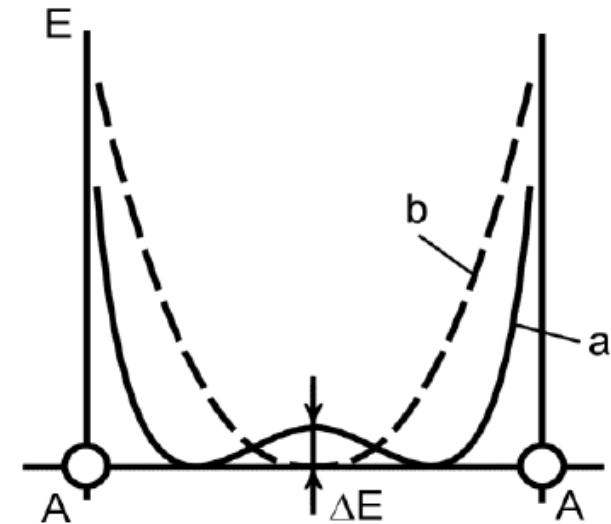
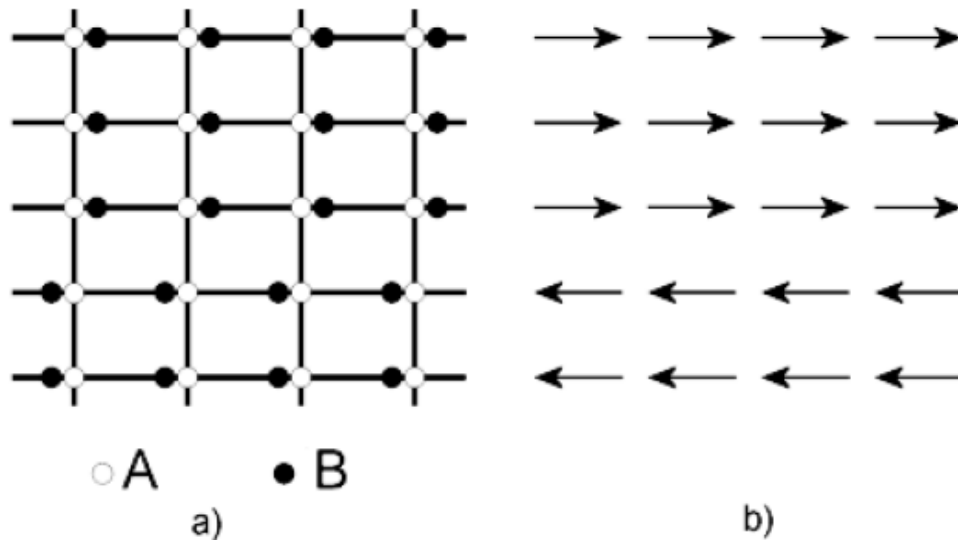


Seznam úloh na celý školní rok (podzimní i jarní semestr)

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

Jedna úloha na dva týdny s výjimkou úloh 2A, B a 7A, B.

8. Feroelektrické vlastnosti pevných látek



elektrická susceptibilita diverguje blízko kritické teploty T_c (Θ Curieovy-Weissovy teploty)

definice: $\chi = P/E$

$$\chi = \epsilon - 1 = \frac{C}{T - \Theta}$$

Landauova teorie fázových přechodů druhého druhu

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

- C_1 je teplotně závislé $C_1 = (T - T_c)/C$
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

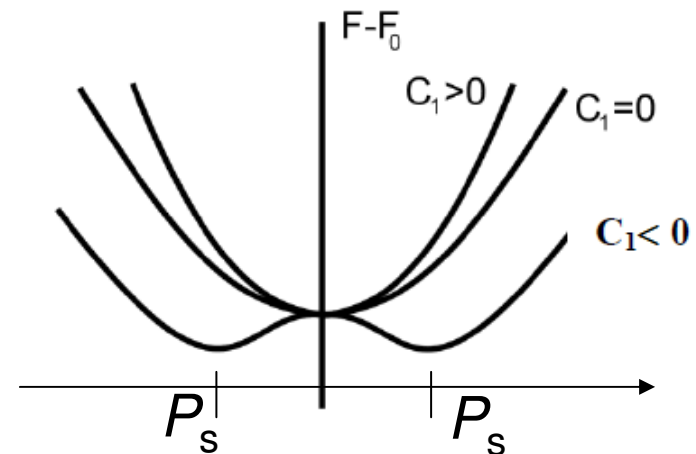
podmínka pro rovnováhu: $\left. \frac{\partial F}{\partial P} \right|_T = 0$

$$0 = C_1 P_s + C_2 P_s^3$$

Pro $C_1 > 0$ je $P_s = 0$

Pro $C_1 < 0$ je $P_s^2 = -C_1/C_2$

vyjádřete F v eV/objem elementární buňky



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

Landauova teorie fázových přechodů druhého druhu

Pustíme na to termodynamickou mašinérii...

$$dF = -SdT + EdP$$

$$E = (\partial F / \partial P)_T$$

Pro $T > T_c$

$$E = \partial F / \partial P = C_1 P$$

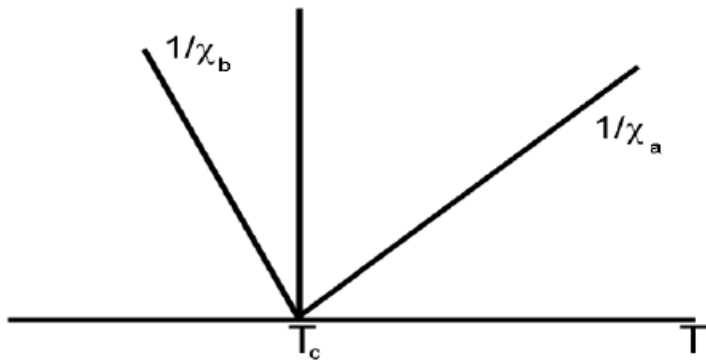
$$1/\chi_a = dE/dP = C_1$$

Pro $T < T_c$

$$E = C_1 P + C_2 P^3$$

$$1/\chi_b = dE/dP = \tilde{C}_1 + 3C_2 P^2, \quad P \cong P_S$$

$$1/\chi_b = -2 C_1$$



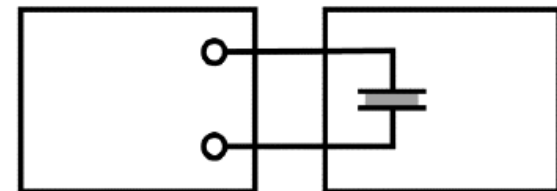
měřením teplotní závislosti dielektrické funkce

$\epsilon = 1 + \chi$ získáme C

$$\epsilon = \frac{4 \pi d C}{S}$$

- dvojnásobná směrnice $1/\chi$ pod přechodem než nad

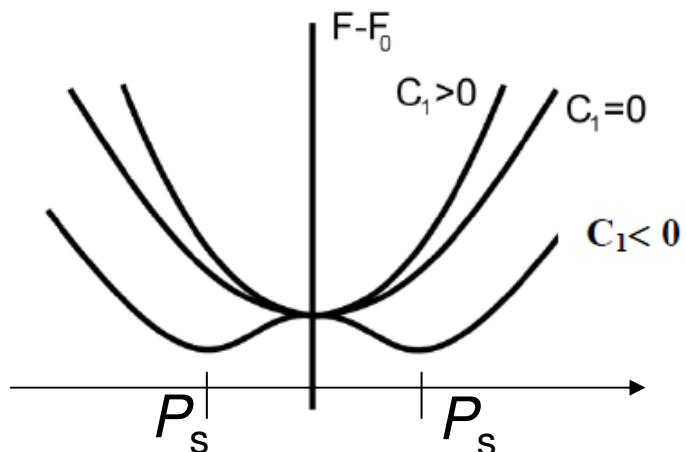
- susceptibilita $\chi \sim \epsilon$ má na T_c singularitu



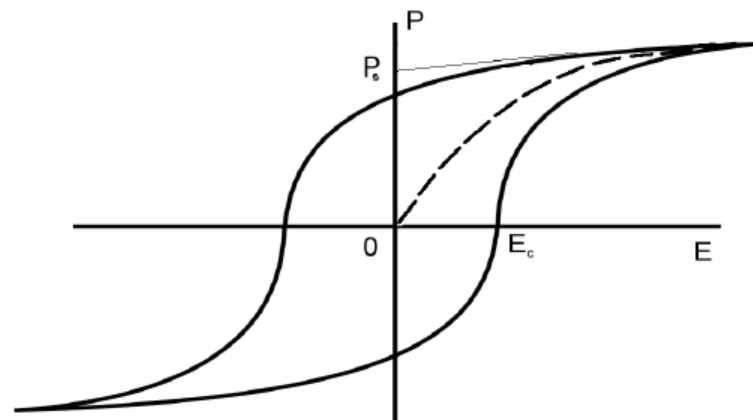
C-most

termostat

Elektrická polarizace



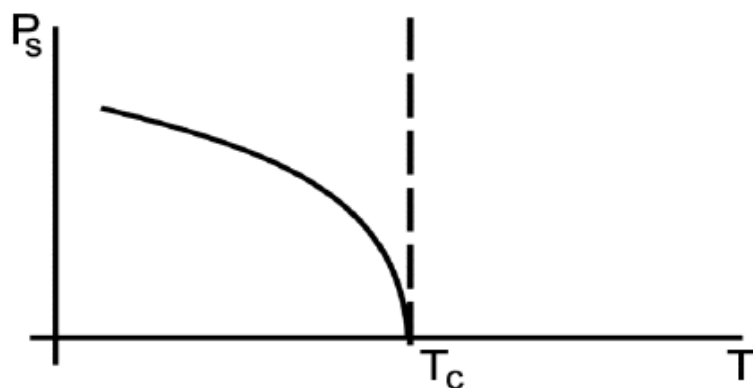
Obr. 4. Rozdíl volné energie polarizovaného a nepolarizovaného krystalu.



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

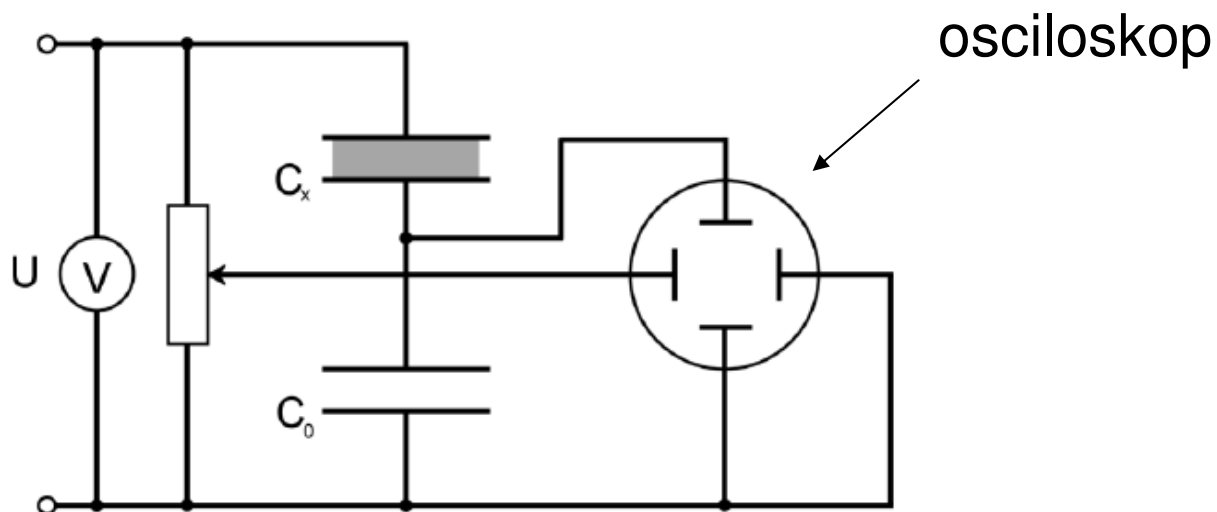
$$P_s^2 = -C_1 / C_2$$

změřením P_s při znalosti C_1 získáme C_2



- odmocninová závislost P_s na teplotě

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

$$C_x U_x = C_0 U_0 = Q, \quad P = \sigma, \text{ kde } \sigma \text{ je plošná hustota náboje,}$$

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

U_0 měříme na vertikální ose osciloskopu

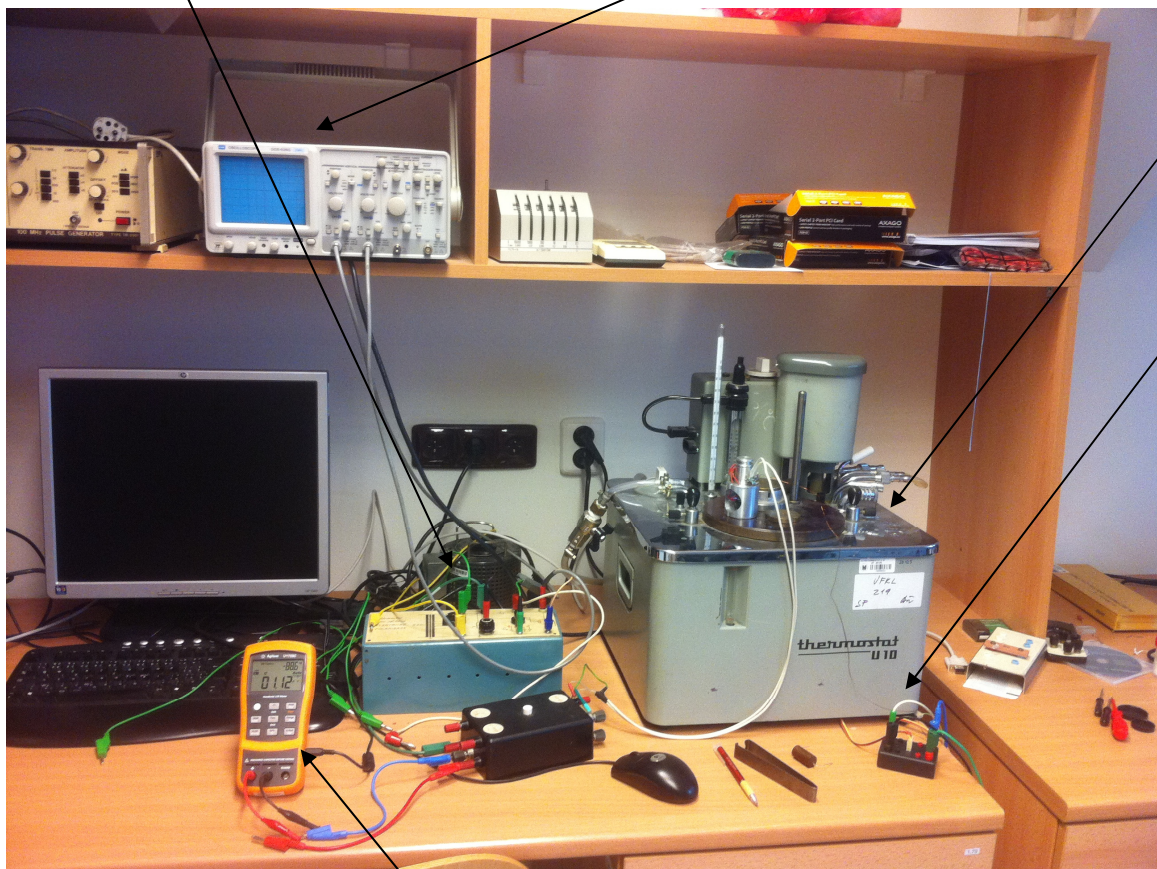
Experimentální vybavení

• 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 .

2A) 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

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

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 \sim 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

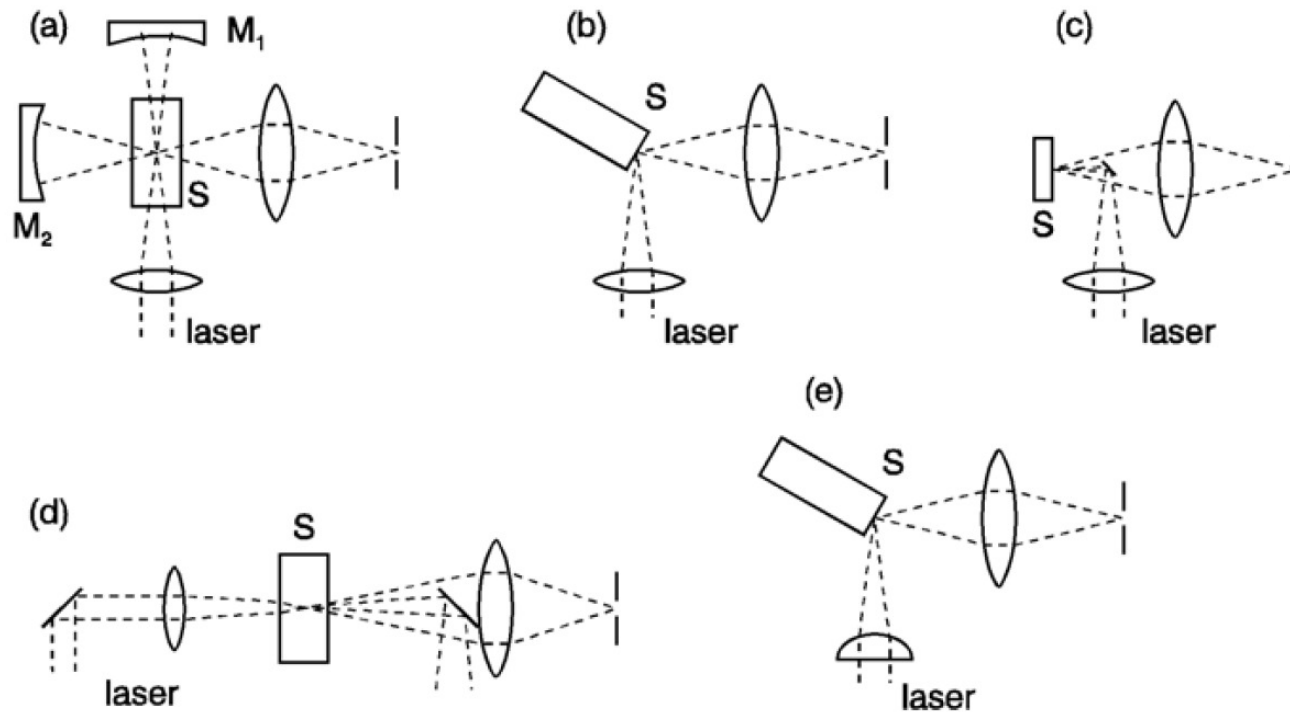
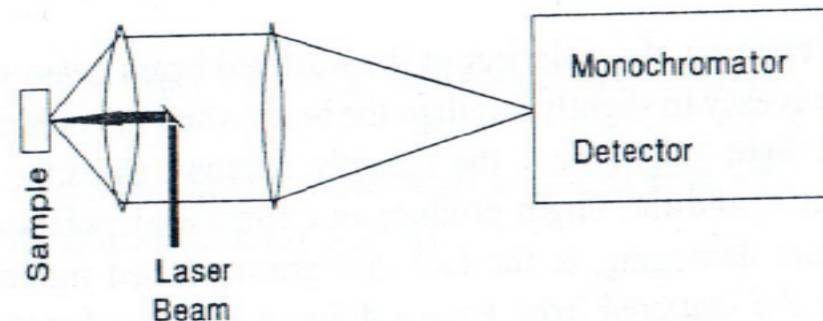
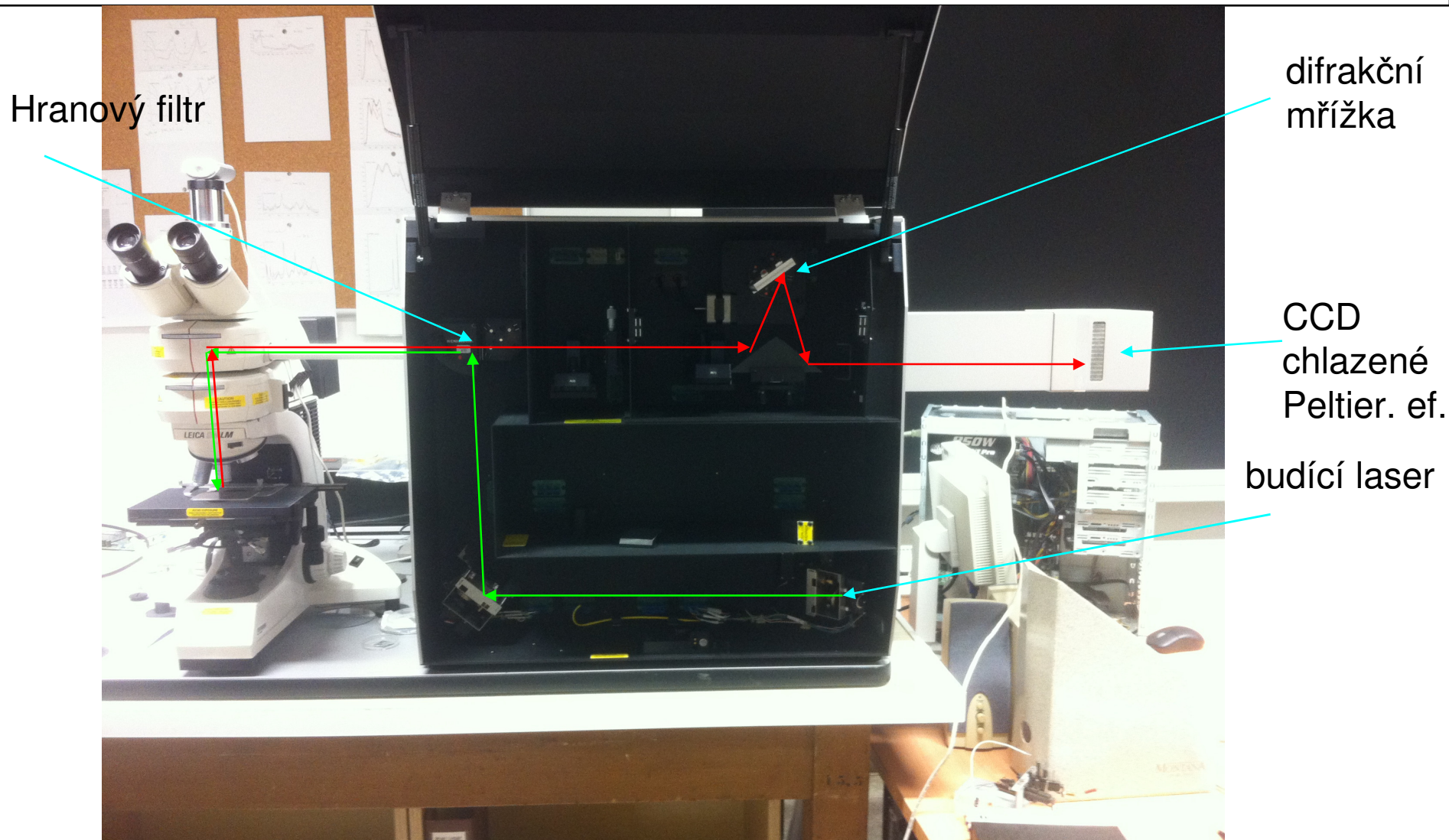


