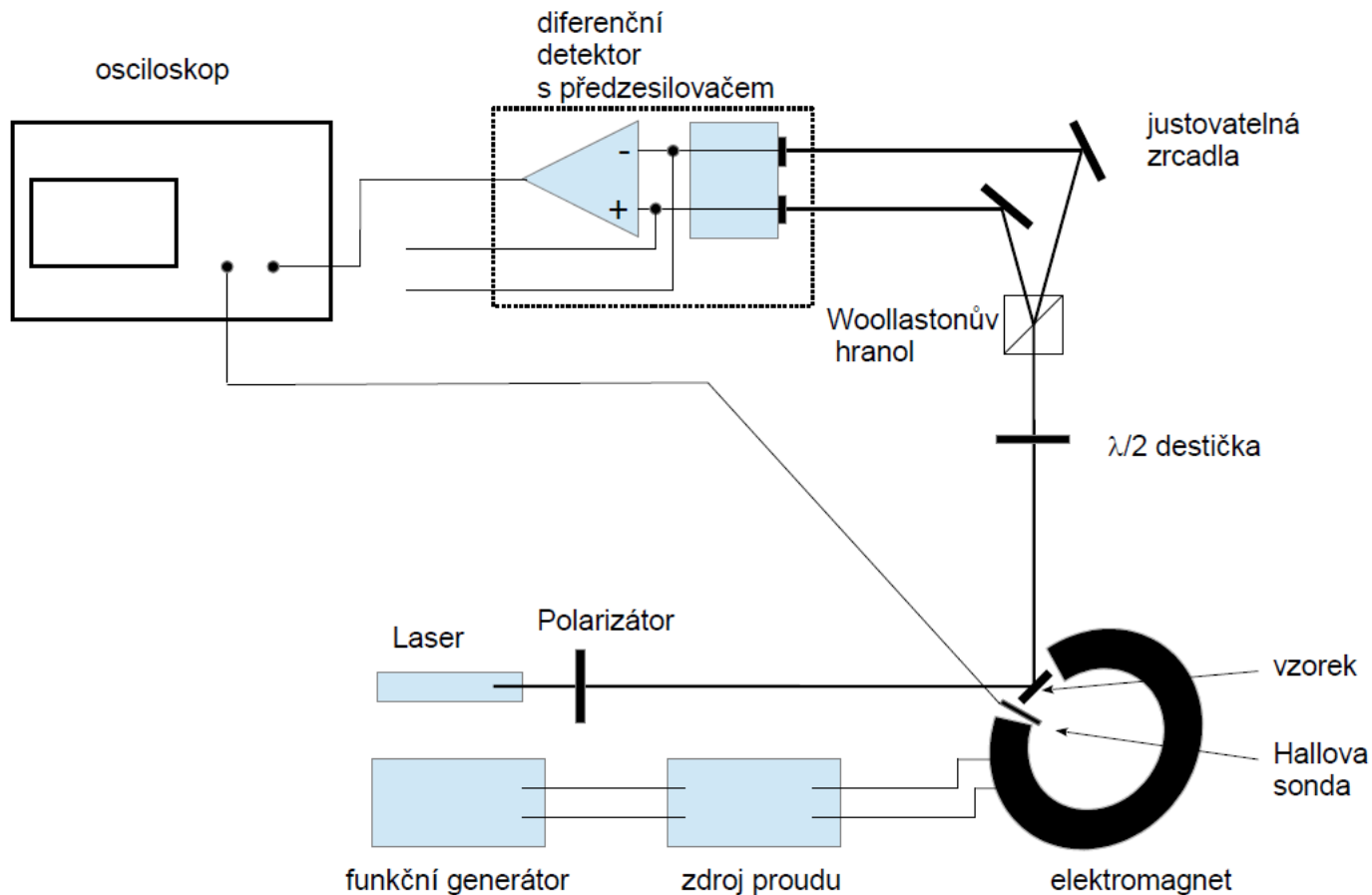
ϕ je úhel mezi magnetickým polem a osou snadné magnetizace (uniaxiální anizotropie)

θ je směr magnetizace (najde se numerickou minimalizací)