Fig. 9.1. Various geometries for light-scattering experiments: 90° scattering for transparent crystals (a), 90° scattering for absorbing crystals (b), 180° backscattering (c), 0° forward scattering (d), and line focus (e); (S: sample, $M_{1,2}$: mirrors)

- 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. Fokusace laseru a sběr je tou samou čočkou. Použití hranového filtru (edge filteru) na odstínění primárního laseru

Ramanův tenzor

celková rozptýlená intenzita

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

směr dopadajícího zář.

směr
odraženého
zář.

závisí na tenzoru druhého řádu,
kterému se říká Ramanův

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

- 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 invariabilní při inverzi, jeho tenzorové vlastnosti musí zůstat zachovány při této operaci. Jelikož však Q mění znaménko,

$$(\partial\chi/\partial\mathbf{Q})$$

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

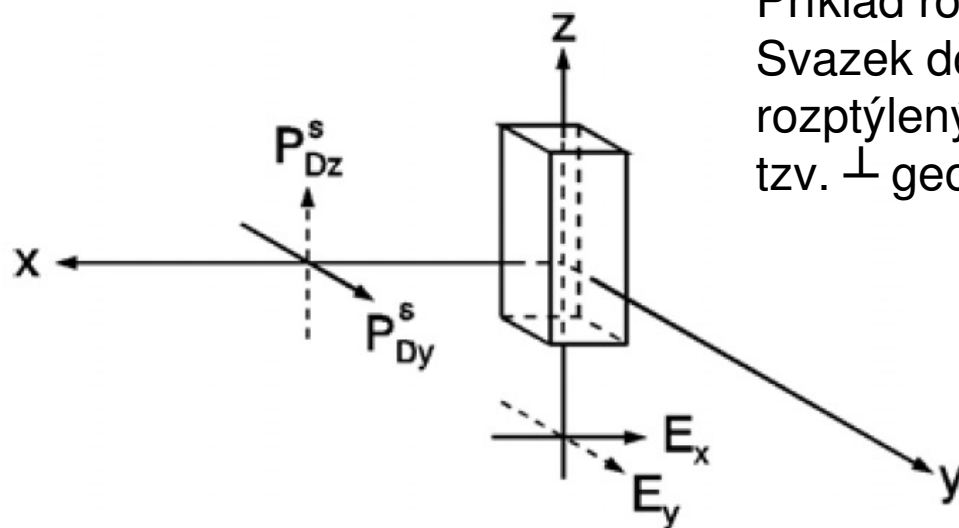


Fig. 9.5. Beam and sample geometry for 90° scattering; (full drawn arrows: (\parallel , \perp)-geometry, dashed arrows: (\perp , \parallel)-geometry)

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

Ramanská spektra sfaleritové struktury pod 90°

geometrie 90 stupňů, nepolarizované spetra

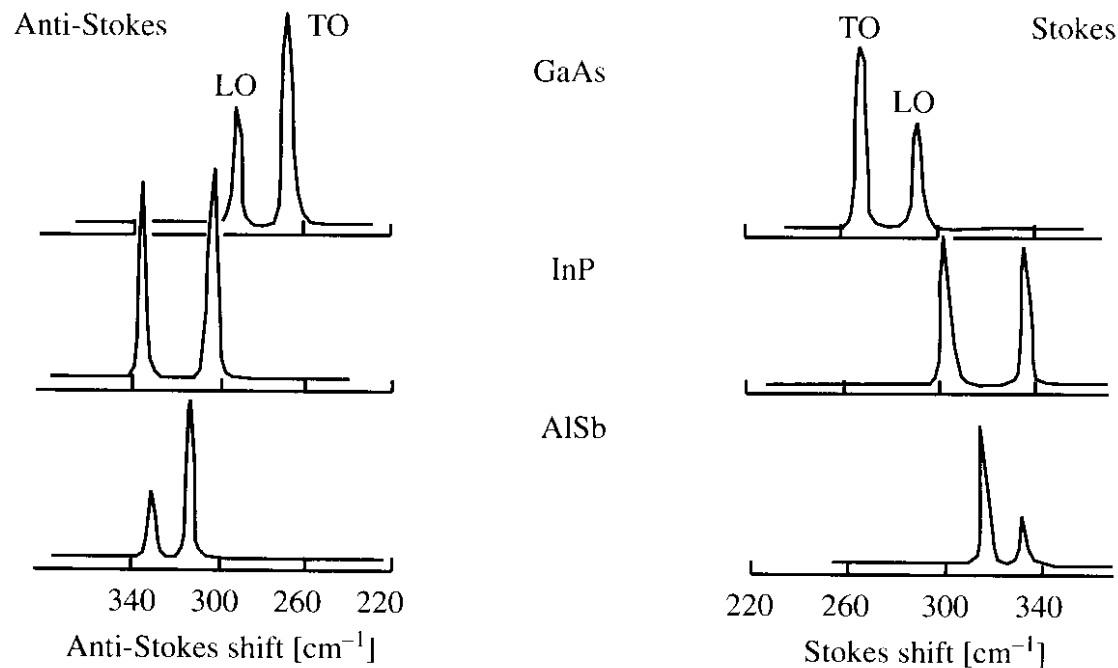


Fig. 7.21. Raman spectra of three zinc-blende-type semiconductors showing the TO and LO phonons in both Stokes and anti-Stokes scattering. (From [7.61])

- 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

Ramanská spektra kalcitu CaCO_3

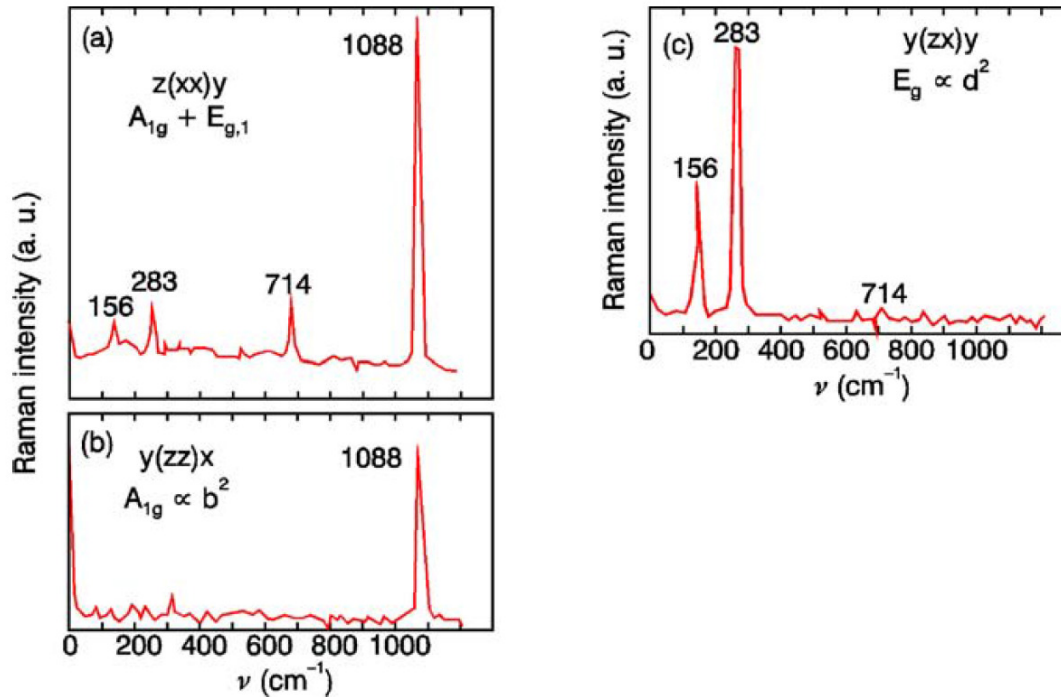


Fig. 9.6. Raman spectra of calcite for different scattering geometries. The four lines in (a) can be either A_{1g} or E_g . From (b) the mode at 1088 cm^{-1} is A_{1g} , from (c) the modes at 156 and 283 cm^{-1} are E_g , and thus the mode at 714 cm^{-1} is also E_g ; after [9.4]

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

Porto notace

a(bc)d, písmena odpovídají kartézským osám

a,d ... polarizace dopadajícího a rozptýleného záření

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

Kvantový popis Ramanova rozptylu

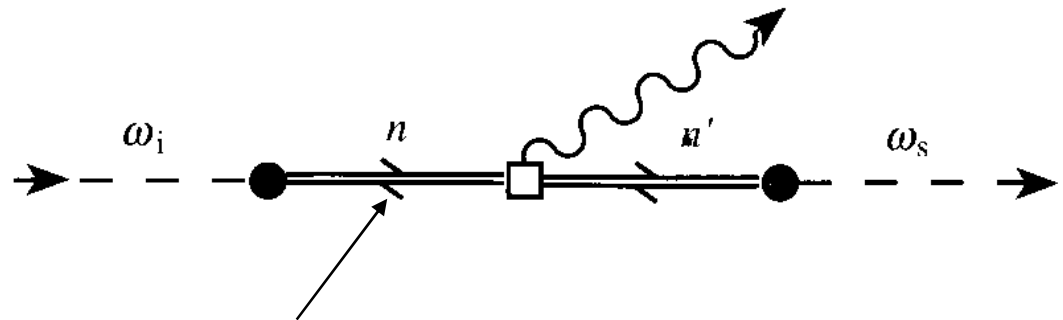
Propagators

----- Photon

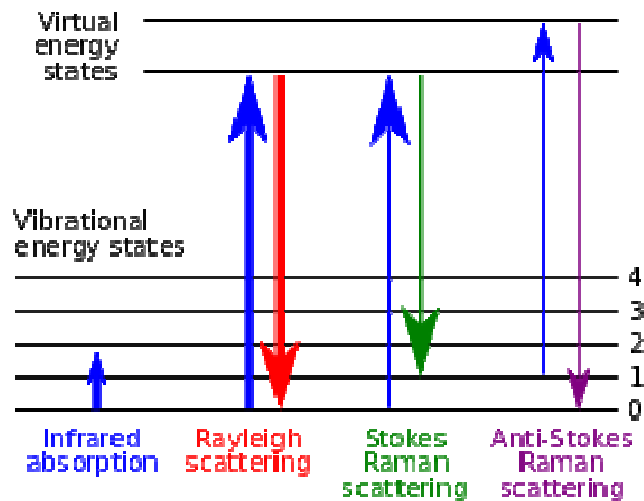
====> Electron-hole pair or exciton

~~~~~ Phonon

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



# 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.

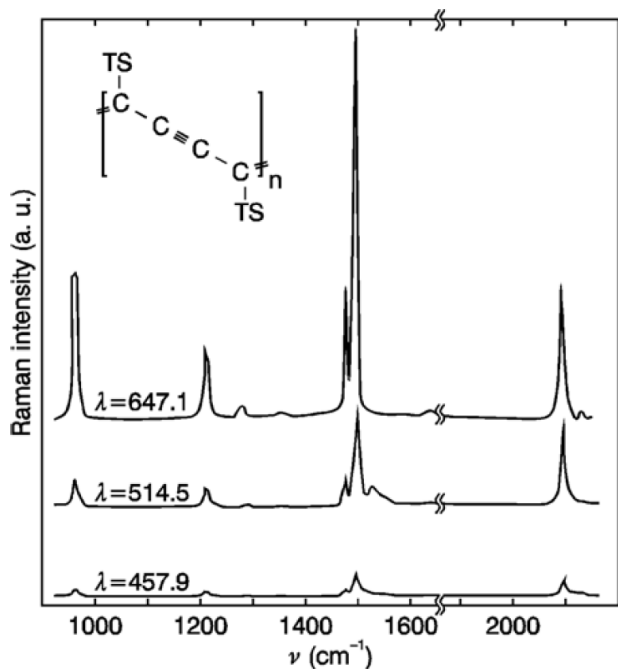


Fig. 9.14. Raman spectra of polydiacetylene-TS as excited with different lasers of equal intensity; after [9.8]. Insert: chemical structure of the polymer

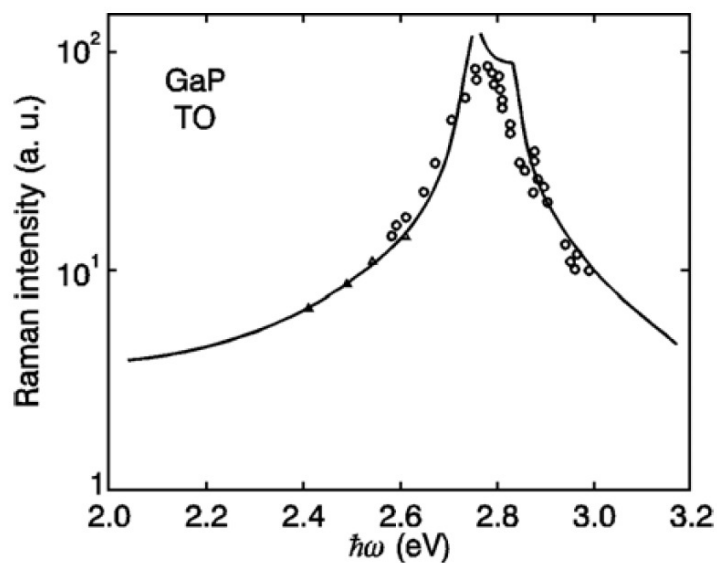
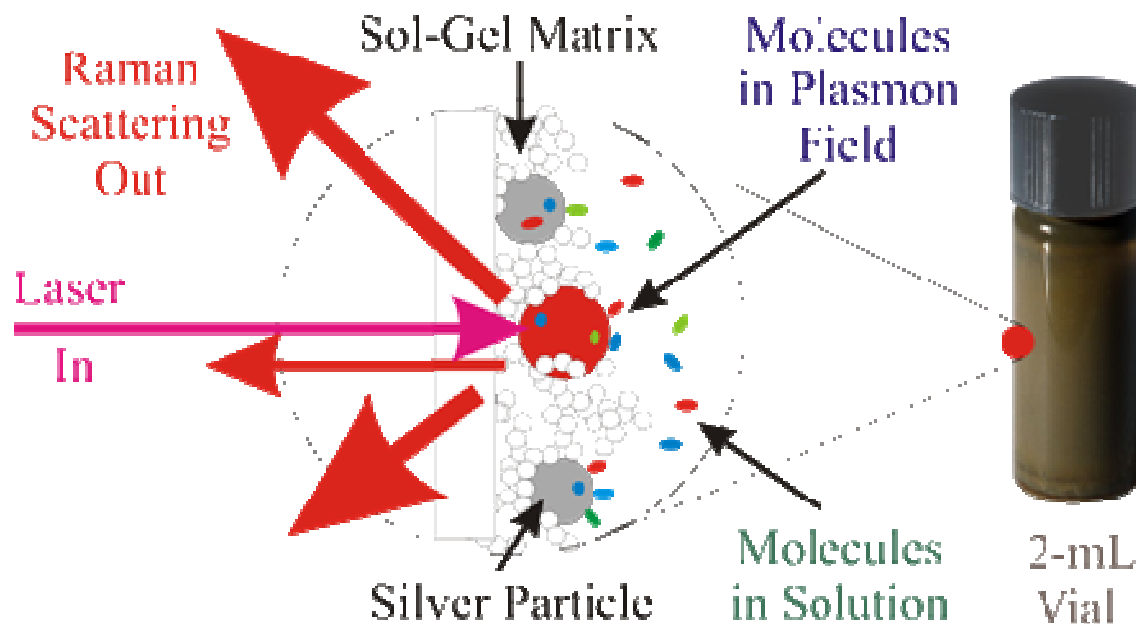


Fig. 9.15. Resonance Raman cross section for the optical mode at  $365 \text{ cm}^{-1}$  in GaP. The full drawn line is calculated; after [9.9]

# 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.







## 6B) Měření aktivační energie tvorby vakancí v kovech

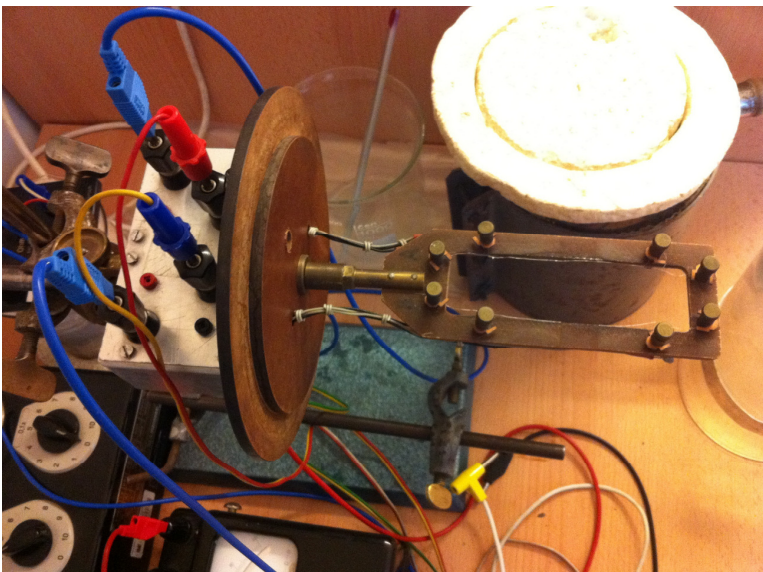
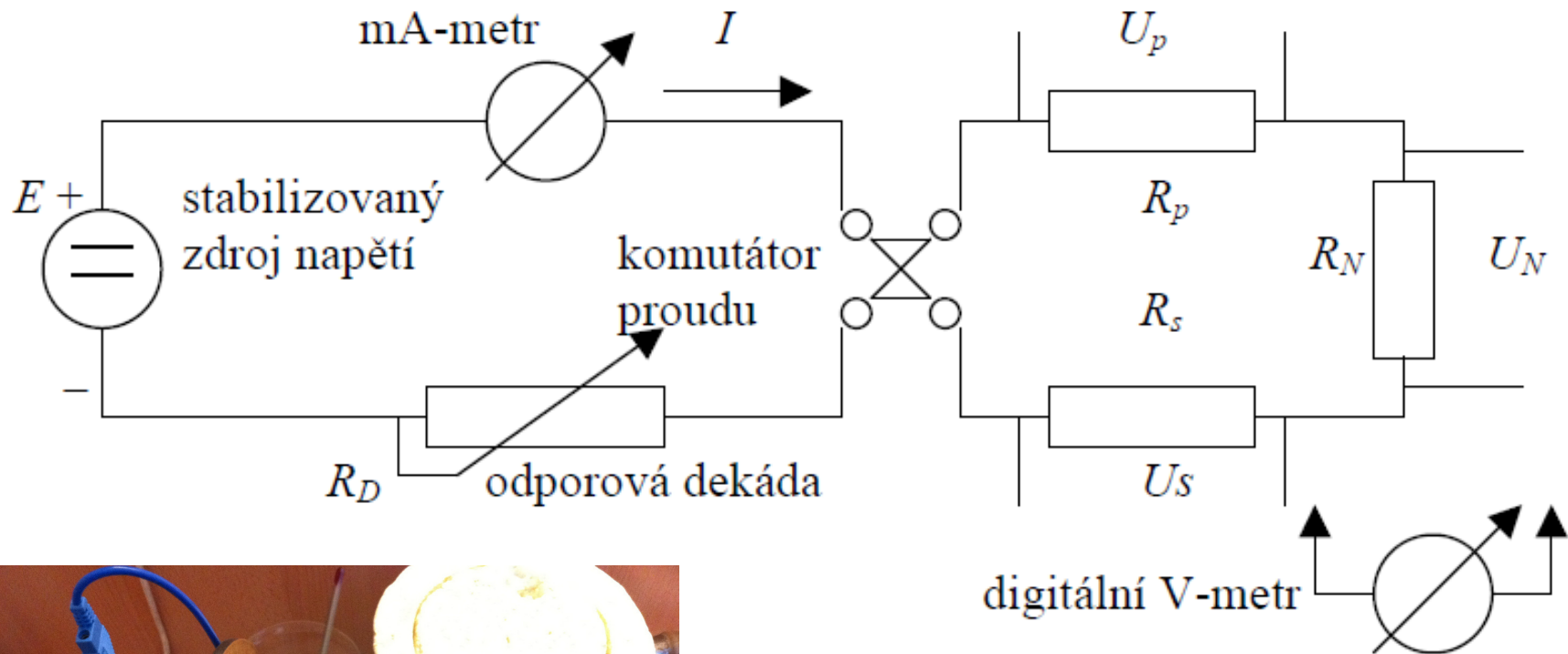
- rovnovážná koncentrace vakancí je dána Boltzmannovým rozdělením:  $\frac{n}{N} = A \cdot e^{-\frac{E_V}{kT}}$   
 $E_V =$  aktivační energie

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

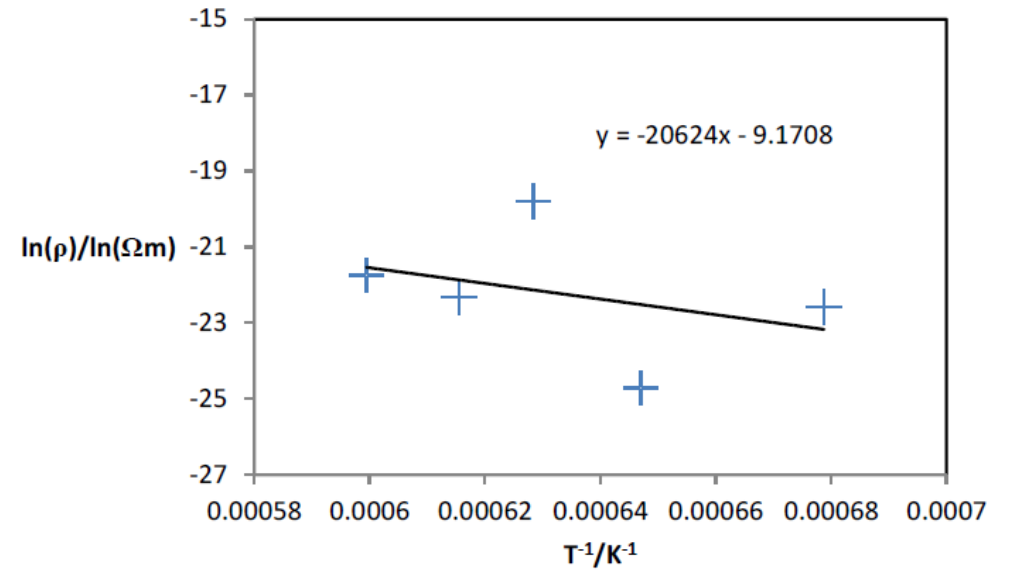
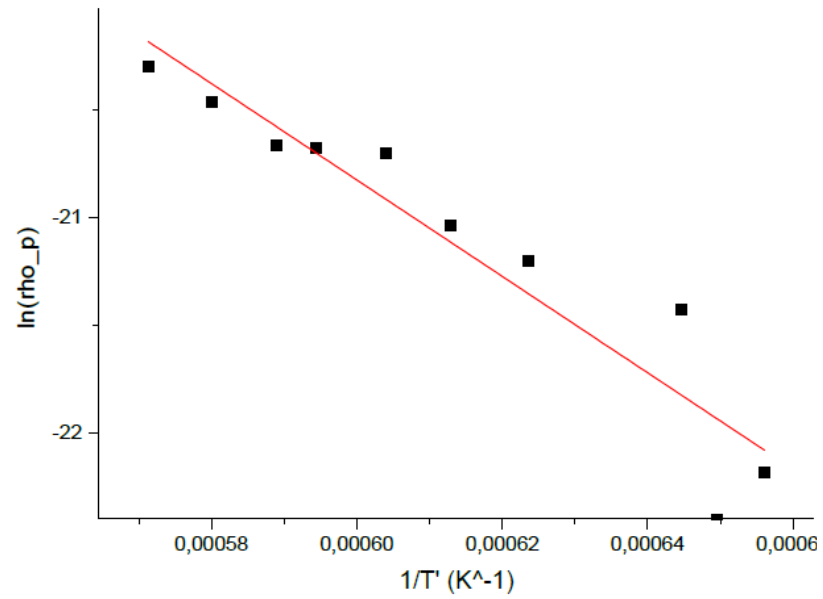
↑  
odpor díky rozptylu na kmitech mříže

- 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)

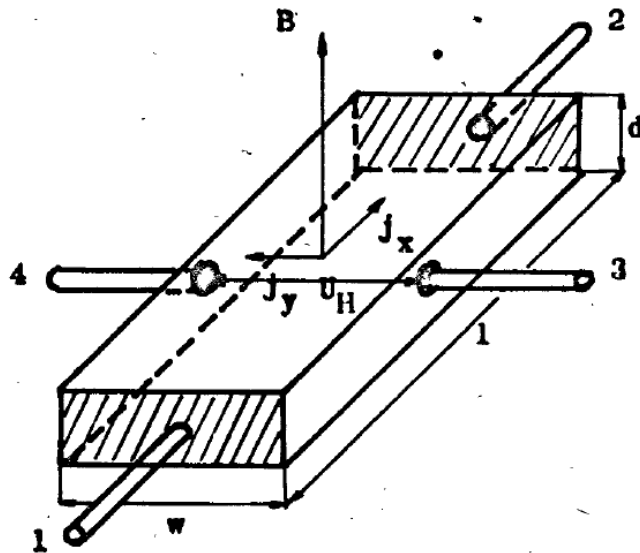


výsledek: závislost odporu na teplotě, ukázky dvou prací





## 7. Elektrická vodivost, Hallův koeficient a magnetovodivost polovodiče.



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

Z halova 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

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

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

## Halův 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.  $\tau$  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 blízký k 1, ale v rozmezí 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: pozor, toto není ve skriptu

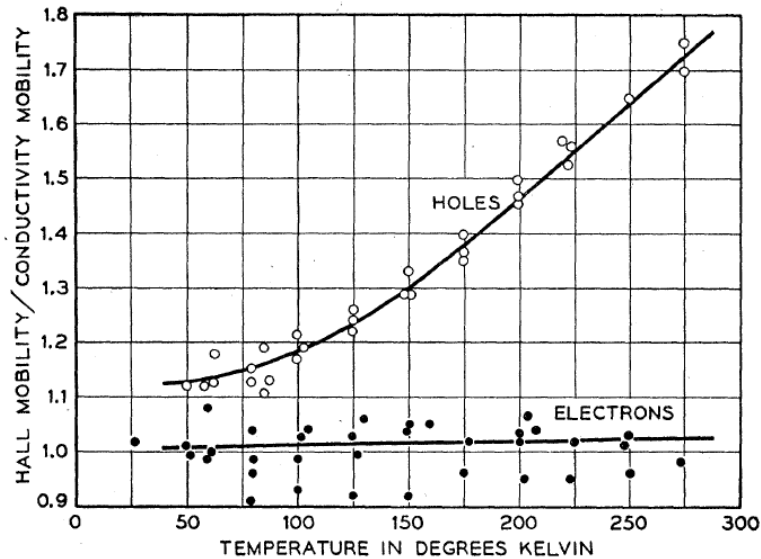
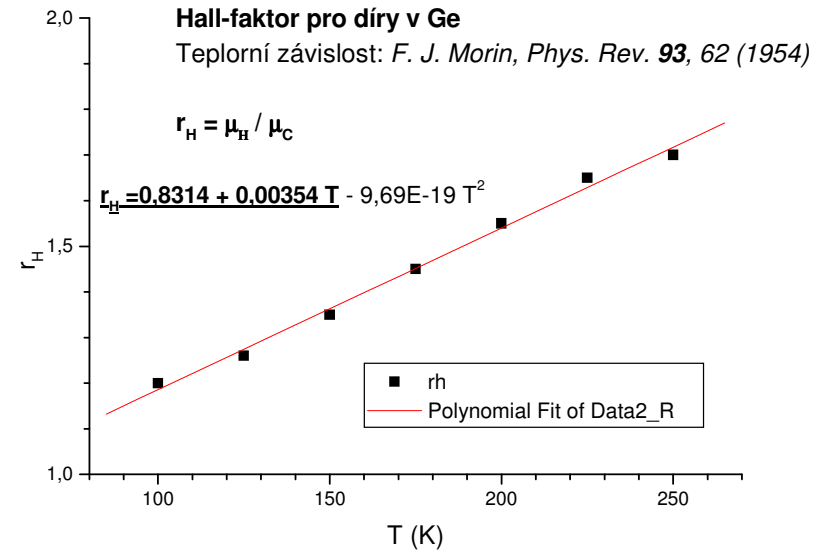


FIG. 2. Hall mobility/conductivity mobility as a function of temperature.

<sup>1</sup> F. J. Morin, Phys. Rev. 93, 62 (1954).



- podíl Hallovy pohyblivosti a pohyblivosti určené z vodivosti za předpokladu konstantní koncentrace nositelů

**elektrony:** Hallův -faktor téměř nezávislý na teplotě (100 – 300 K) :  $r_H = 3\pi/8 = 1,18$

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



# Halův faktor v Si

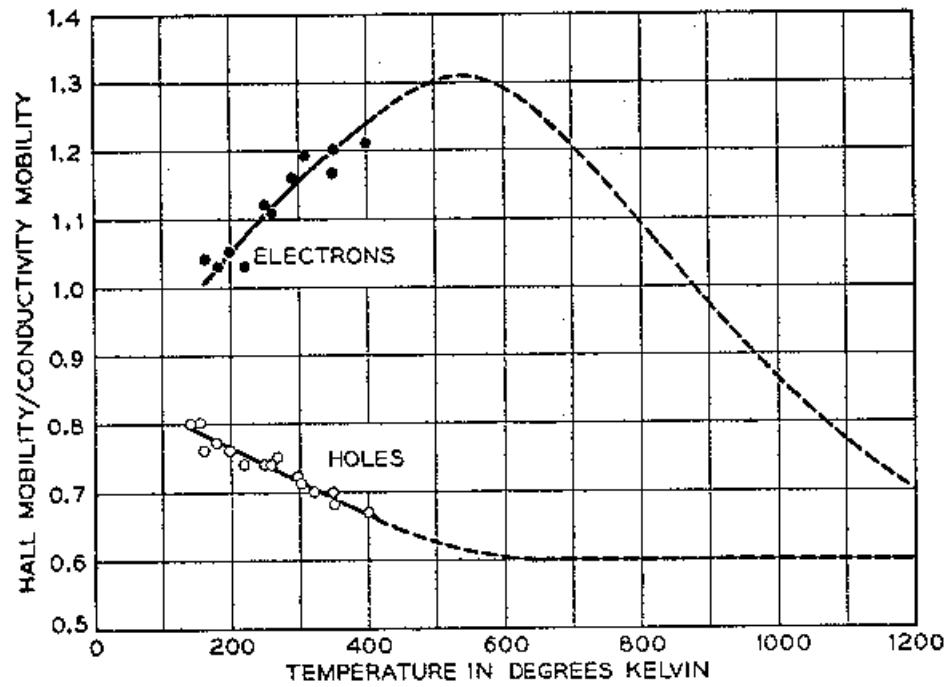


FIG. 14. Hall mobility/conductivity mobility as a function of absolute temperature for electrons and holes in silicon.

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

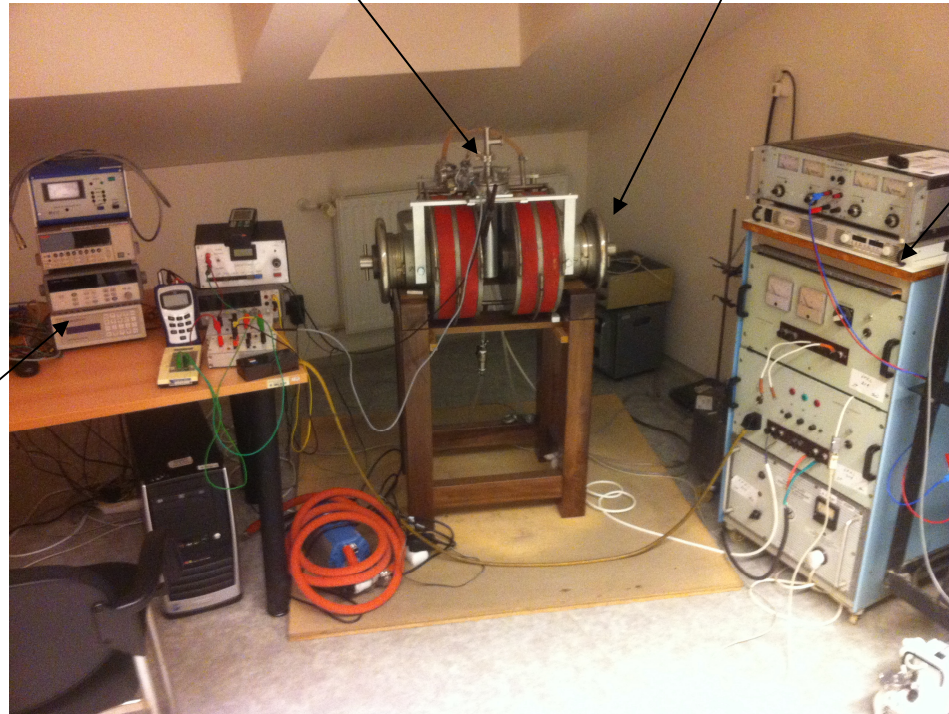
díry:  $\mu_L = 1,05 \cdot 10^9 \cdot T^{-2,33} \text{ cm}^2/\text{Vs}$

# Experimentální vybavení

dusíkový kryostat, 80-500K

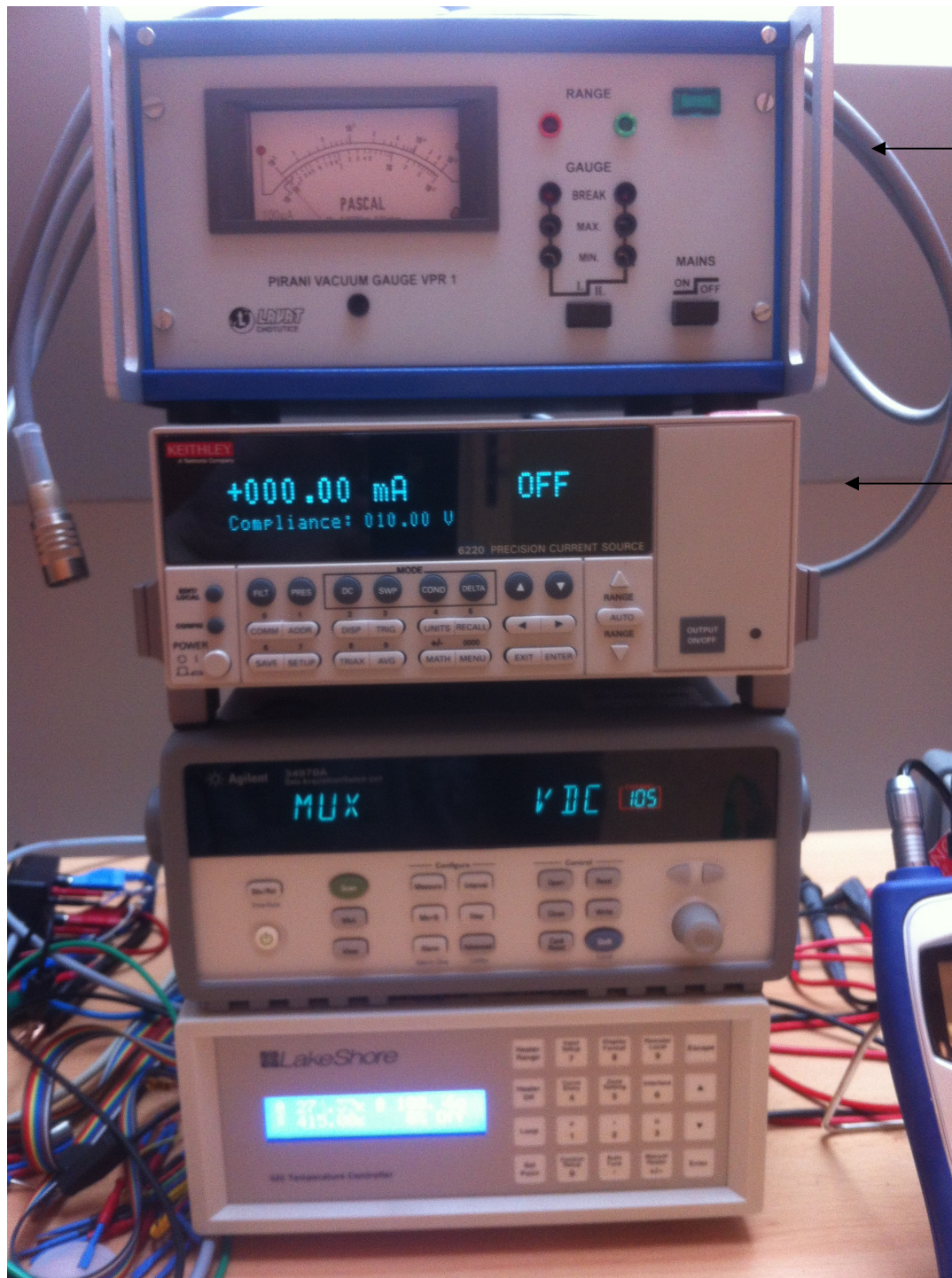
magnet,  $\sim 0.7\text{T}$

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, magnetická 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

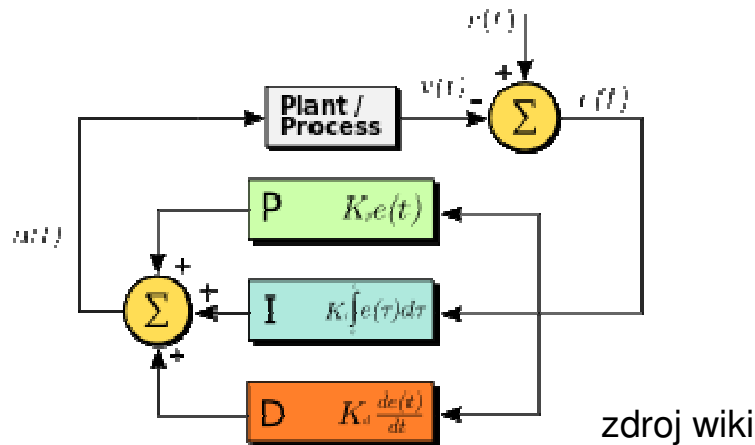
### SOURCE SPECIFICATIONS

| Range<br>(+5% over range) | Accuracy<br>(1 Year)<br>23°C ± 5°C<br>±(%rdg. + amps) | Programming<br>Resolution | Temperature<br>Coefficient/°C<br>0°-18°C & 28°-50°C | Typical Noise<br>(peak-peak)<br>/RMS <sup>3,4,5</sup><br>0.1Hz-10Hz | Settling Time <sup>1,2</sup><br>(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

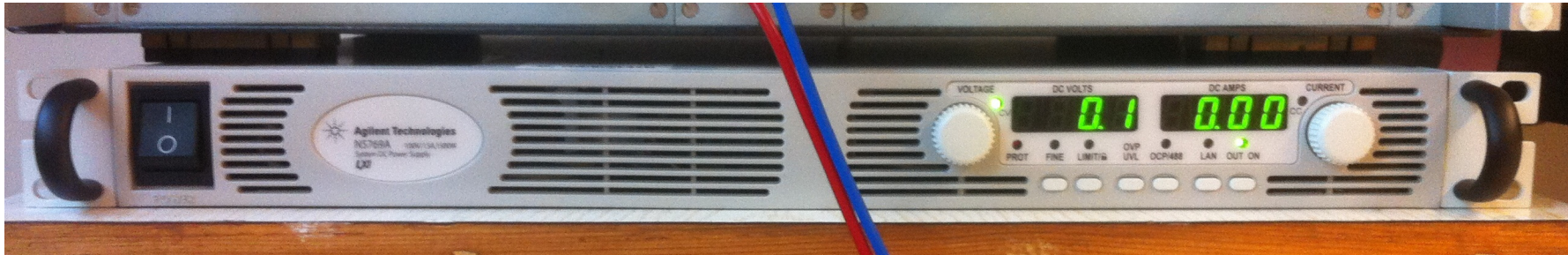


- měří teplotu, v našem případě Pt sondou
- reguluje proud topením (50  $\Omega$  cartridge heater) tak aby se teplota co nejvíc přiblížila požadované teplotě (setpoint)
- stabilizační cyklus se zpětnou vazbou nastavitelný pomocí hodnot P,I,D
  - P proporční příspěvek, určený současnou chybou
  - I integrální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

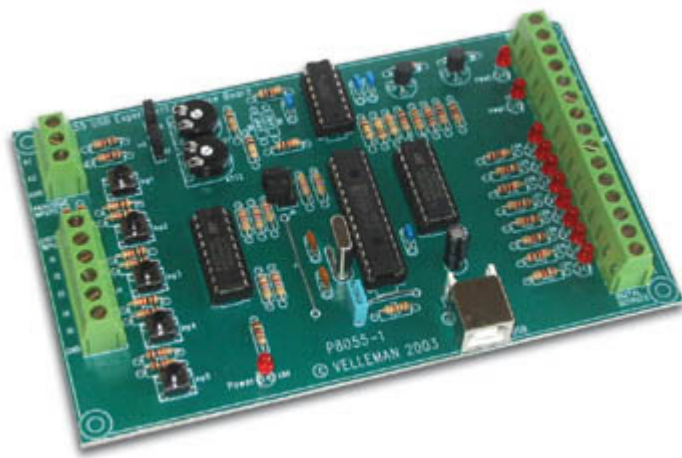