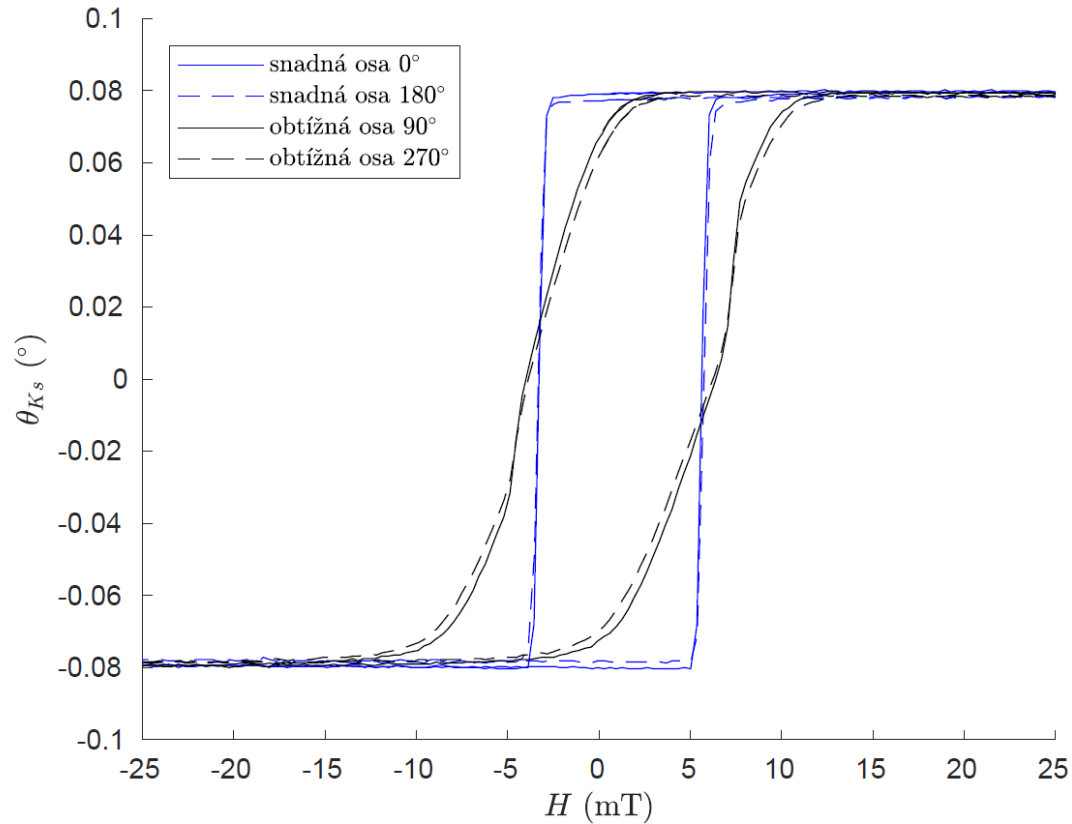
Obrázek 2: Hysterezní smyčka v rámci Stonerova-Wohlfarthova modelu pro (a) $\theta = 0^\circ$ (tlustá čára), 5° , 15° , 30° , (b) $\theta = 45^\circ$, 60° , 75° , 90° (tlustá čára), (c) Zprůměrovaná hysterezní smyčka odpovídající náhodné orientaci v polykrystalickém vzorku. Obrázek převzat z Ref. [2].

Aparatura na měření magnetooptického jevu



- stáčení polarizace světla vzorku při odraze na feromagnetickém materiálu
- rozložení světla na Wollastonově hranolu na dvě polarizace na sebe kolmé a citlivá detekce rozdílu jejich intenzit diferenčním detektorem s předzesilovačem
- měření na 16 bitovém osciloskopu

Ukázka z měření (K. Pěčková)