- správné nastavení PID hodnot řádově ovlivňuje rychlost stabilizace
- závisí na typu aparatury (výkon topítka, velikost topné oblasti atp.)
- závisí i na teplotě, např. je veliký rozdíl mezi 4K a 300K, pak se používá zone PID

# 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

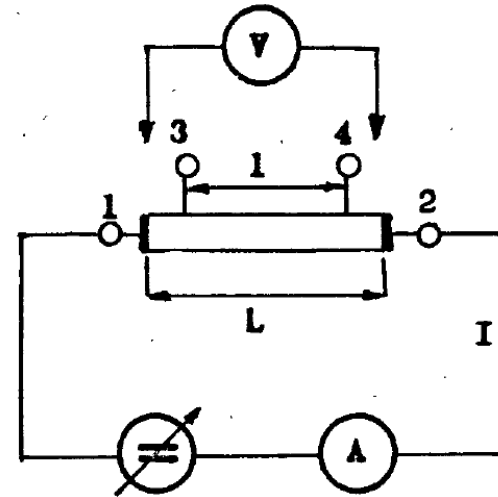
- karta pro digitální a analogový výstup/vstup z počítače
- velmi levná (1500 Kč)
- použita pro ovládání relé pro komutaci proudu magnetem
- ovládaná a napájená přes USB
- řízená příkazy z K8055D.dll

### 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 měrného odporu

- často nazývané „transportní měření“
- měření dvoukontaktní metodou
- měření čtyřkontaktní metodou
- metoda van der Pauw



## Měření dvoukontaktní metodou

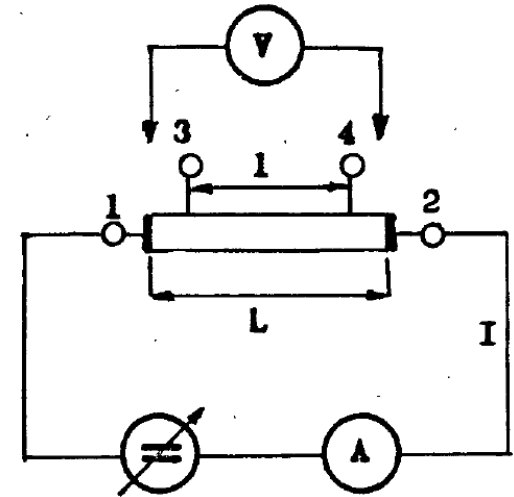
$$\rho = \frac{U_{12}}{I} \frac{S}{L}$$

- nejjednodušší měření „ohmmetrem“
- výsledek zatížený chybou odporu přívodních drátů a hlavně přechodového odporu kontaktů

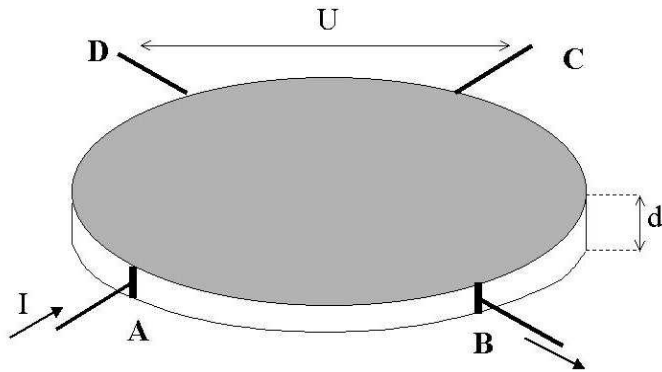
## Měření čtyřkontaktní metodou

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

- ke vzorku musí vézt čtyři vodiče
- napěťovými kontakty neteče žádný (nebo minimální) proud, tedy úbytek na přechodovém odporu není.
- pro vyloučení termoelektrického jevu provádíme dvě měření s komutací proudu
- velmi častá metoda u podélných vzorků tvaru hranolu



# Měření 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

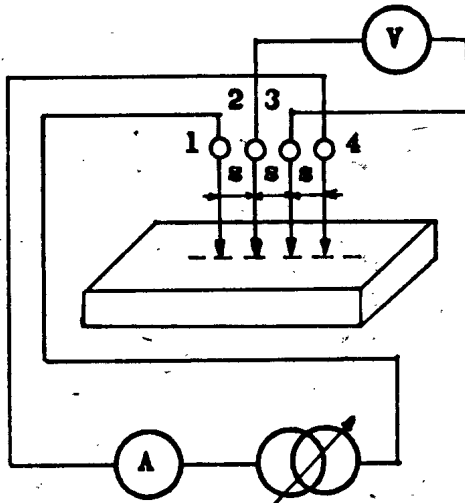
$$e^{-\pi R_1 / R_s} + e^{-\pi R_2 / R_s} = 1$$

- měrný odpor pak  $\rho = d R_s$

aproximativně platí:

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \frac{(R_1 + R_2)}{2} f\left(\frac{R_1}{R_2}\right) \quad f\left(\frac{R_1}{R_2}\right) \cong 1 - \left(\frac{R_1 - R_2}{R_1 + R_2}\right)^2 \frac{\ln 2}{2} - \left(\frac{R_1 - R_2}{R_1 + R_2}\right)^4 \left[ \frac{(\ln 2)^2}{4} - \frac{(\ln 2)^3}{12} \right]$$

## Měření odporu čtyřsondou



- 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 srovnatelné s velikostí  $s$  je nutno hodnotu numericky korigovat

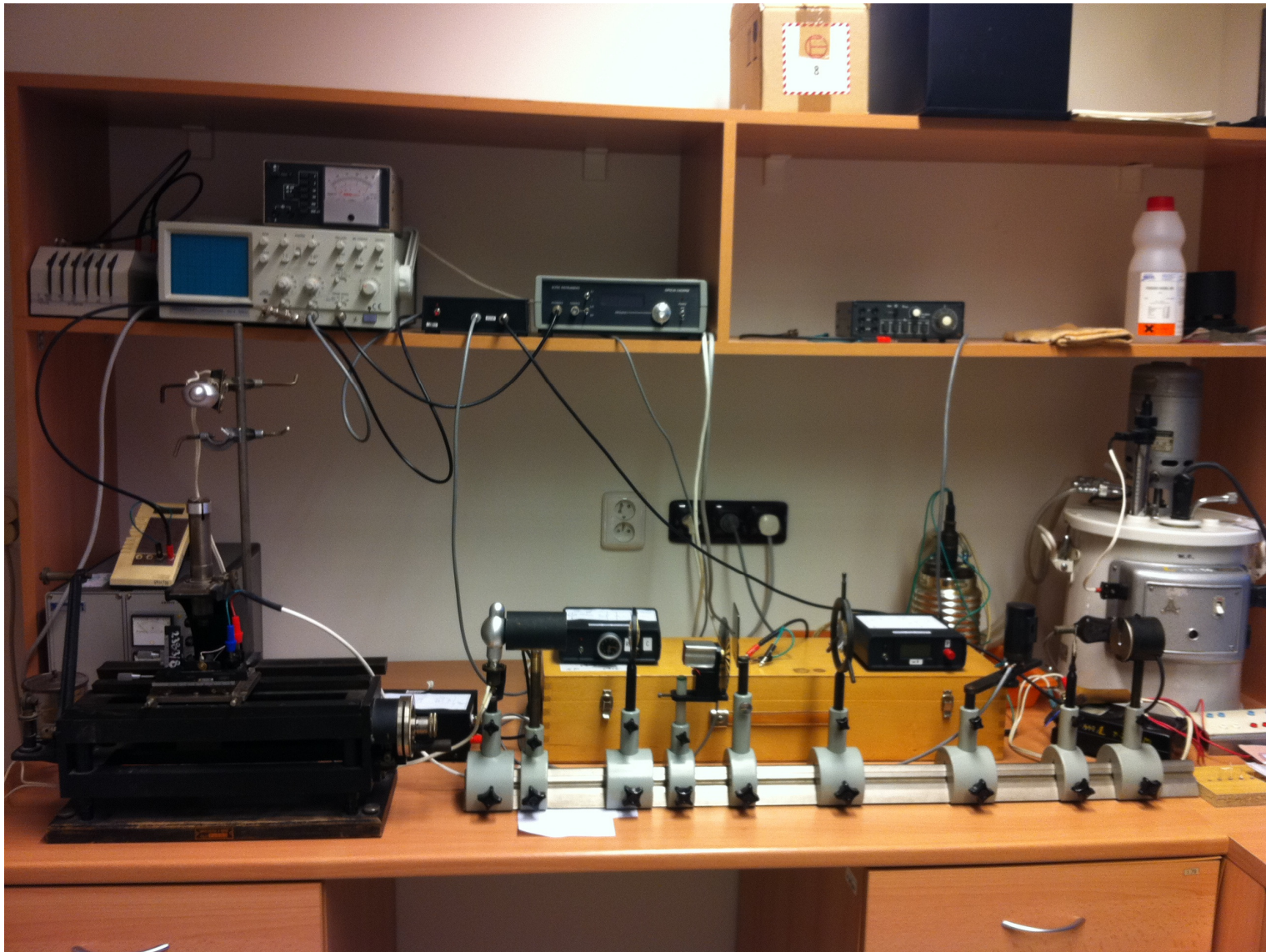


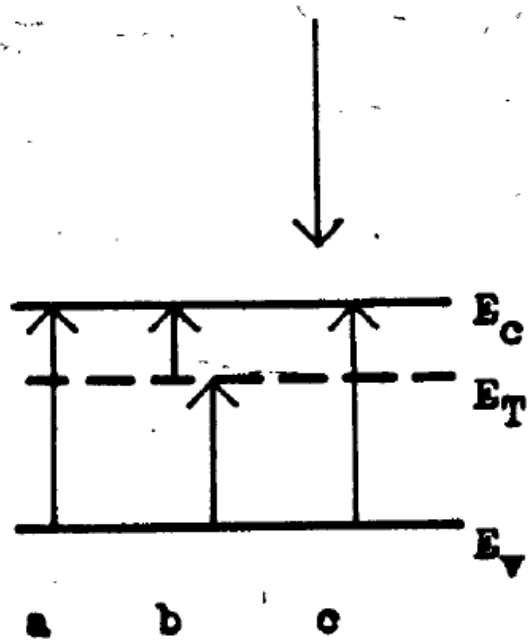
# kontaktování vzorku

- 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).

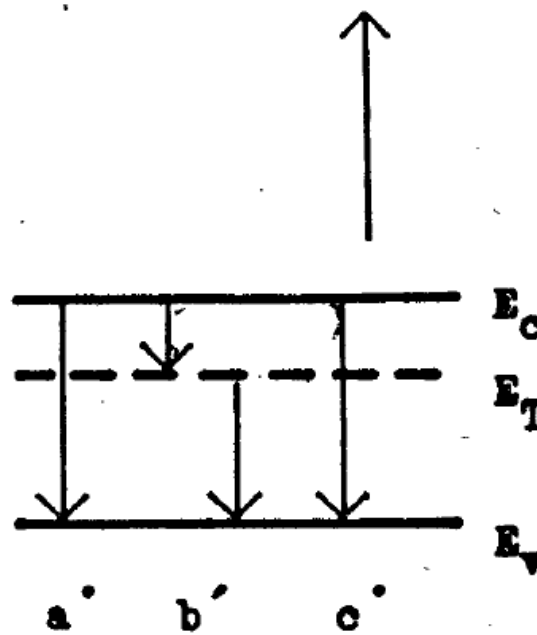


## 5. Rekombinace nadbytečných nositelů proudu v polovodičích, doba života nositelů.





excitace

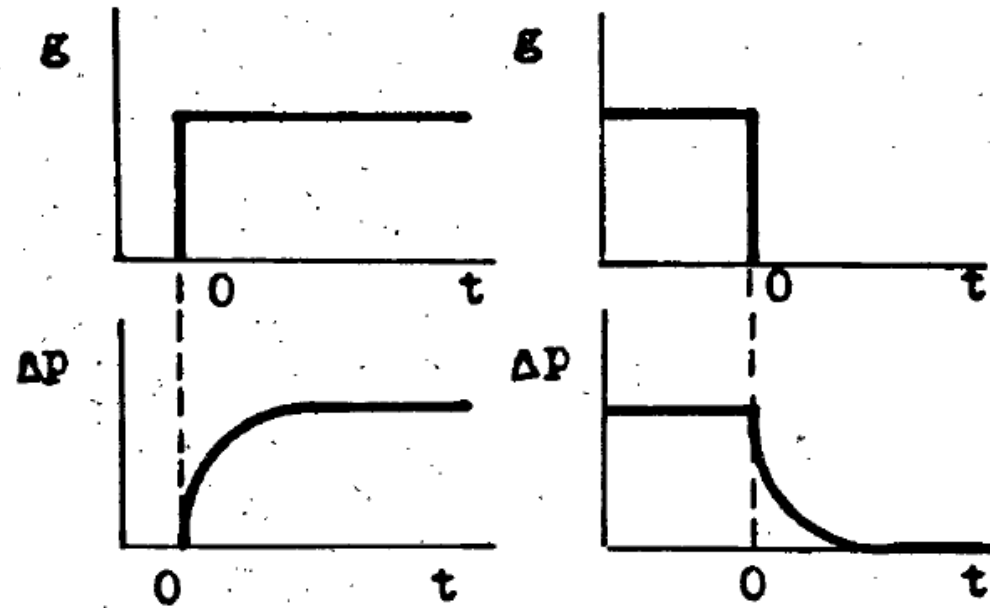


rekombinace

rekombinace s  
 charakteristickou dobou  
 (života)  $\tau$

stavy uvnitř  
 zakázaného pásu  
 díky defektům

# Doba života

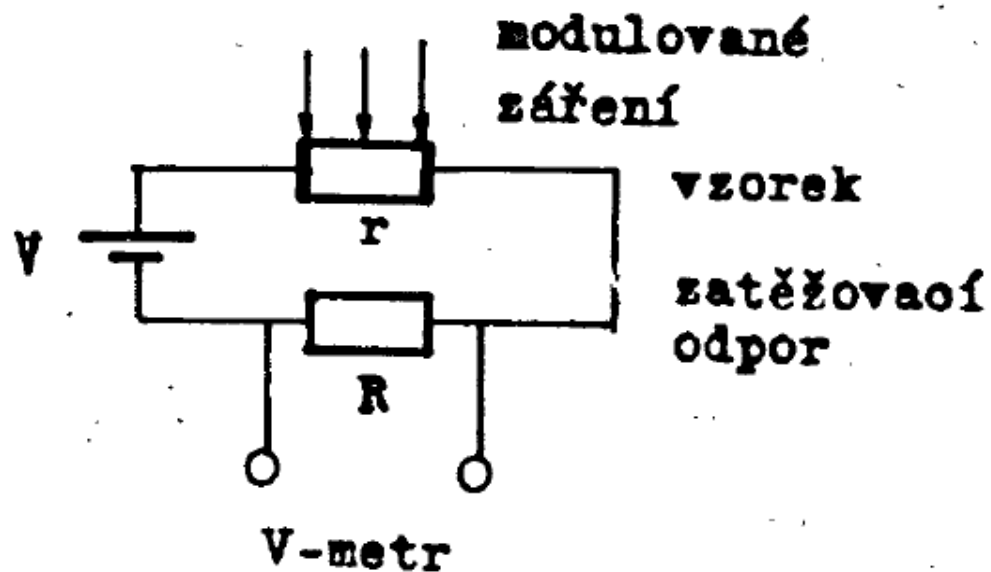


Obr. 6.4. Relaxace koncentrace nadbytečných nositelů.

$$\Delta n = \tau \cdot \beta \cdot k \cdot g_0 \cdot (1 - e^{-t/\tau})$$

exponenciální nárůst (pokles) s dobou života  $\tau$

# Měření doby života: měření fotovodivosti



# Měření doby života: metodá fázové kompenzace

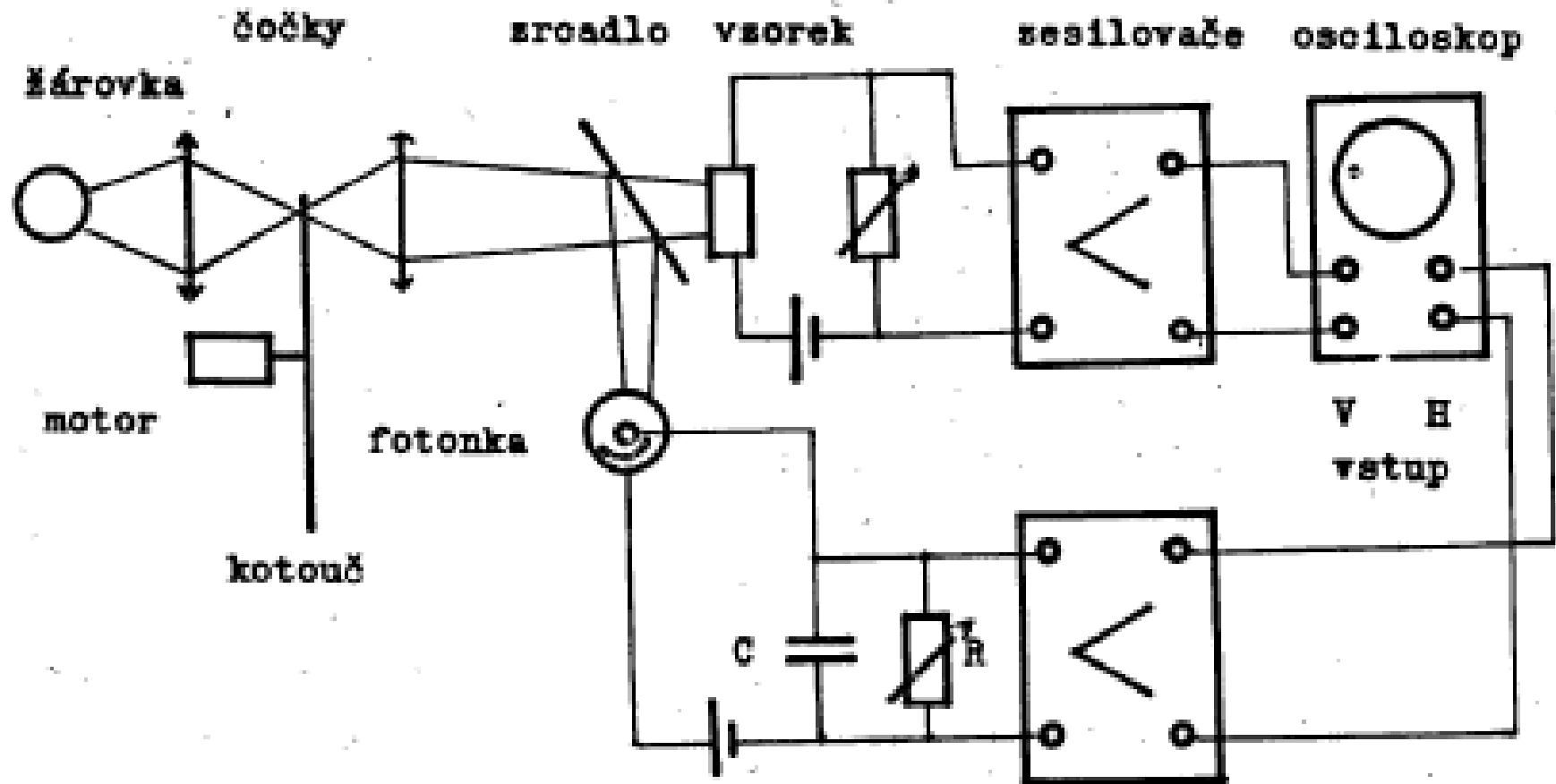
periodický osvit  $g = g_m \cdot (1 - \cos \omega t)$

generuje periodickou koncentraci nadbytečných nositelů

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

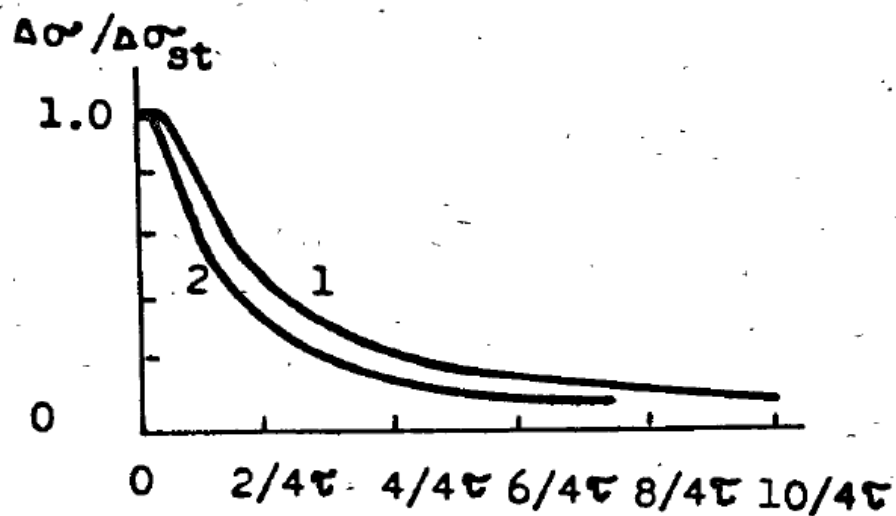
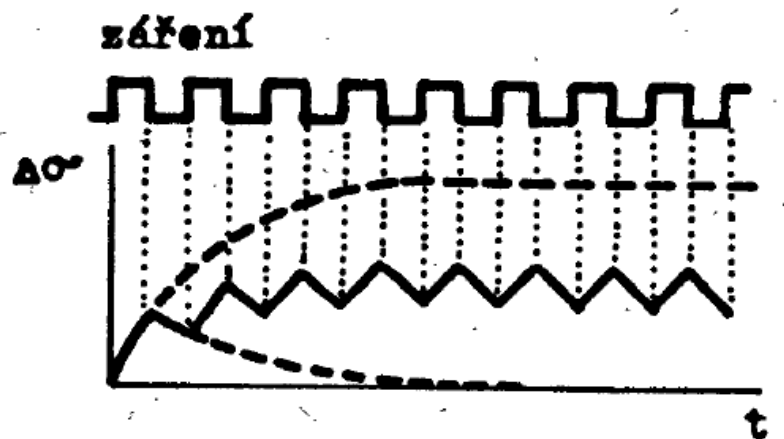
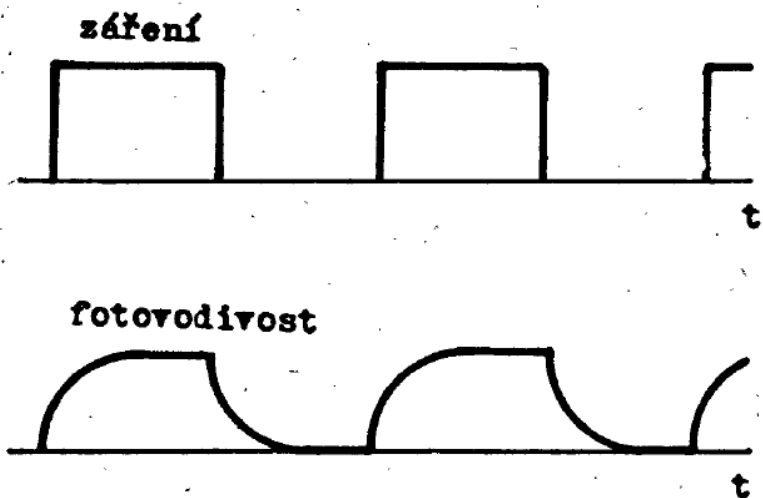
která je fázově posunuta oproti osvitu o  $\arctg(\tau\omega)$ .

# Měření doby života: metodá fázové kompenzace



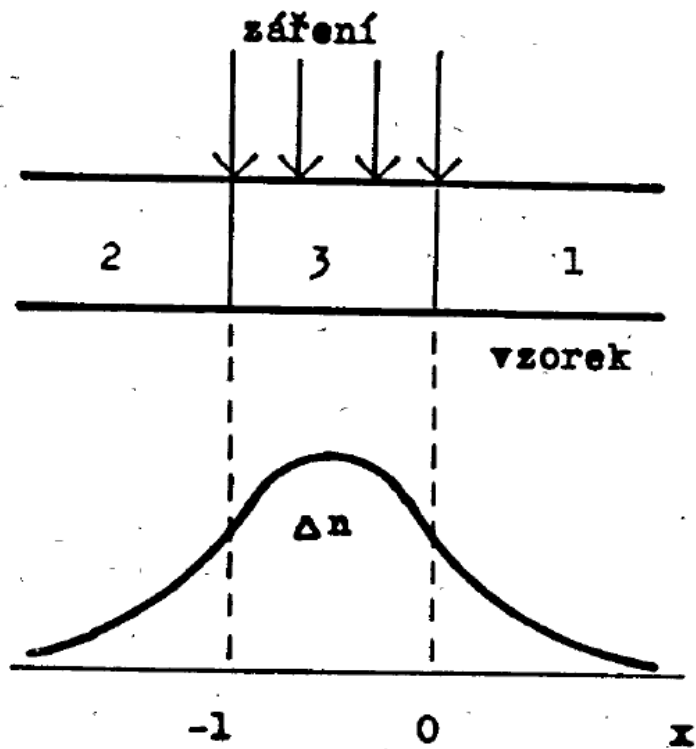


# doba života - metoda frekvenčního poklesu fotovodivosti



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

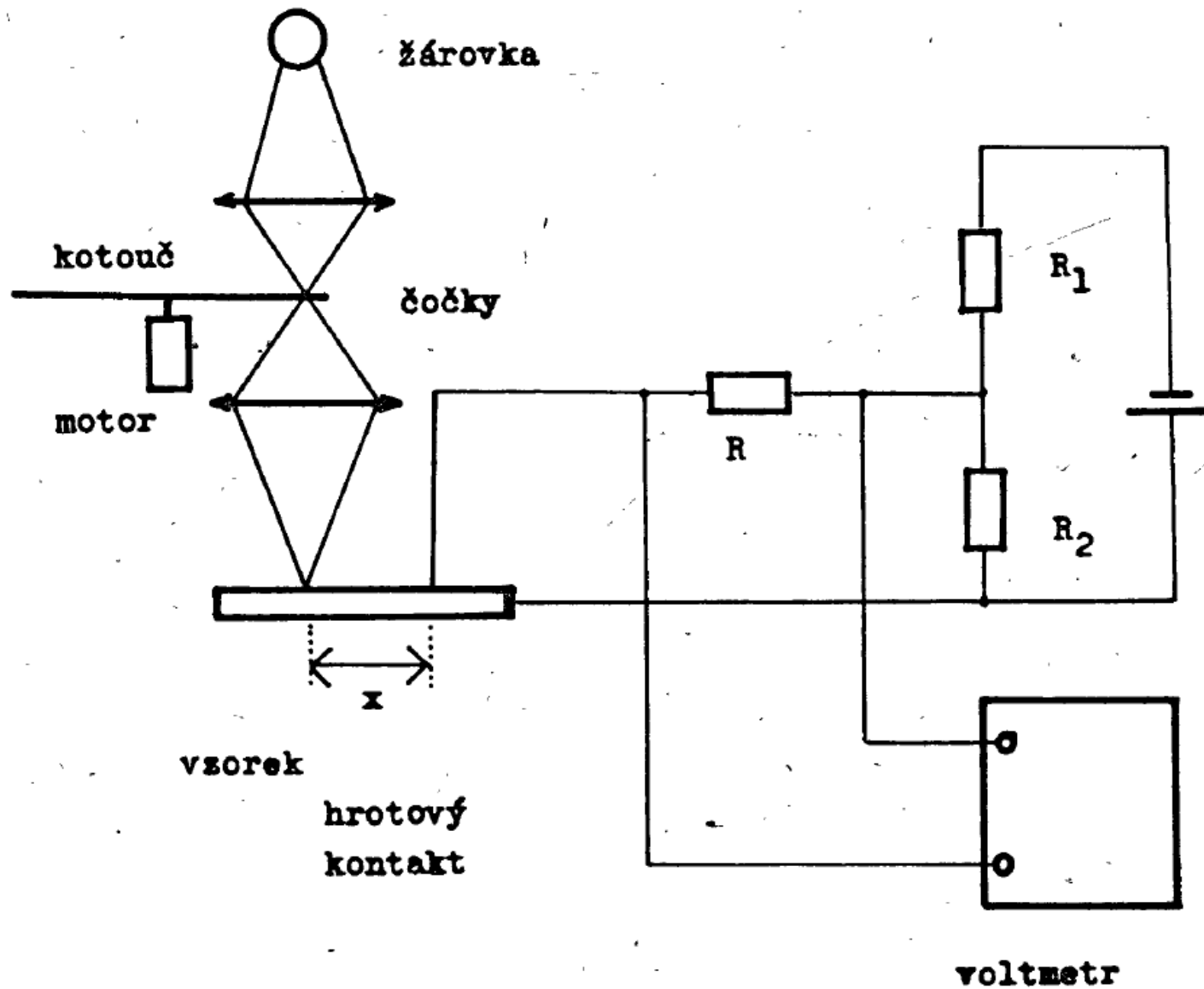
# doba života - měření pomocí difúzní délky



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

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

# doba života - měření pomocí difúzní délky





# Ovládání experimentu počítačem

- kolik jazyků umíš, tolikrát jsi ...

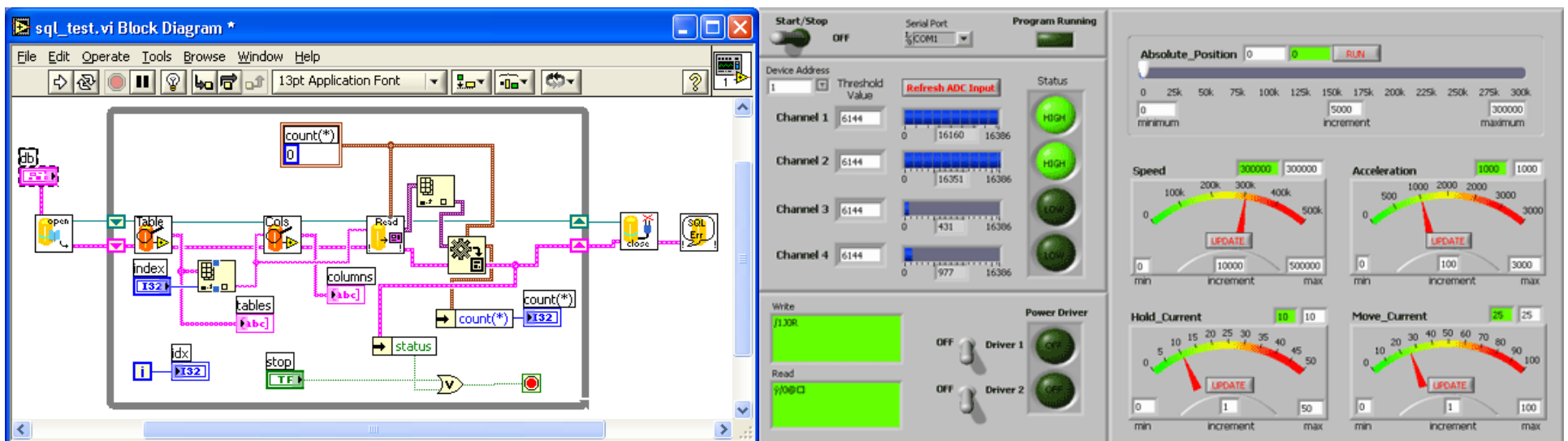
existuje předmět F3300 Řízení experimentu počítačem, doc. Brablec

- 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
- 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)

## ukázka GPIB komunikace v pythonu 2.7 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

```
#vypis zarizeni a portu kompatibilnich s VISA v Pythonu 2.7 a pyVISA 1.5
import visa                                     #natahne knihovnu VISA
rm = visa.ResourceManager()                   #definuje objekt visa
print rm.list_resources()                     #vypise seznam adresovatelnych pristroju
```

```
obdrzeno: (u'ASRL1::INSTR', u'ASRL2::INSTR', u'ASRL7::INSTR',
u'ASRL10::INSTR', u'ASRL12::INSTR', u'GPIB0::22::INSTR')
```

# ukázka USB komunikace v pythonu 2.7 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, ~100 MB)
- v rámci pythonu (podobně v LabVview) vznikl interface pyVISA na jednoduché ovládání tohoto balíku

```
#Demo pro studenty na ovladani Source Measurement Unit Keithley 2450 pro měření proudu
```

```
import visa
```

```
rm = visa.ResourceManager()
```

```
res = open("VISAresources.txt",'w')
```

```
print >> res, "vypis VISA kompatibilnich portu:", rm.list_resources()
```

```
keithley = rm.get_instrument("USB0::0x05E6::0x2450::04039713::INSTR") #definice objektu s USB adresou
```

```
print(keithley.ask("*IDN?")) # univerzalni prikaz na identifikacni (odezvu) pristroje
```

```
keithley.write(":SOUR:VOLT 1) # nastav napeti 1V ve voltech
```

```
print "proud je:", keithley.ask("MEAS:CURRENT?") # preciti proud
```

## 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.

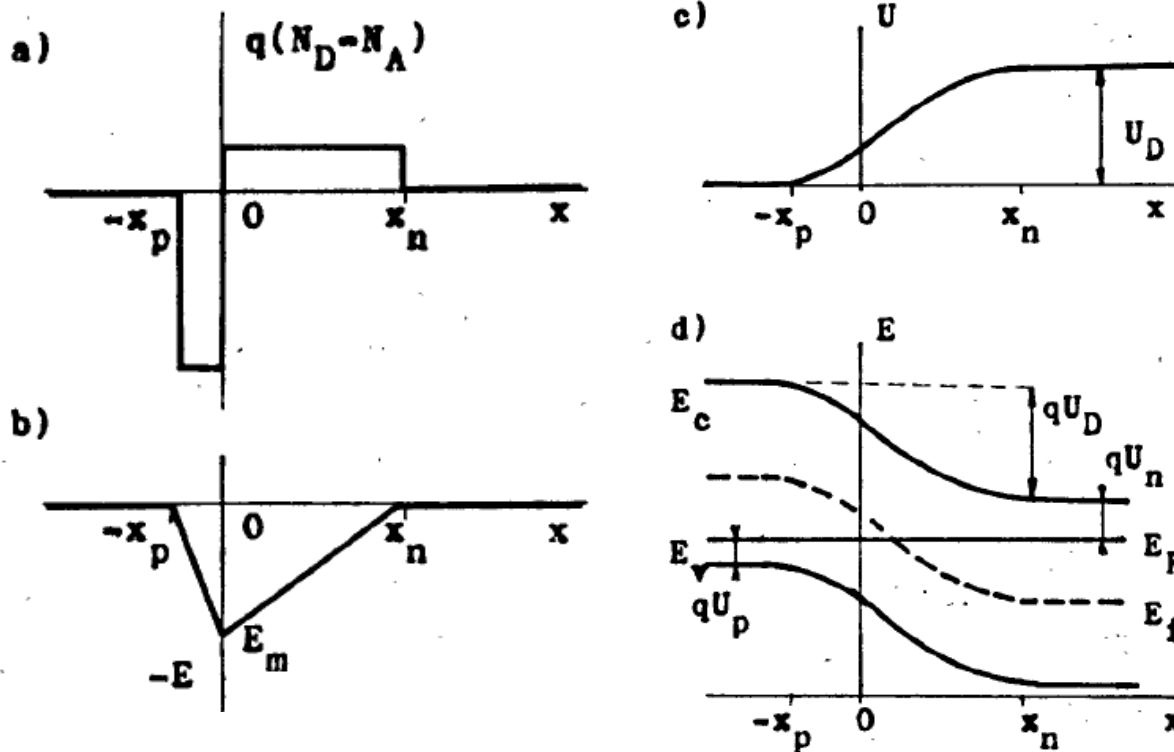
TCPIP - Ethernet communication.

## syntaxe typu portů VISA (resources): příklady

|                                  |                                                                                                                                                                                                |
|----------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ASRL::1.2.3.4::2::INSTR          | A serial device attached to port 2 of the ENET Serial controller at address 1.2.3.4.                                                                                                           |
| ASRL1::INSTR                     | A serial device attached to interface ASRL1.                                                                                                                                                   |
| GPIB::1::0::INSTR                | A GPIB device at primary address 1 and secondary address 0 in GPIB interface 0.                                                                                                                |
| GPIB2::INTFC                     | Interface or raw board resource for GPIB interface 2.                                                                                                                                          |
| PXI::15::INSTR                   | PXI device number 15 on bus 0 with implied function 0.                                                                                                                                         |
| PXI::2::BACKPLANE                | Backplane resource for chassis 2 on the default PXI system, which is interface 0.                                                                                                              |
| PXI::CHASSIS1::SLOT3             | PXI device in slot number 3 of the PXI chassis configured as chassis 1.                                                                                                                        |
| PXI0::2-12.1::INSTR              | PXI bus number 2, device 12 with function 1.                                                                                                                                                   |
| PXI0::MEMACC                     | PXI MEMACC session.                                                                                                                                                                            |
| TCPIP::dev.company.com::INSTR    | A TCP/IP device using VXI-11 or LXI located at the specified address. This uses the default LAN Device Name of inst0.                                                                          |
| TCPIP0::1.2.3.4::999::SOCKET     | Raw TCP/IP access to port 999 at the specified IP address.                                                                                                                                     |
| USB::0x1234::125::A22-5::INSTR   | A USB Test & Measurement class device with manufacturer ID 0x1234, model code 125, and serial number A22-5. This uses the device's first available USBTMC interface. This is usually number 0. |
| USB::0x5678::0x33::SN999::1::RAW | A raw USB nonclass device with manufacturer ID 0x5678, model code 0x33, and serial number SN999. This uses the device's interface number 1.                                                    |
| visa://hostname/ASRL1::INSTR     | The resource ASRL1::INSTR on the specified remote system.                                                                                                                                      |
| VXI::1::BACKPLANE                | Mainframe resource for chassis 1 on the default VXI system, which is interface 0.                                                                                                              |
| VXI::MEMACC                      | Board-level register access to the VXI interface.                                                                                                                                              |
| VXI0::1::INSTR                   | A VXI device at logical address 1 in VXI interface VXI0.                                                                                                                                       |
| VXI0::SERVANT                    | Servant/device-side resource for VXI interface 0.                                                                                                                                              |



# 1. Voltampérové charakteristiky n-p přechodů



Obr. 11.1. Strmý, ostře ohraničený přechod p-n:

- a) hustota náboje
- b) intenzita el. pole
- c) potenciál
- d) energie elektronů

$$I = I_s \cdot [\exp(q \cdot U / k \cdot T) - 1]$$

$$I_s = A \cdot j_s$$

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

- saturační proud  $I_s$  ( $j_s$ ) závisí na kvadrátu intrinsické koncentrace

- $n_i \sim e^{E_g/kT}$



# přístroje Source meter Keithley 2450



zemění pro stínění kabelů

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

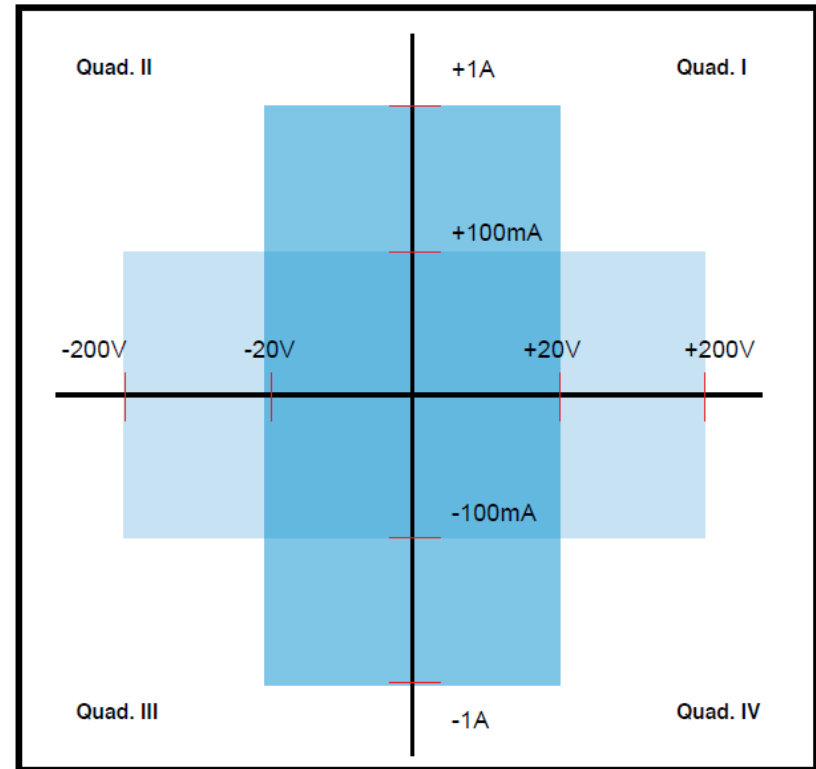
- zdroj napětí  $\pm 200$  V, v praxi max  $\pm 40$  V
- omezený proud na max  $\pm 1$  A, celkově výkon max 20W – to už dokáže spálit řadu součástek. **Pozor na maximální používaný výkon. Typicky používáme max 1W.**
- manuální nastavení napětí (vhodné pro zvolení rozumného měřicího rozsahu)  
programovatelné 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<sup>1,2</sup>

| Source      |            |                                                        |                           | Measure <sup>3</sup> |                     |                                                     |
|-------------|------------|--------------------------------------------------------|---------------------------|----------------------|---------------------|-----------------------------------------------------|
| Range       | Resolution | Accuracy (23° ± 5°C)<br>1 Year<br>±(% setting + volts) | Noise<br>(RMS)<br>(<10Hz) | Resolution           | Input<br>Resistance | Accuracy (23° ± 5°C)<br>1 Year<br>±(% 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<sup>1,2</sup>

| Source                   |            |                                                                    |                           | Measure <sup>3</sup> |                   |                                                    |
|--------------------------|------------|--------------------------------------------------------------------|---------------------------|----------------------|-------------------|----------------------------------------------------|
| Range                    | Resolution | Accuracy (23° ± 5°C) <sup>4</sup><br>1 Year<br>±(% setting + amps) | Noise<br>(RMS)<br>(<10Hz) | Resolution           | Voltage<br>Burden | Accuracy (23° ± 5°C)<br>1 Year<br>±(% rdg. + amps) |
| 10.00000 nA <sup>5</sup> | 500 fA     | 0.100% + 100 pA                                                    | 500 fA                    | 10 fA                | <100 μV           | 0.100% + 50 pA                                     |
| 100.0000 nA <sup>5</sup> | 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)<sup>2,3</sup>

| Range                     | Default Resolution <sup>6</sup> | Default Test Current | Normal Accuracy<br>(23°C ±5°C)<br>1 Year, ±(% rdg. + ohms) | Enhanced Accuracy <sup>7</sup><br>(23°C ±5°C)<br>1 Year, ±(% rdg. + ohms) |
|---------------------------|---------------------------------|----------------------|------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------|
| <2.000000 Ω <sup>8</sup>  | 1 μΩ                            | User defined         | Source I <sub>ACC</sub> + Meas. V <sub>ACC</sub>           | Meas. I <sub>ACC</sub> + Meas. V <sub>ACC</sub>                           |
| 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 <sup>8</sup> | —                               | User defined         | Source I <sub>ACC</sub> + Meas. V <sub>ACC</sub>           | Meas. I <sub>ACC</sub> + Meas. V <sub>ACC</sub>                           |

# programování pikoampérmetru přes USB

- komunikace v jazyku Python 2.7 (doporučovaná)
- Je potřeba abyste znali
  - výstup na obrazovku, vstup z klávesnice
  - cykly
  - podmínky
  - uložení do souboru
- na počítači je Win XP připojený na internet. Pokud něco nevím, tak se zeptám... googlu.

# Ukázka programu pro ovládání Keithley 487 v jazyku python 2.7

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 >> res, "vypis VISA kompatibilnich portu:", rm.list_resources()

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

keithley.write("CURR:RSEN ON") # nastav ctyrkontaktni mereni
#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
lmax=raw_input("Zadej maximalni proud v A bezpecny pro soucastku: ")
lmax=float(lmax)
keithley.write(":SOUR:VOLT:ILIMIT "+str(lmax)) # nastav limit proudu,
keithley.write(":OUTP ON") # prived napeti na obvod

keithley.write(":SOUR:VOLT 1") # nastav napeti 1V
time.sleep(0.05)          #pocka (sekund) na ustabilizovani proudu
print "napeti je:", keithley.ask("MEAS:VOLT?") # precti napeti
print "proud je:", keithley.ask("MEAS:CURR?") # precti proud
keithley.write(":OUTP OFF") # Vypni proud z pristroje - bezpecnost pro soucastky
```

# **zobrazení výsledků uložených do souboru v programu gnuplot, skript plot\_VAchar.plt**

```
set grid  
#set log y
```

```
plot 'VAchar.dat' us 1:2 title 'VA char' w lp 1 1
```

```
pause -1
```

logaritmické zobrazení:

```
set grid  
set log y
```

```
plot 'VAchar.dat' using 1:(abs($2)) title 'VA char' w lp 1 1
```

```
pause -1
```



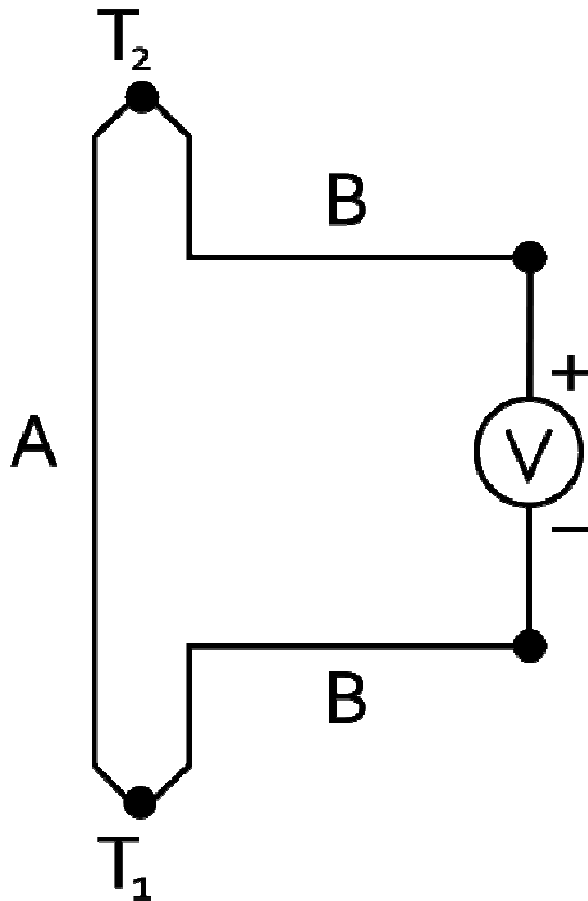




### 3. Termoelektrické napětí v polovodiči

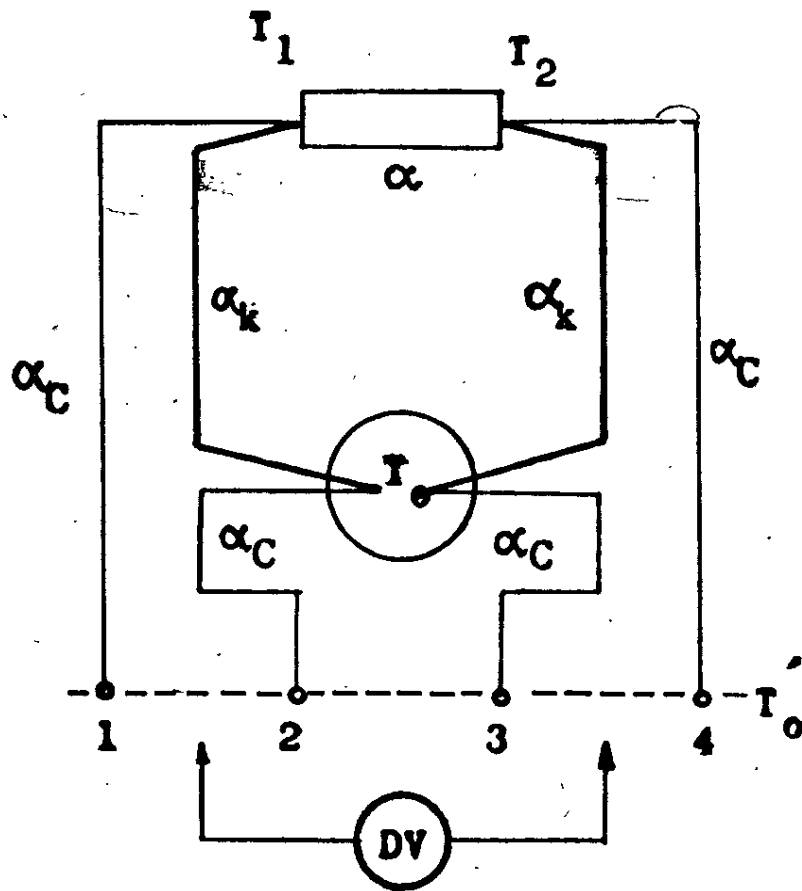
Seebackova konstanta:

$$\bar{E}^{\alpha} = \alpha \cdot \text{grad } T$$



- termoelektrické napětí je způsobeno především difuzí, popř. změnou koncentrace nositelů s teplotou
- Seebackova konstanta je záporná (kladná) pro polovodič typu n (p).