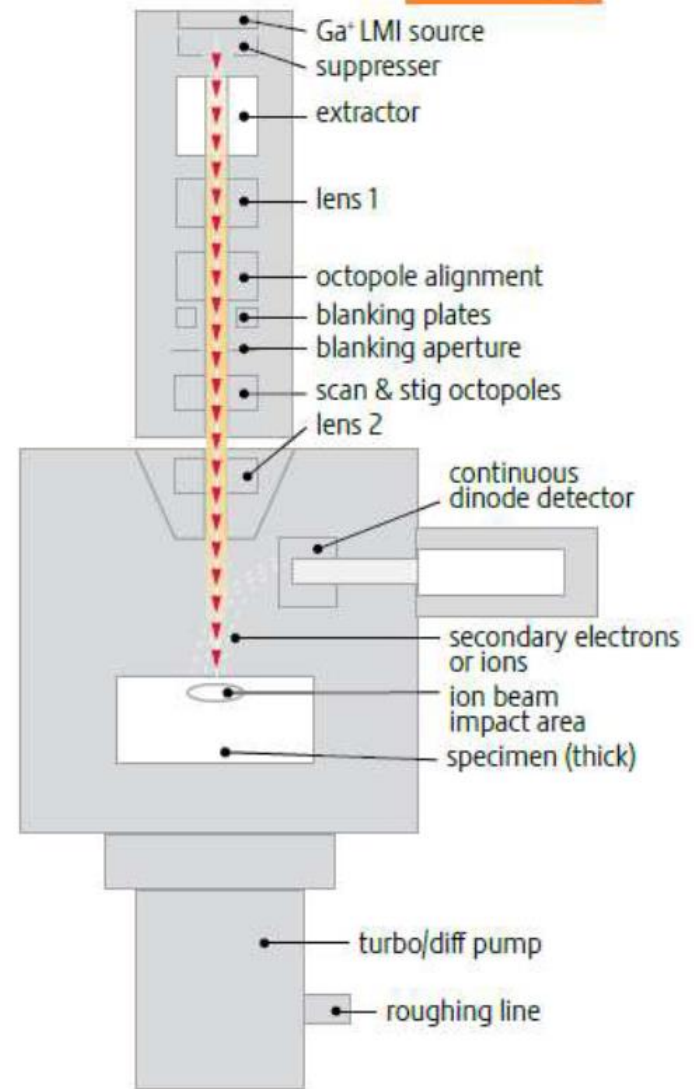
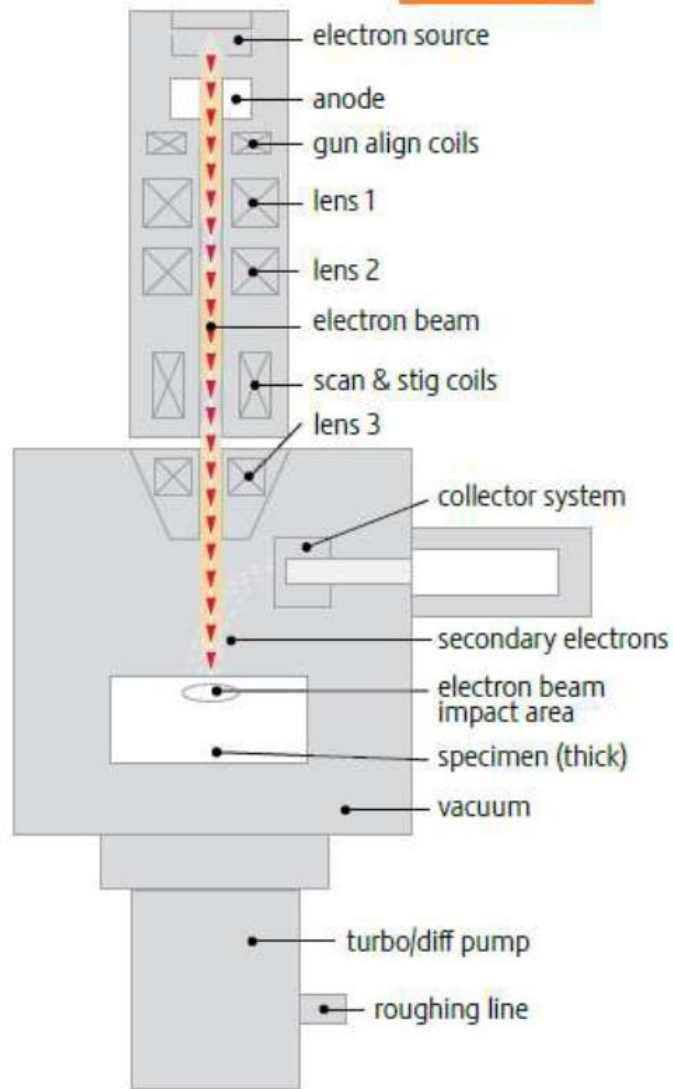
- Velmi malé úhly stáčení v řádu desetin stupně
- I zde díky přesné detekci šum minimálně o dva řády níže, tzn na úrovni tisícín stupně
- Měření v závislosti na rotaci vzorku

Elektronová mikroskopie, *P. Mikulík*

skenovací elektronový mikroskop (SEM) firmy FEI

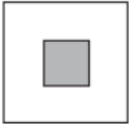
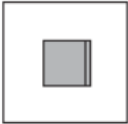







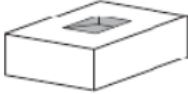


- napětí 200 V- 30 kV
- FIB (focused ion beam) - Ga





pozorování morfologie pomocí skenovací elektronové mikroskopie (SEM)
a opracování vzorku pomocí svazku galia (FIB)