# experimentální schéma



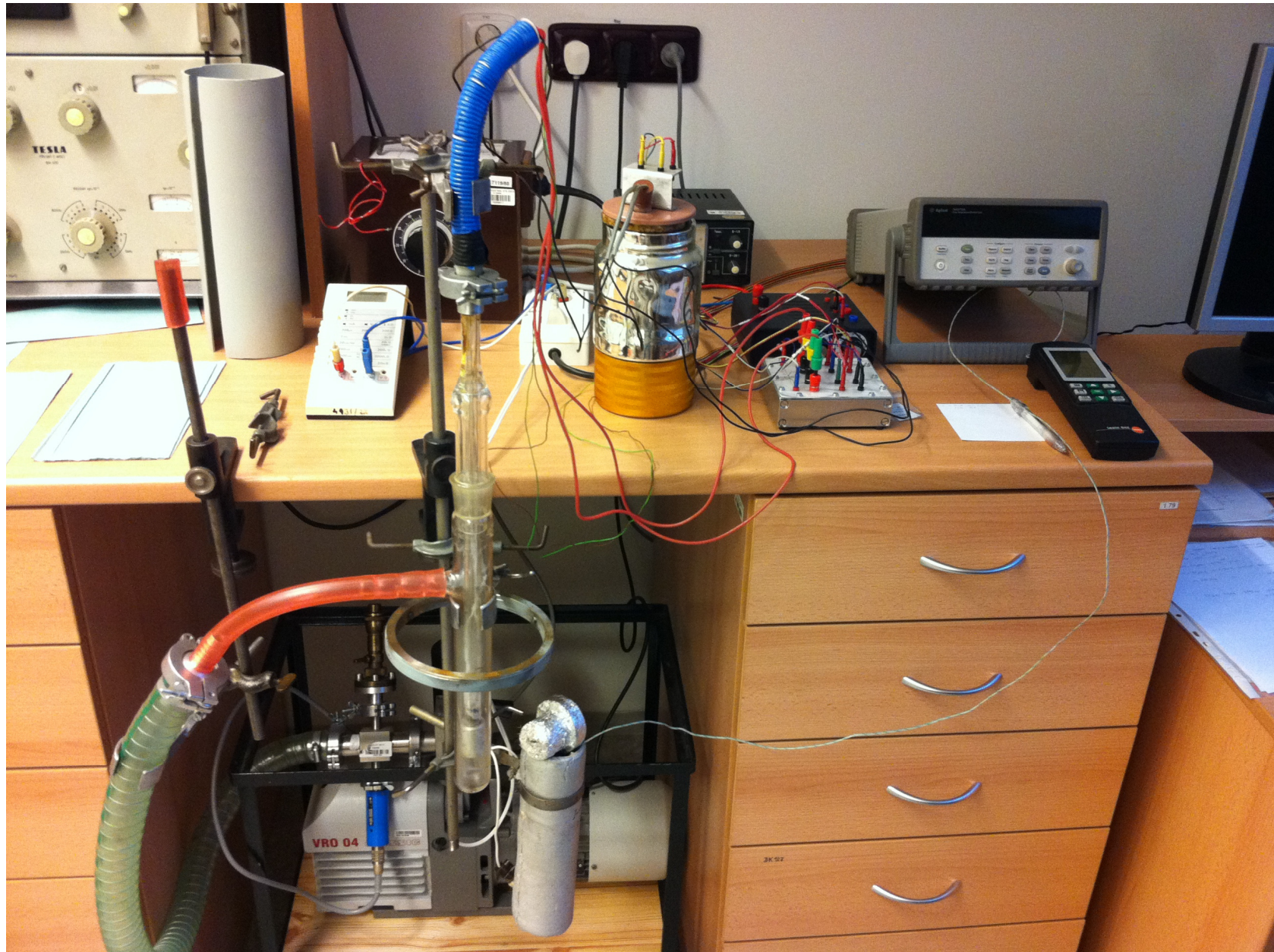
$$\alpha(T) = \frac{U_{14}(T)}{T_1 - T_2} + \alpha_C(T)$$

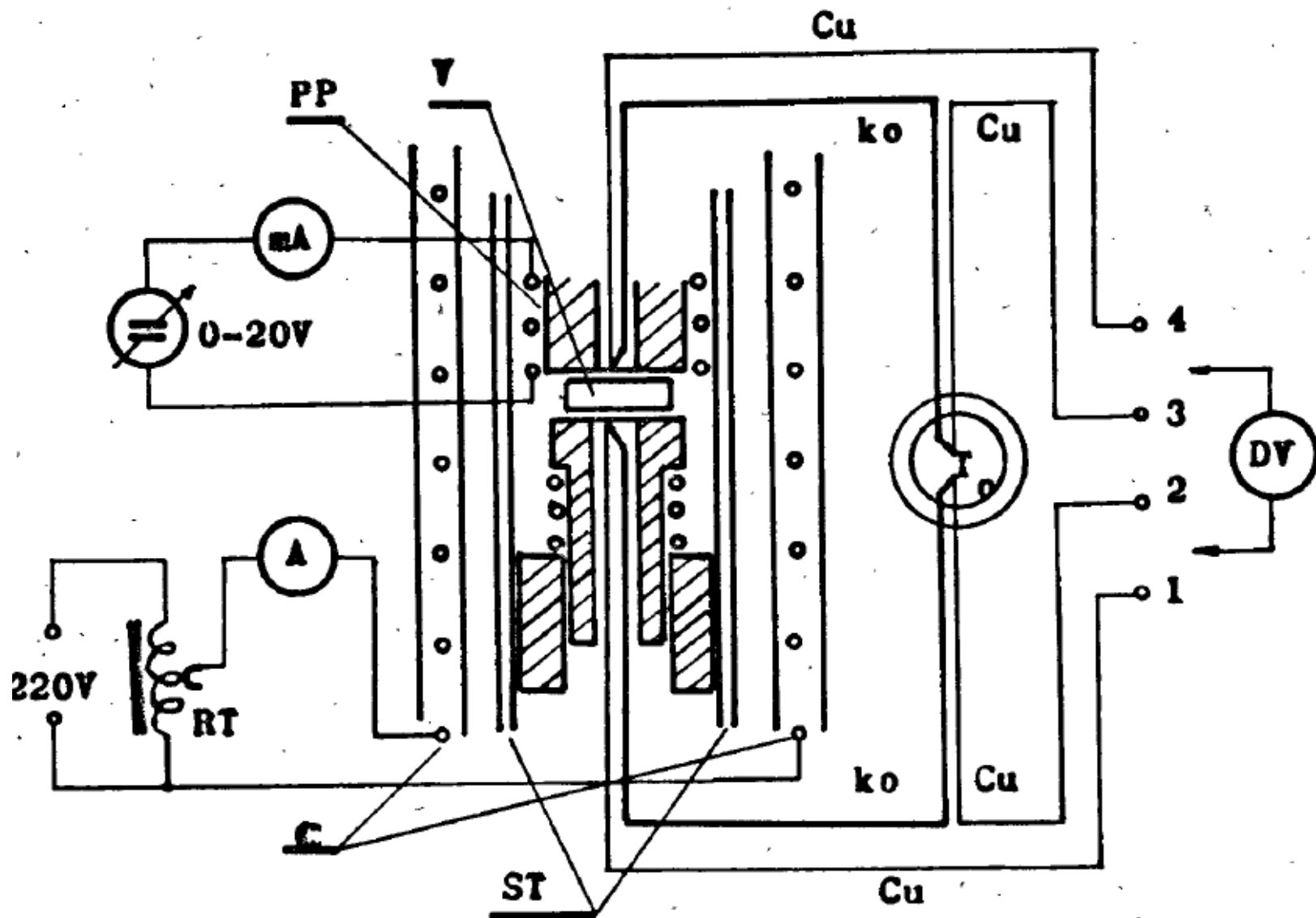
$$\alpha(T) = \frac{U_{23}(T)}{T_1 - T_2} + \alpha_K(T)$$

$$\alpha(T) = \frac{U_{14}(T)}{U_{23} - U_{14}} (\alpha_C(T) - \alpha_K(T)) + \alpha_K(T)$$

- potřebujeme znát termoelektrické napětí přívodních kabelů  $\alpha_C$ ,  $\alpha_K$ .
- měření je tedy relativní vůči těmto přívodům

- měření v rozsahu teplot 80-600 K
- chlazení kapalným dusíkem, vyhřívání externí píckou





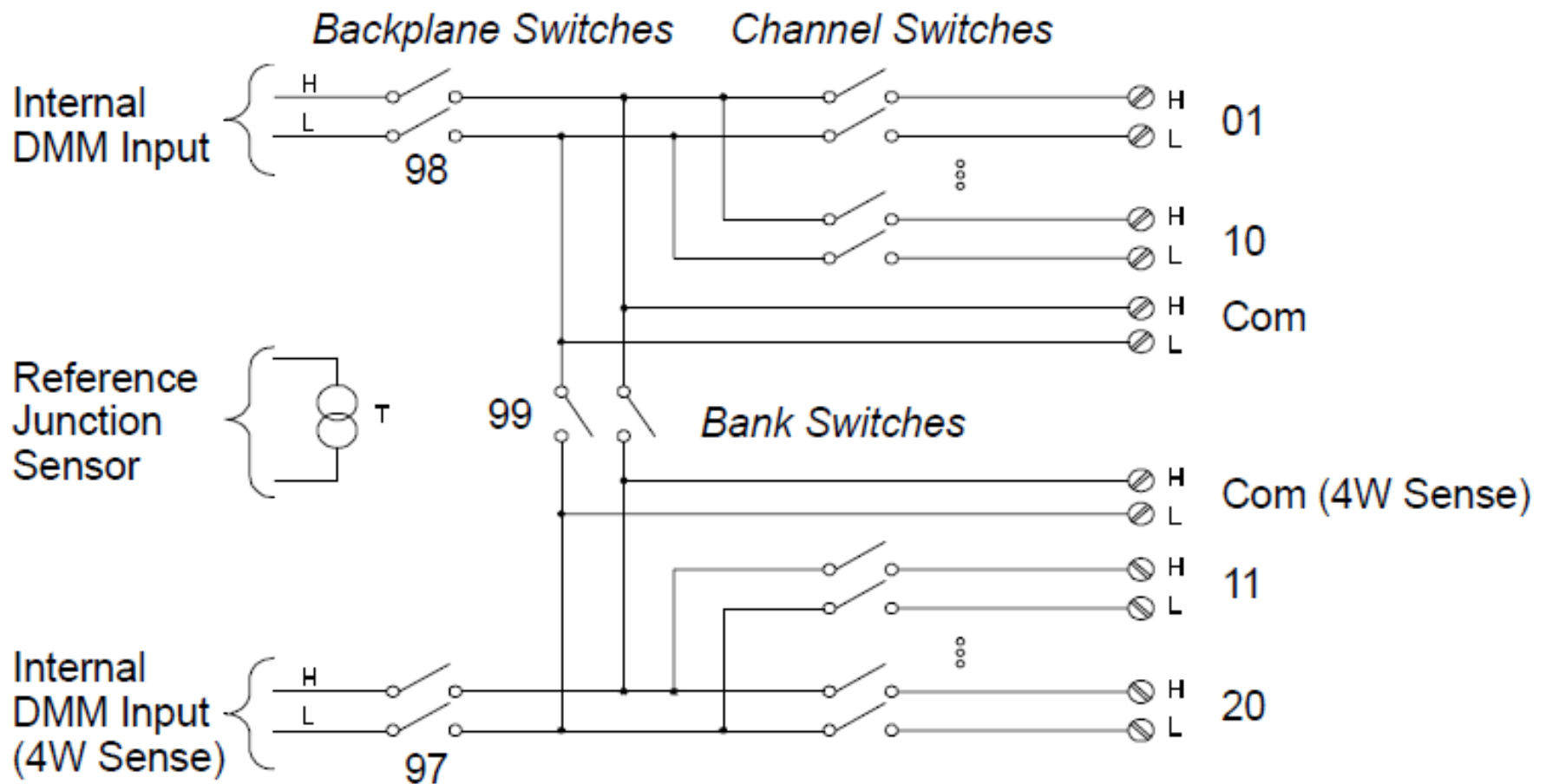
Obr.4.2. Aparatura pro měření teplotní závislosti Seebackovy konstanty polovodiče v rozmezí teplot od 300 do 550 K.

- měření napětí a teplot pomocí multimetru 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  |
|---------------------------|---------|----------|---------|
| <b>Number of channels</b> | 20 + 2  | 16       | 40      |
| <b>Max scan speed</b>     | 60 ch/s | 250 ch/s | 60 ch/s |
| <b>Number of contacts</b> | 2 or 4  | 2 or 4   | 1       |
| <b>Temperature</b>        |         |          |         |
| Thermocouple              | ●       | ●        | ●       |
| 2-wire RTD                | ●       | ●        | ●       |
| 4-wire RTD                | ●       | ●        |         |
| Thermistor                | ●       | ●        | ●       |
| dc Volts                  | ●       | ●        | ●       |
| ac Volts                  | ●       | ●        | ●       |
| 2-wire Ohms               | ●       | ●        | ●       |
| 4-wire Ohms               | ●       | ●        |         |
| Frequency                 | ●       | ●        | ●       |
| Period                    | ●       | ●        | ●       |
| dc current                | ●       |          |         |
| ac current                | ●       |          |         |



# programové vybavení

- skript Seebeck\_measure\_34970A.py v jazyku Python (J. Chaloupka)
- komunikace přes port RS 232

## úvodní definice:

```
import time  
import serial
```

```
# send SCPI command (Standard Commands for Programmable Instruments  
def scpi(msg):  
    global ser  
    ser.write(msg+"\r\n")  
    return
```

```
# configure Agilent for the measurement
```

```
scpi("SYST:REM")
```

```
scpi("*RST")
```

```
time.sleep(1)
```

```
# channels 102,103 - junction Cu-Ko
```

```
scpi("CONF:TEMP TC,T,(@102,103)")
```

```
scpi("UNIT:TEMP K,(@102,103)")
```

```
# channel 101 - 4w RTD on Pt, paired to 111
```

```
scpi("CONF:TEMP FRRTD,85,(@101)")
```

```
scpi("UNIT:TEMP C,(@101)")
```

```
# use 101 as reference for 102,103
```

```
scpi("SENS:TEMP:TRAN:TC:RJUN:TYPE EXT,(@102,103)")
```

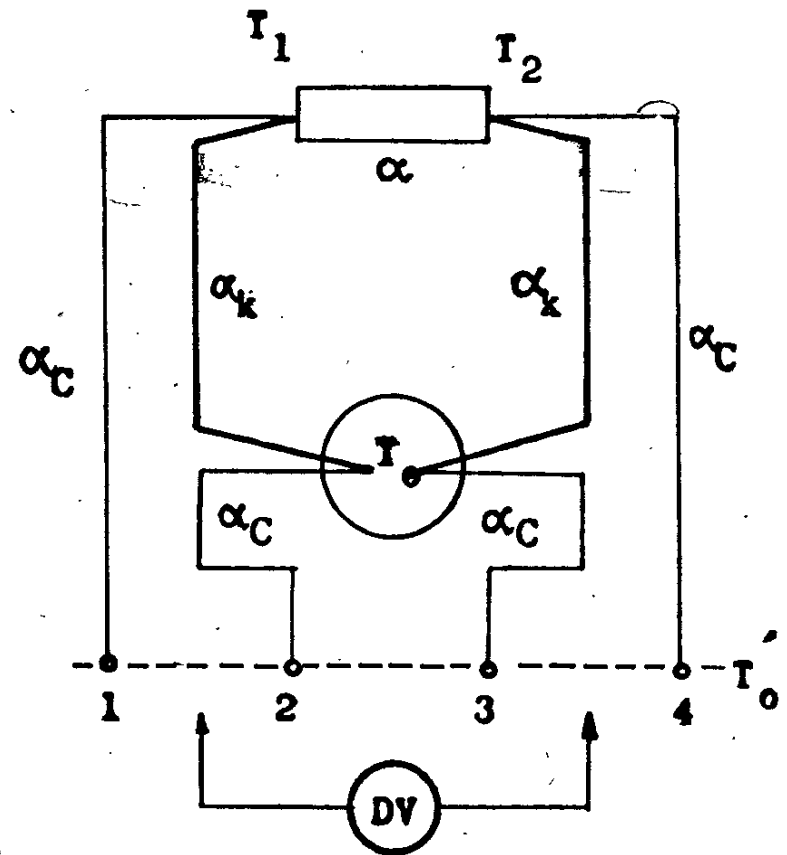
```
# channels 104,105 - DC voltage
```

```
scpi("CONF:VOLT:DC (@104,105)")
```

```
# channel 112 - resistance (compensated)
```

```
scpi("CONF:RES (@112)")
```

```
scpi("SENS:RES:OCOM ON,(@112)")
```



```
# what to scan
scpi("ROUTE:SCAN (@101,102,103,104,105,112)")

# initialize scan
scpi("INIT")

print "Initialization of channels O.K."

time.sleep(2) # it has to wait here for >= 2 seconds, otherwise gives error 222

# read data
print "Reading data"
scpi("DATA:REMOVE? 6") #reads the 6 readings and erase them from memory
meastr=ser.readline()

print "Scan performed"

# end remote control
scpi("ROUT:MON:STAT ON")
scpi("SYST:LOC")

return meastr
```

ze Seebeckova koeficientu lze určit vzdálenost Fermiho meze od valenčního (vodivostního) pásu. Pro p-dopovaný polovodič

$$\alpha_p = \frac{k}{m} \left[ \left( \frac{5}{2} + s \right) - \frac{E'_F}{kT} \right]$$

pro smíšený polovodič který obsahuje elektrony i díry je

$$\alpha = \frac{\alpha_p \cdot \sigma_p - |\alpha_n| \cdot \sigma_n}{\sigma_n + \sigma_p}$$

kde  $\sigma_n = q \cdot n \cdot \mu_n$  a  $\sigma_p = q \cdot p \cdot \mu_p$

jsou měrné vodivosti elektronů a děr

jelikož typicky  $\sigma_n > \sigma_p$  nastává při zvyšování teploty a přechodu polovodiče typu p z oblasti příměsově do oblasti vlastní vodivosti při určité teplotě změna znaménka termosíly.

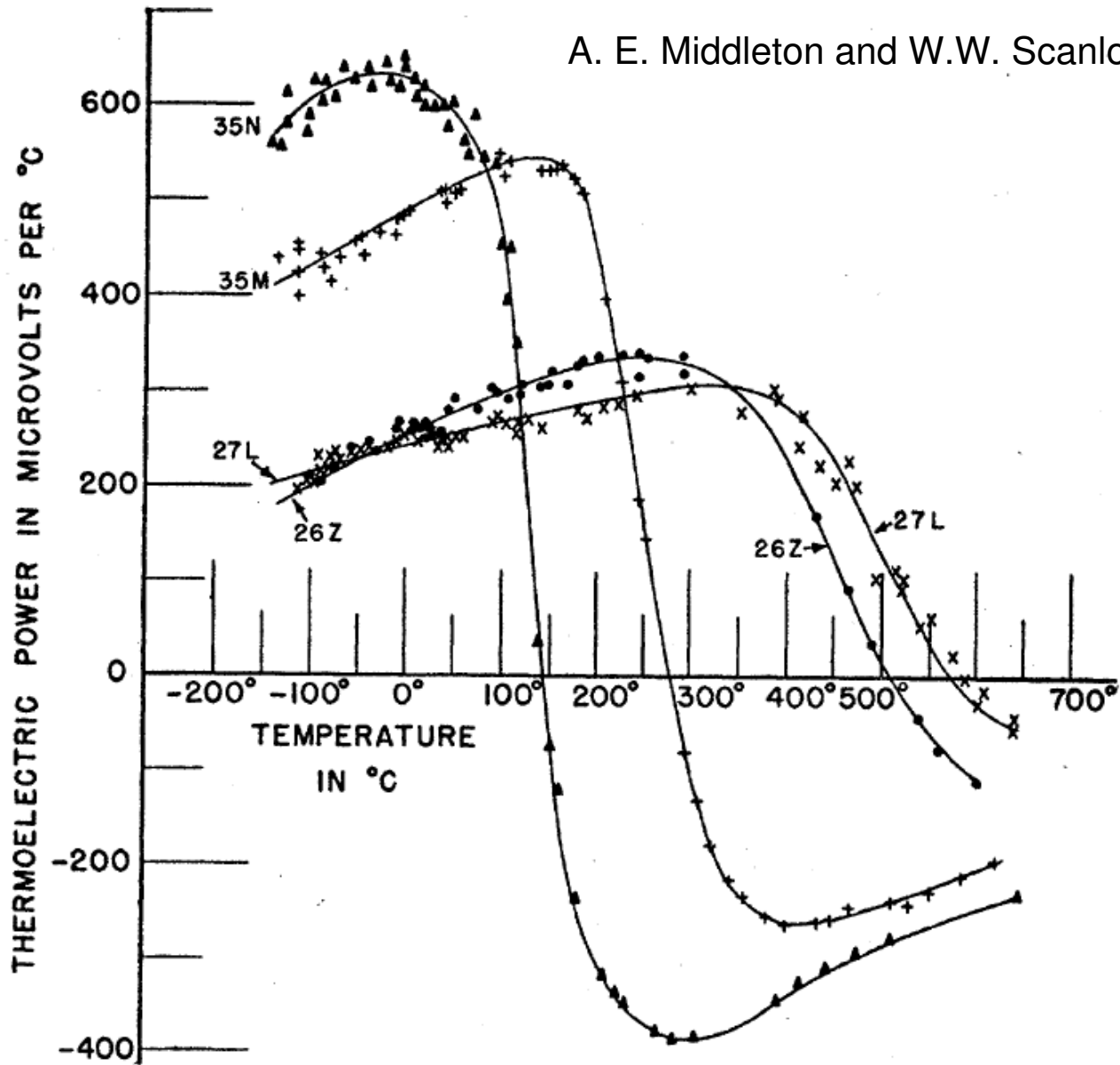


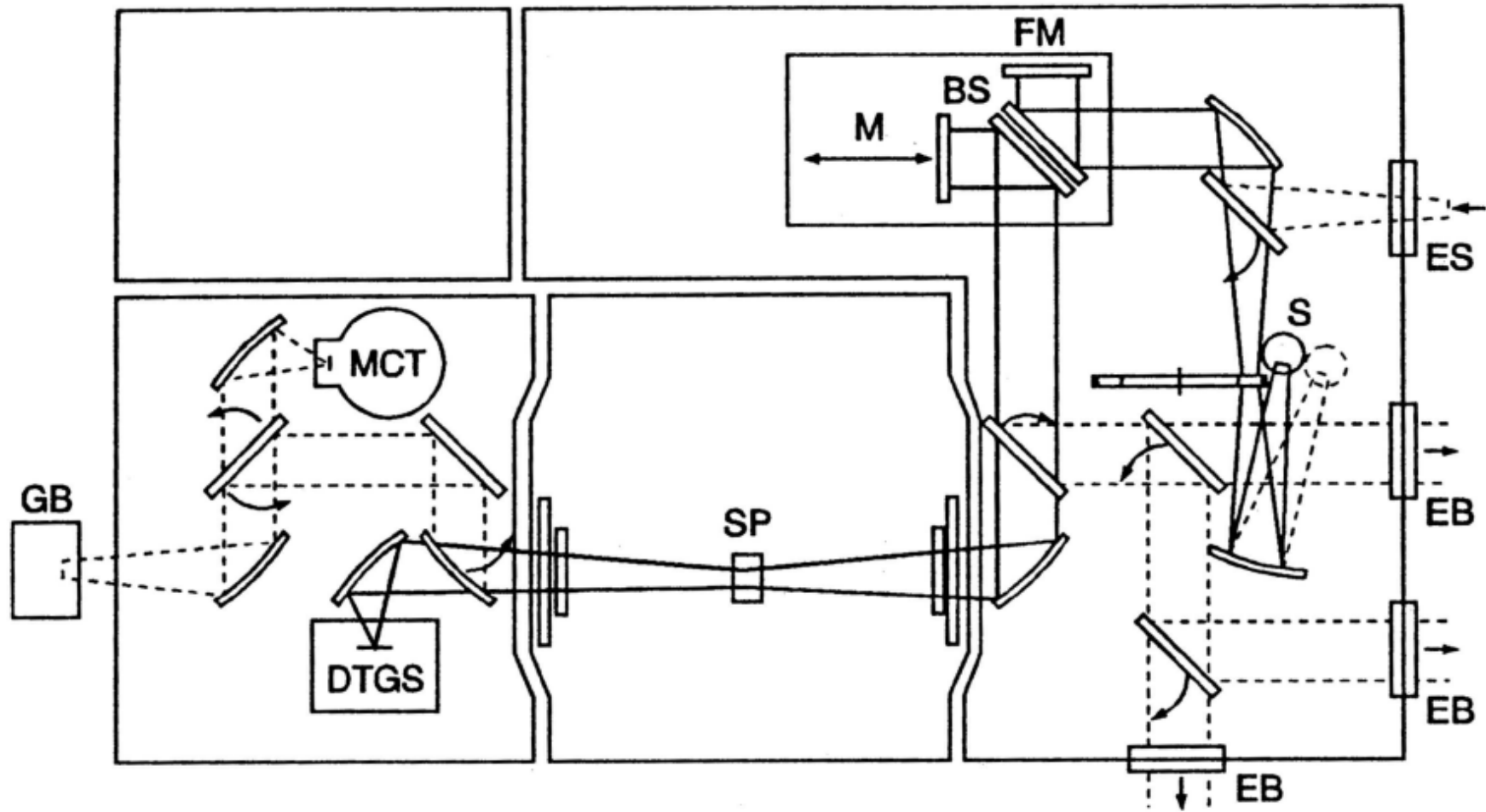
FIG. 5. Thermoelectric power curves for four polycrystalline, aluminum-doped germanium samples. The number of holes per  $\text{cm}^3$ , at exhaustion, is  $5.6 \times 10^{15}$  for sample 35N,  $1.5 \times 10^{17}$  for 35M,  $4.1 \times 10^{18}$  for 26Z, and  $7.0 \times 10^{18}$  for 27L.

# rámcový časový průběh měření

- první půl den:
  - propojení aparatury
  - očištění vzorku (lih, aceton)
  - vložení vzorku do kryostatu a provedení testování a měření na pokojové teplotě
- druhý půl den:
  - vyčerpání
  - chlazení kryostatu kapalným dusíkem (~30-60 minut)
  - sejmutí nádoby s kapalným dusíkem
  - měření samovolným ohříváním
  - instalace pícky (okolo 200 K) a pokračování do ~ 550 K
  - doba celkem ~ 4-5 hodin



## 4. 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  $I'(x)$

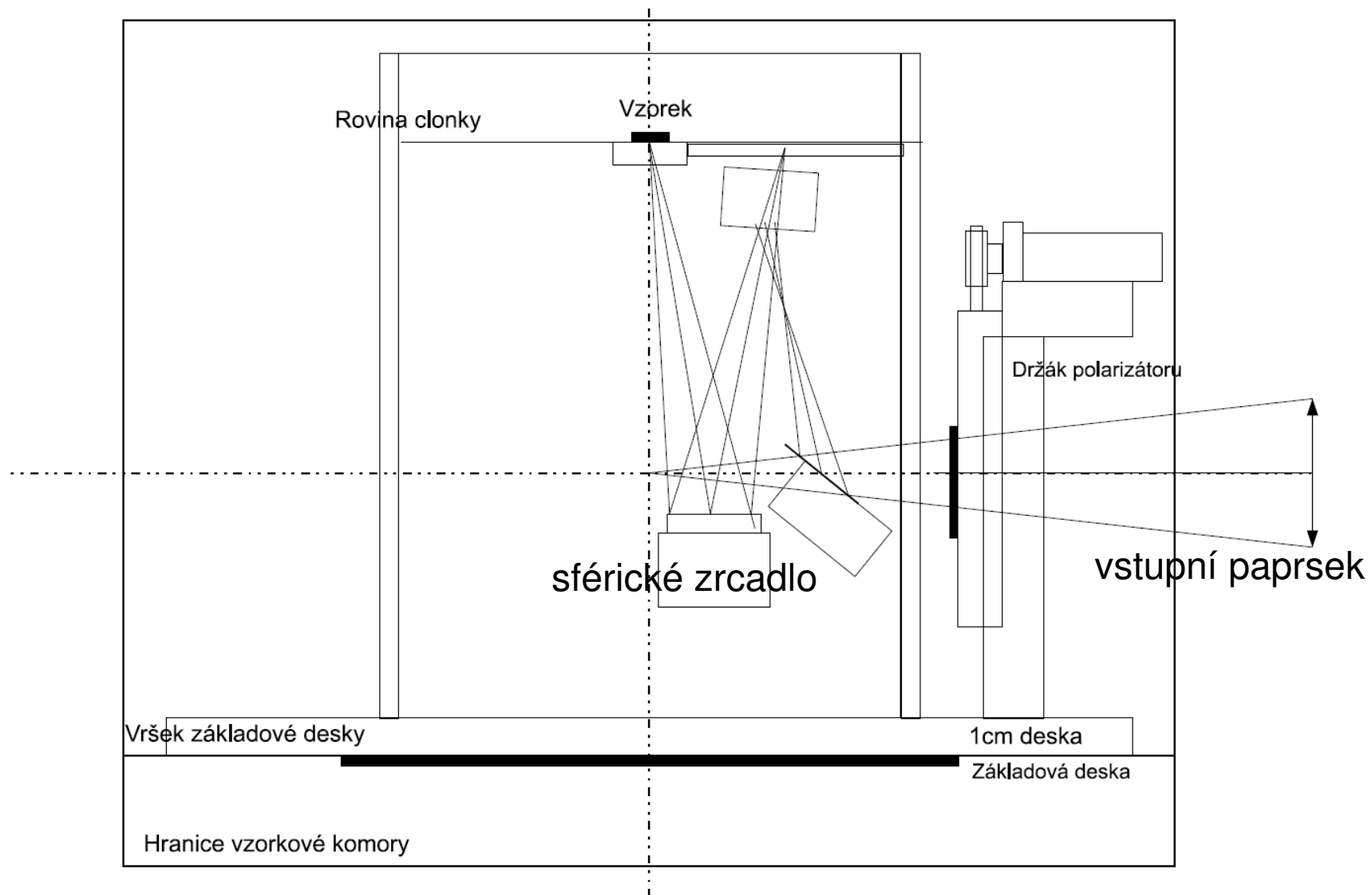
$$I(\nu) = 2 \int I'(x) \cos(4\pi\nu x) dx$$



- 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

- Přístavek pro měření odrazivosti s úhlem dopadu  $10^\circ$ . Vzorek ložen optickou stranou dolů.



# Odrazivost polonekonečného vzorku

- polonekonečným vzorkem myslíme vzorek tlustší než hloubka průniku, nebo vzorek se zdrsňenou zadní stranou, která rozptyluje záření tak účinně, že se nedostane do detektoru.
- často se měří při téměř kolmém dopadu (uhel dopadu  $< 10\text{st.}$ ), kde  $\cos(\text{uhel dopadu}) \sim 1$  a pak

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

- index lomu  $N = n + ik$ ,  $N = \sqrt{\epsilon}$
- 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  $r = \sqrt{R} e^{i\phi}$

# 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: 
$$x_0(\omega) = \frac{qE_0/m}{\omega_0^2 - \omega^2 - i\omega\gamma}$$

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

polarizace je hustota dipólového momentu

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

z definice dielektrické funkce:

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

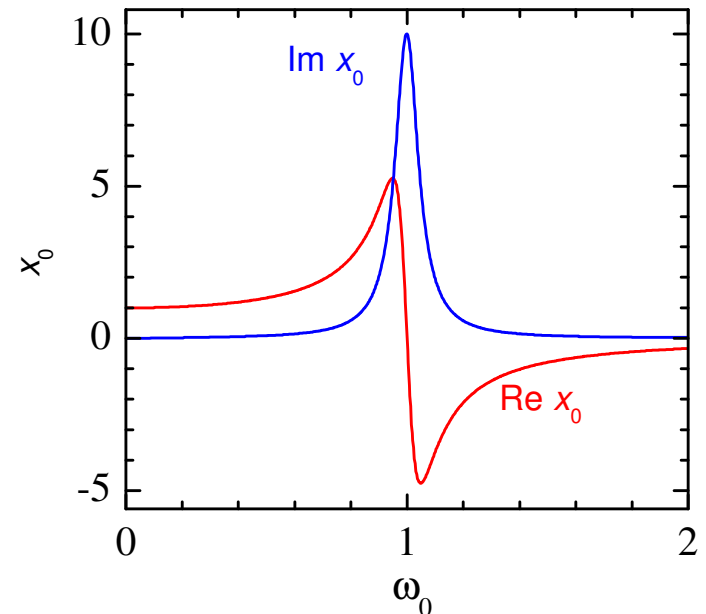
plasmová frekvence:

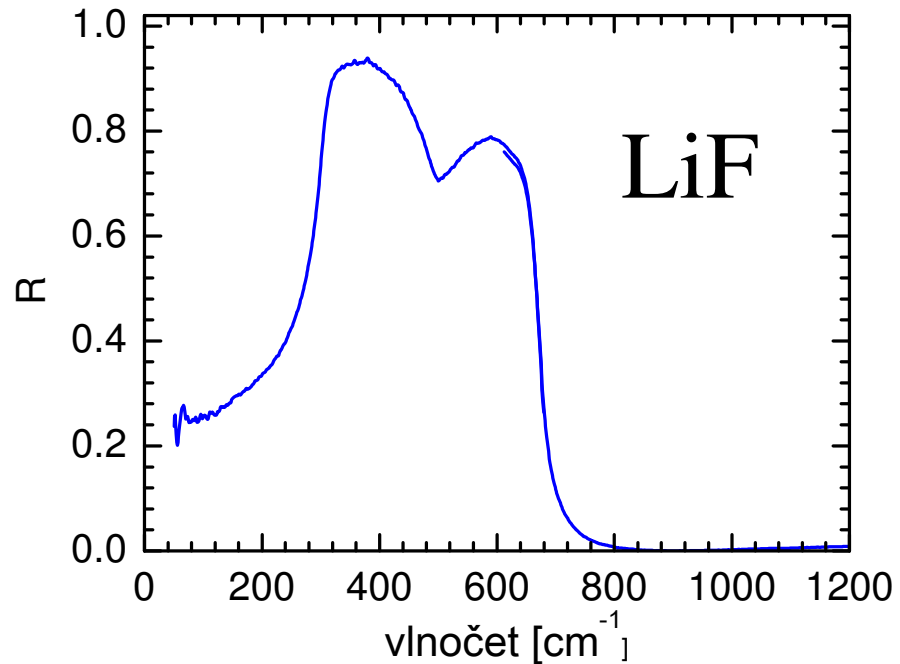
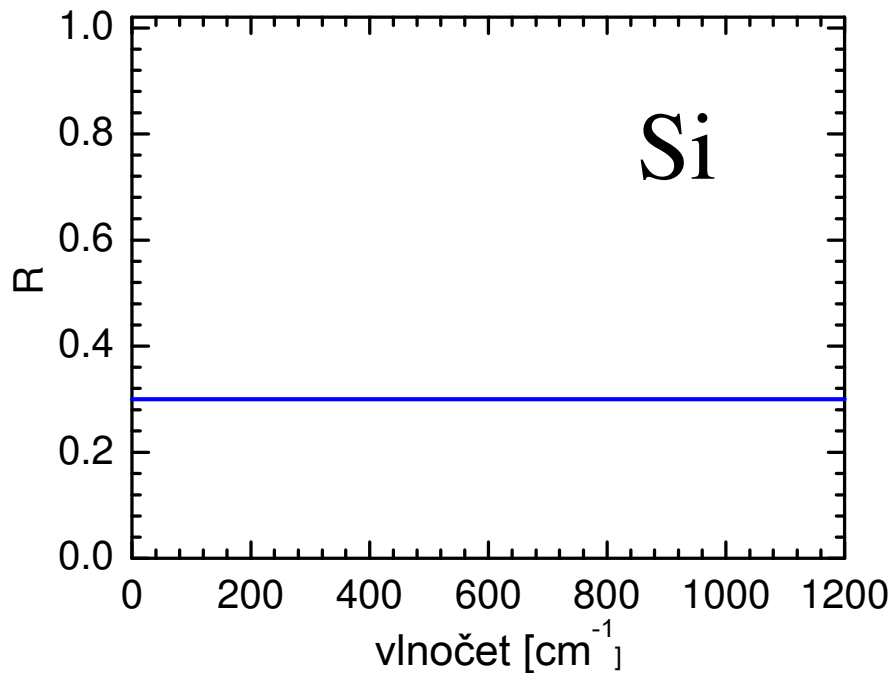
$$\omega_{pl,j} = \sqrt{\frac{q_j^2 n_j}{\epsilon_0 m_j}}$$

příspěvek vysokofrekvenčních přechodů lze nejhruběji aproximovat konstantou:

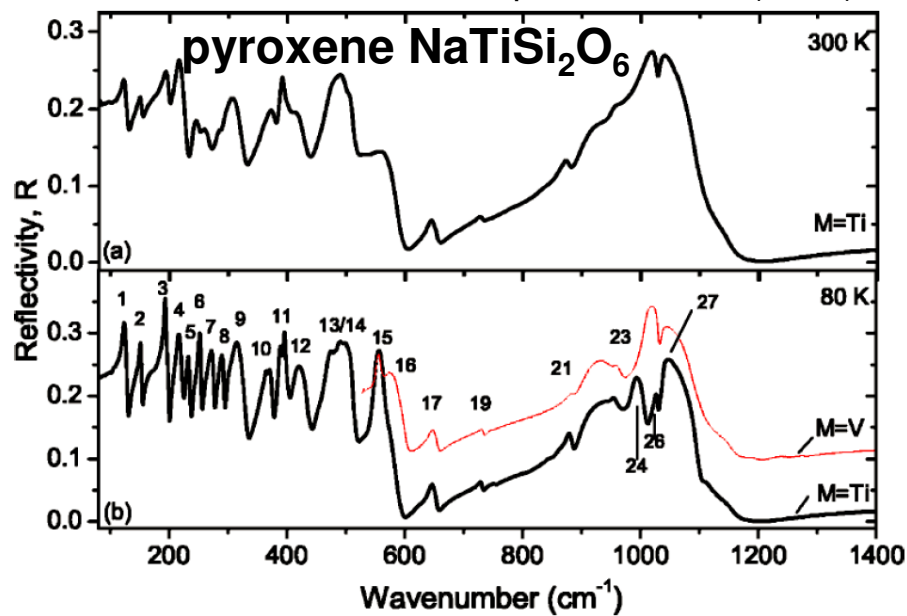
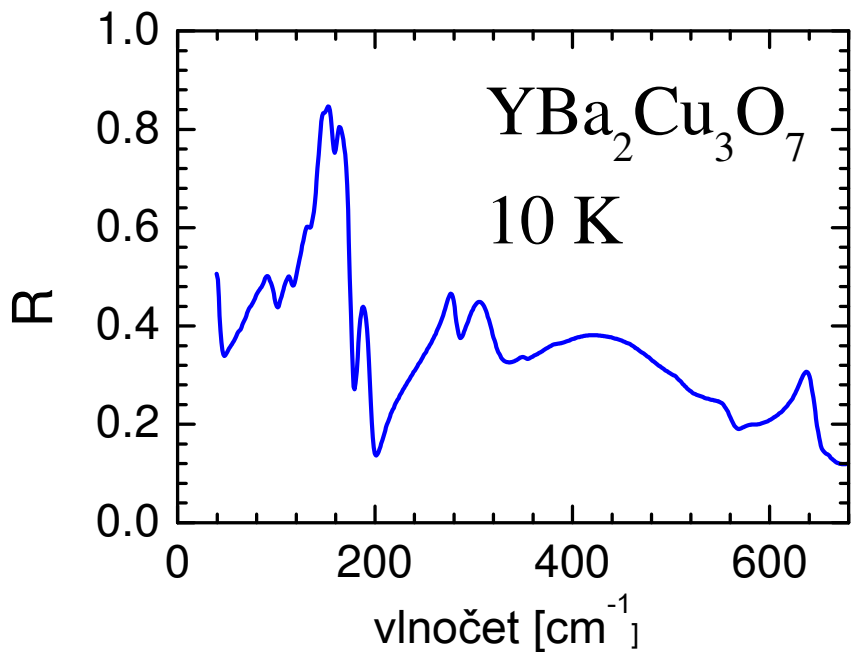
$$\epsilon(\omega) = \epsilon_\infty + \sum_j \frac{\omega_{pl,j}^2}{\omega_{0,j}^2 - \omega^2 - i\omega\gamma_j}$$

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





Z. V. Popovic PRB 71 (2005)



# 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

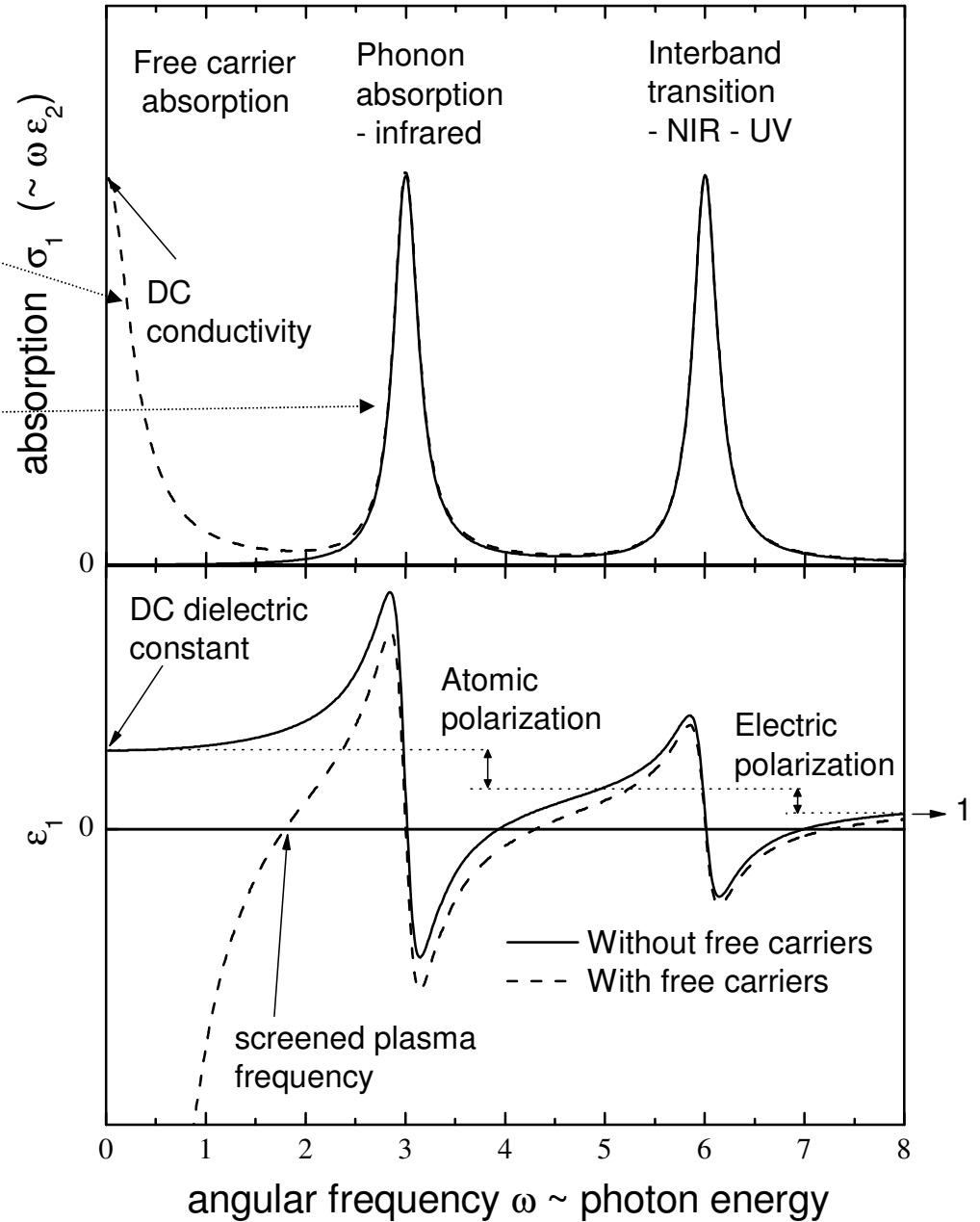
$$\sigma(\omega) = -i\omega\epsilon_0(\epsilon(\omega) - 1)$$

- 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.