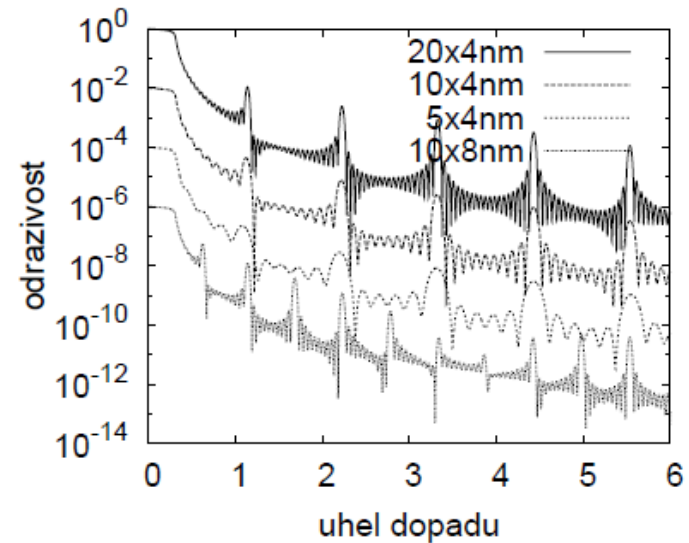
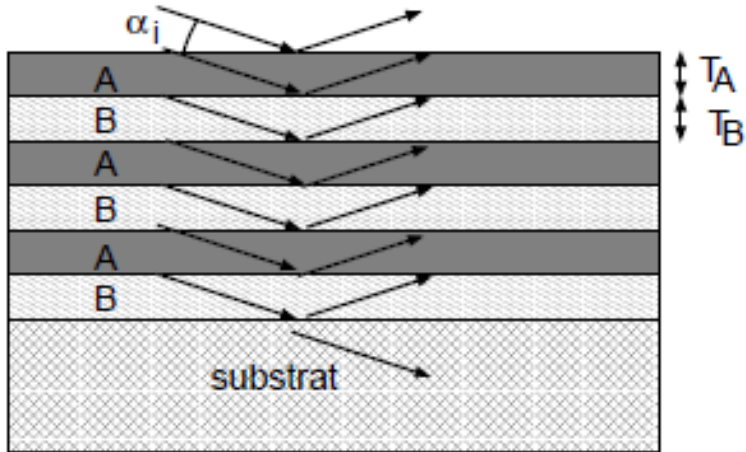
standardní tvary opracovatelné svazkem Ga s rozlišením ~ 9nm

	rectangle	cross-section	line and circle	bitmap
Top				
Side				
3D				

Standard available patterning and deposition toolkit.

Rentgenové studium strukturních vlastností multivrstev, O. Caha

multivrstva:



určení tloušťky multivrstvy:

$$(\alpha^{(m)})^2 - \alpha_{\text{crit}}^2 = \left(\frac{\lambda}{2T} m \right)^2$$

Analýza difrakčního záznamu polykrystalických vzorků

Braggova rovnice: $2d_{hkl} \sin \theta = \lambda$

ve vzorku s konečnou velikostí zrn mají difrakční maxima konečnou šířku => určení velikostí zrn

difraktometr “Huber”



Technologie přípravy rezistoru a kondenzátoru na křemíkové desce. *P. Mikulík*

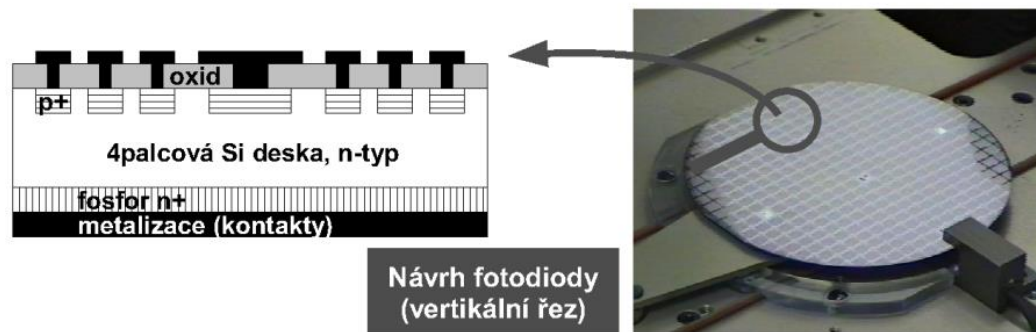
Laboratoř polovodičů – čisté prostory pro křemíkovou technologii



Ústav fyziky kondenzovaných látek
Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita
Brno, Kotlářská 2 www.physics.muni.cz/ufkl

Kontakt: *prof. RNDr. Josef Humlíček, CSc.*
doc. RNDr. Petr Mikulík, Ph.D.

Fyzika pevných látek, mikroelektronika a moderní technologie polovodičů, aneb chcete si vyrobit svoje vlastní čipy? Pokuste se o to v nové laboratoři na Ústavu fyziky kondenzovaných látek!



Technologie:

fotolitografie, oxidace, difúze, naprašování, chemické procesy, měření, ...

Možnosti:

*Rezistor, kondenzátor, kontakty, ...
Dioda, fotodioda, solární článek, ...
CMOS tranzistor, ...*

Na projektu laboratoře spolupracujeme s firmou **ON Semiconductor Czech Republic, Rožnov pod Radhoštěm**, která zajistila technologická zařízení.