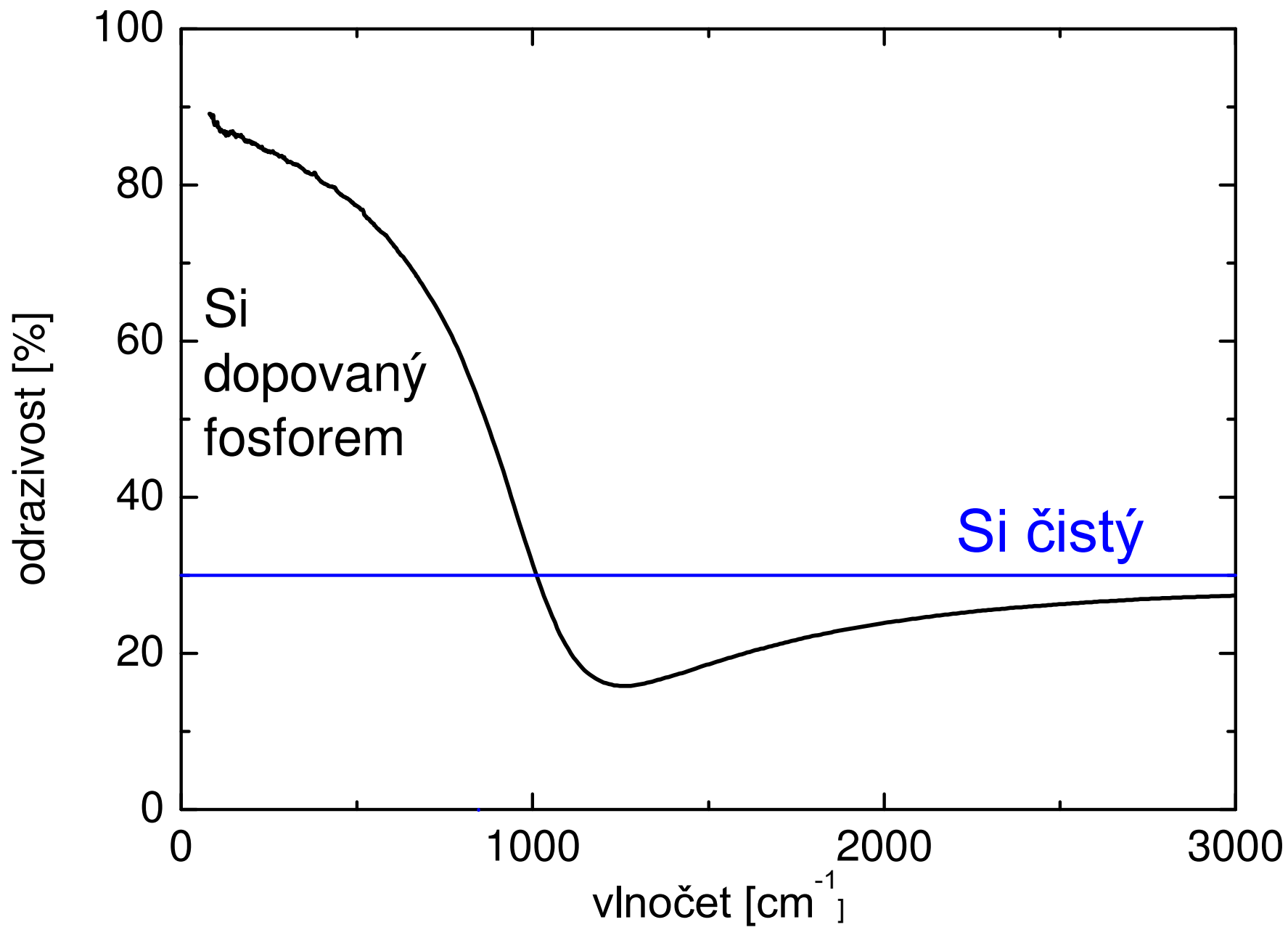
# Models of the dielectric function

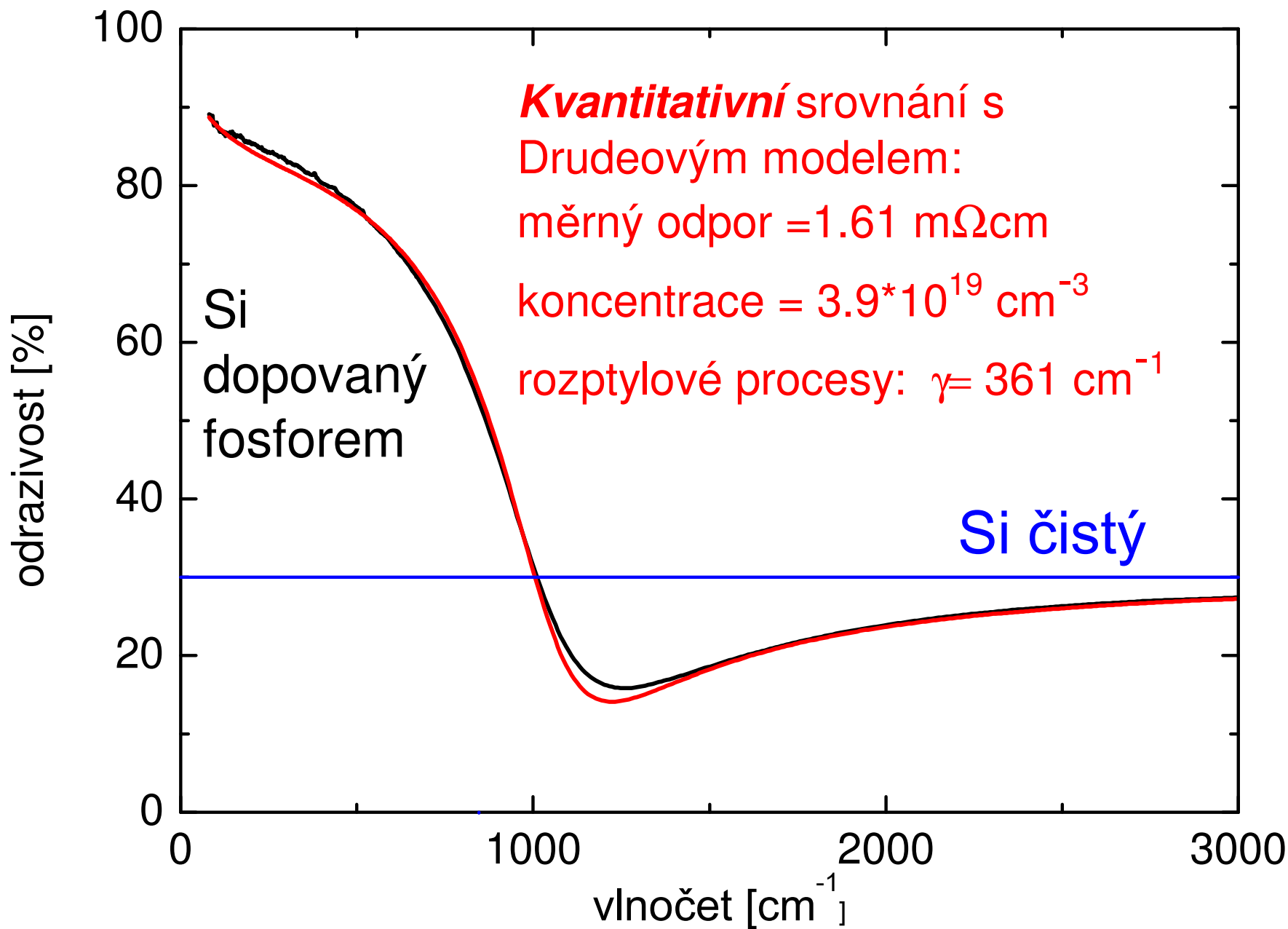
$$\epsilon(\omega) = \epsilon_\infty - \frac{\omega_{pl}^2}{\omega(\omega + i\gamma)} + \sum_j \frac{\omega_{pl,j}^2}{\omega_j^2 - \omega^2 - i\omega\gamma_j}$$

$$\omega_{pl,j}^2 = \frac{q_j^2 n_j}{\epsilon_0 m_j^{eff}}$$

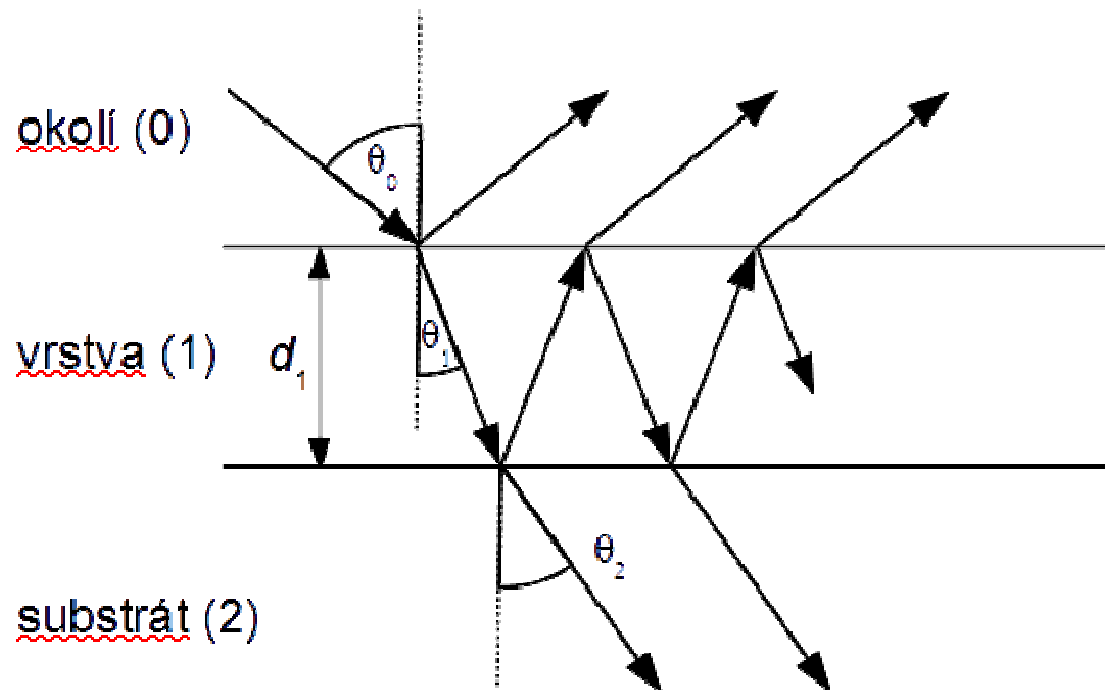








# interference na tenké vrstvě



- 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

# 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:

$$\sum_{\lambda, \theta} \left[ \frac{(\Psi_{\text{exp}}(\lambda) - \Psi_{\text{teor}}(\lambda))^2}{\delta\Psi_{\text{exp}}(\lambda)^2} + \frac{(\Delta_{\text{exp}}(\lambda) - \Delta_{\text{teor}}(\lambda))^2}{\delta\Delta_{\text{exp}}(\lambda)^2} (\dots + t_{\text{corr}}T(\lambda) + r_{\text{corr}}R(\lambda)) \right]$$

← vážení pomocí chyb, které elipsometrické měření přímo naměří!

# 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**: (doporučené pro vaše účely)
    - 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**:
    - skriptovací jazyk, nezávislý na platformách (linux, Windows)
    - implementovány různé minimalizační procedury včetně ML, viz scipy, numpy
    - 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
- řada dalších programových balíčků
  - **Octave** (zdarma) a **Matlab**, překvapivě nedávají chyby natož korelační matici
  - **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/refit.html>  
- bohužel black-box program

# 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**



# Ukázka kódu v gnuplotu pro fitování odrazivosti n-Si

```
#funkce musi byt v takovem poradi, 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 znakov # 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
```

# vzorky k měření

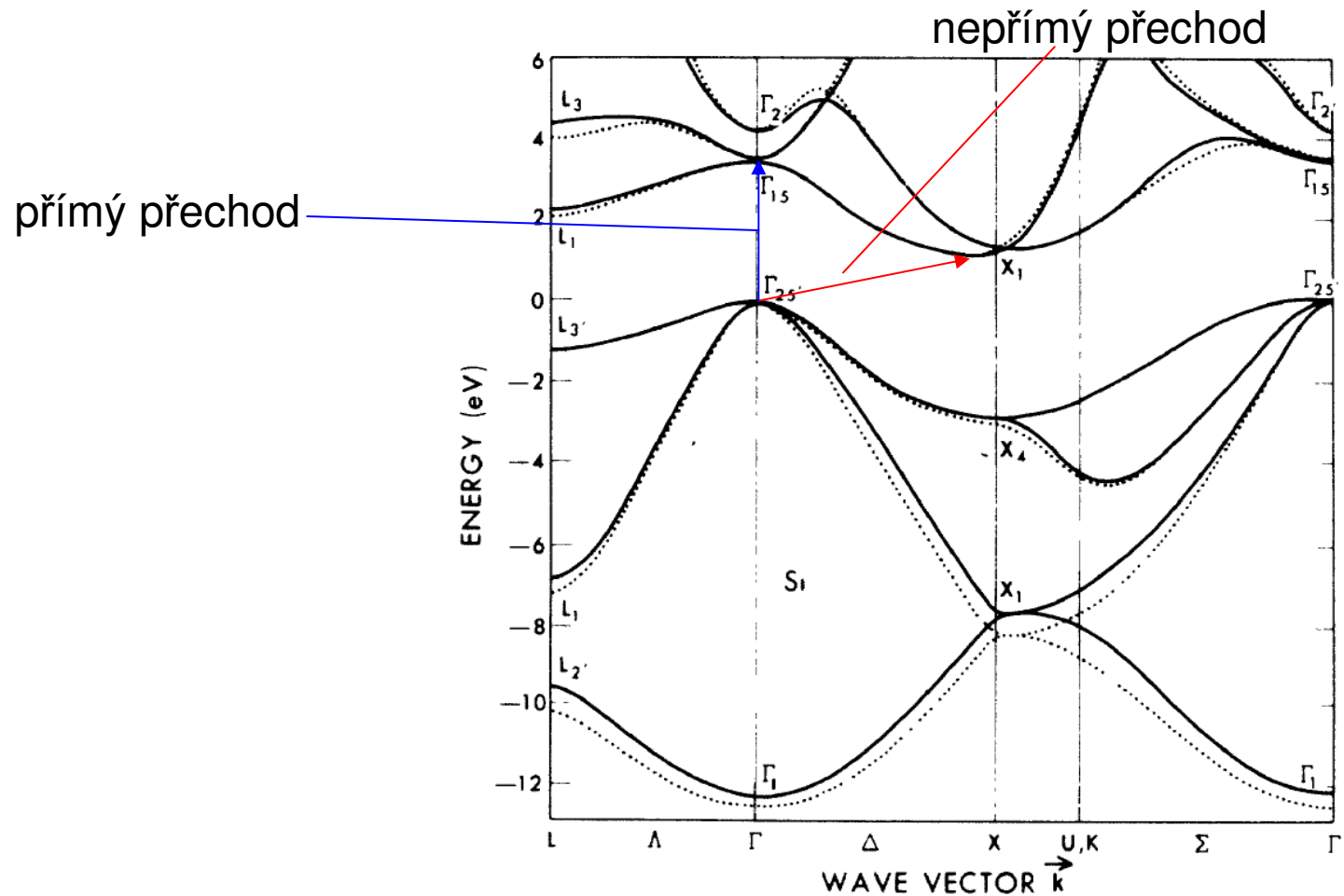
- jedno a dvoufononová absorpce v LiF
- odezva volných nositelů v dopovaném křemíku
- interference na vrstvě
- vysokoteplotní supravodič  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_7$



## 5B) Absorpční hrana v polovodiči, mezipásové přechody a interference na tenké vrstvě, *F. Münz*

- analýza absorpce v okolí nepřímého přechodu v polovodiči, určení příspěvků přechodů s absorpcí a emisí fononu
- určení spin orbitálního odštěpení v Ge
- určení tloušťky a indexu lomu tenké vrstvy SiO<sub>2</sub> na Si

# 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).

# závislost absorpce na energii u absorpční hrany

přímý přechod:

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

nepřímý přechod s emisí fononu:

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

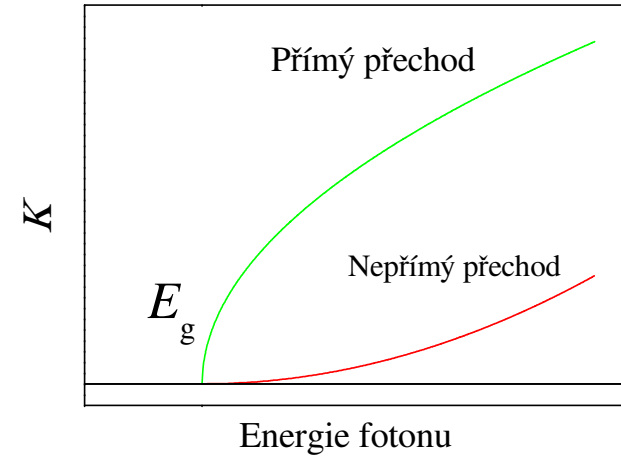
nepřímý přechod s absorpcí fononu:

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

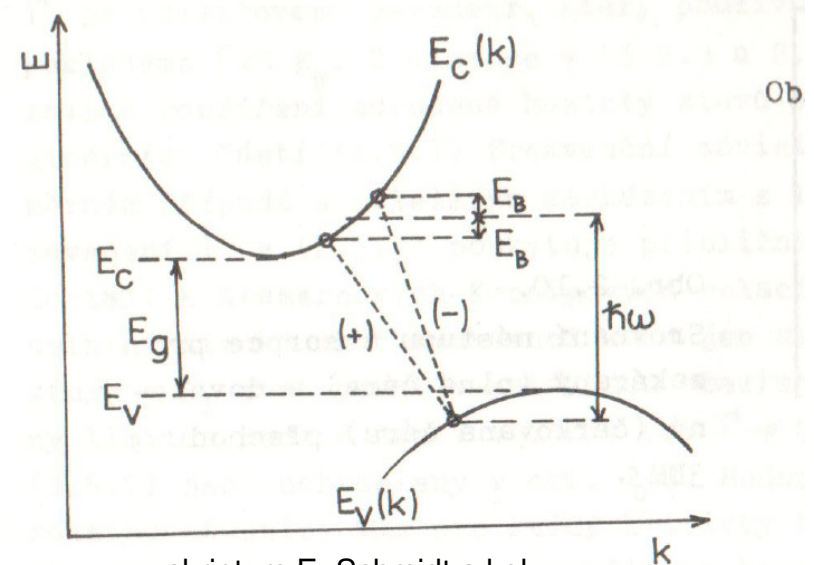
$$n_B = (\epsilon^{E_B/kT} - 1)^{-1}$$

je Bose-Einsteinova statistika

- $E_B$  je energie zúčastněného fononu
- přímé a dovolené přechody jsou řádově silnější než nepřímé a nedovolené

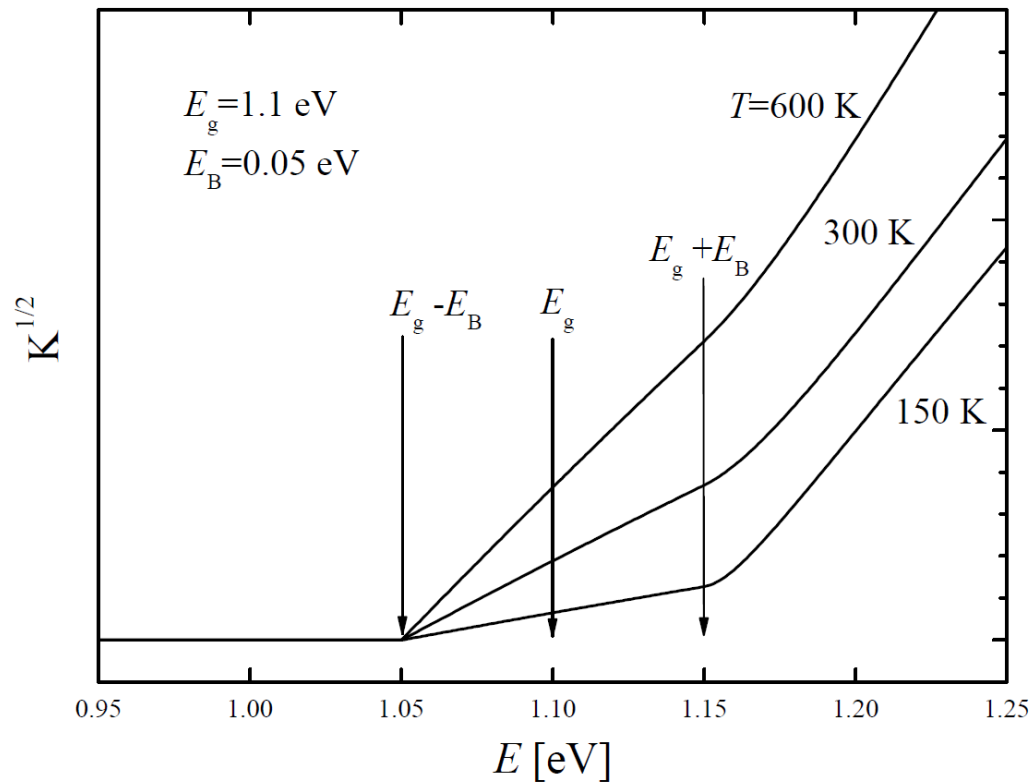


nepřímé přechody:



skriptum E. Schmidt a kol.,  
Optické vlastnosti pevných látek

# struktura absorpční hrany nepřímého přechodu



- intenzity větví úměrné  
(-)  $n_B \dots$  ... stimulovaná absorpce  
(+)  $1+n_B \dots$  ... stimulovaná emise

kde  $n_B$  je počet fononů dán Bose-Einsteinovým rozdělením

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

# Propagace elektromagnetické vlny

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

$$\lambda = vT = \frac{cT}{N(\omega)} = \frac{\lambda_0}{N(\omega)} \quad \lambda_0 \dots \text{vln. délka ve vakuu}$$

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

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

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

- Exponenciální pokles intenzity s koeficientem absorpce

$$K = \frac{4\pi}{\lambda_0} \kappa \quad \left( = \frac{\omega \epsilon_2(\omega)}{cn(\omega)} \right)$$

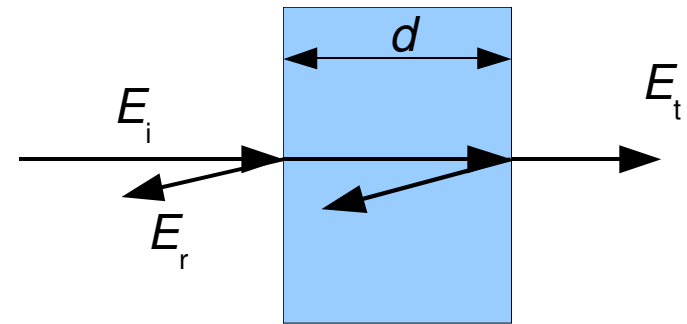
- nejedná se přesně řečeno o absorpci, a obsahuje i  $n(\omega)$ . Jedná se o exp. pokles. Např. při totální odraze intenzita exp. klesá, ale žádná energie se neabsorbuje.



# „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

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

# Odrazivost na polonekonečném vzorku

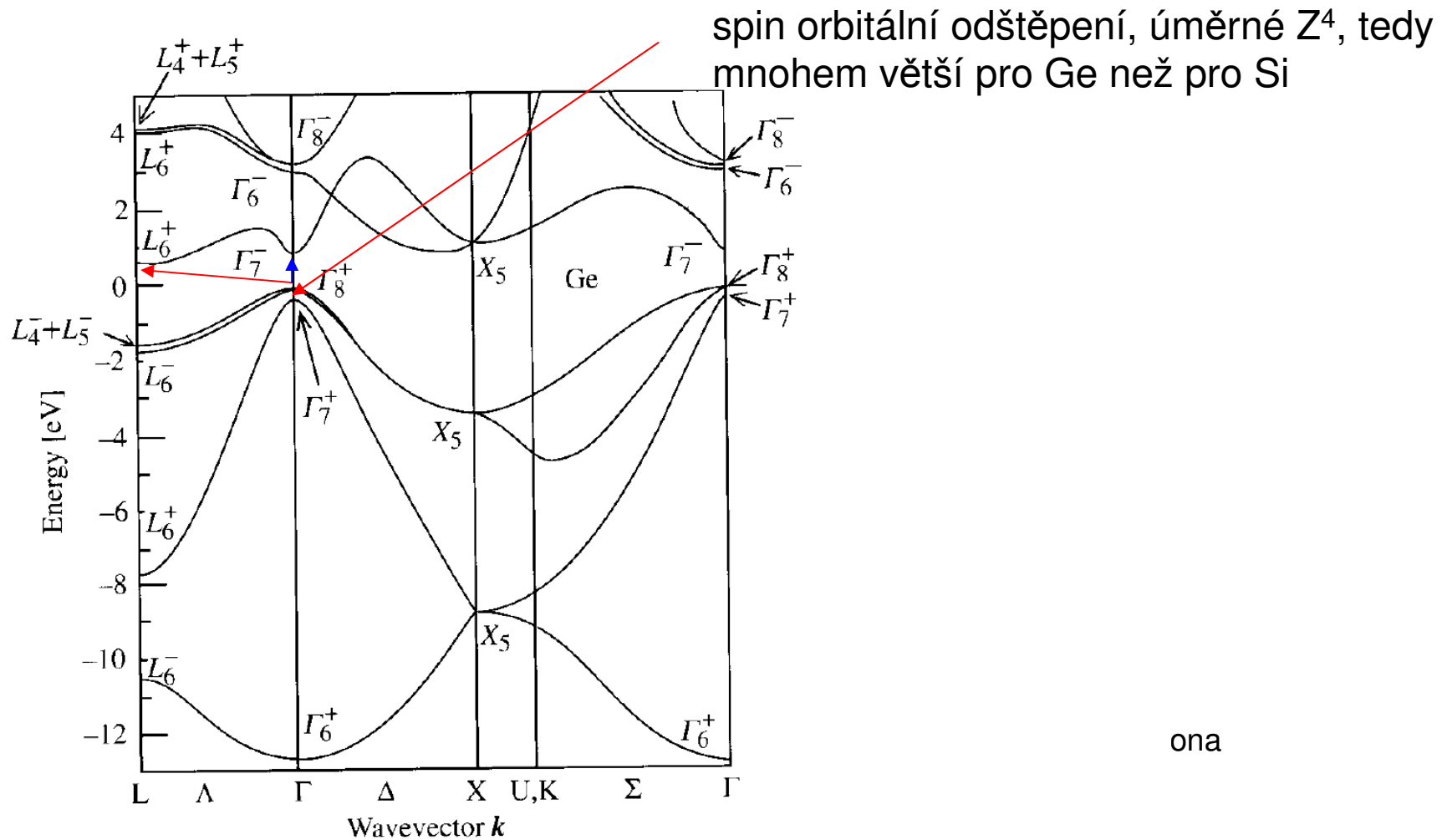
- polonekonečným vzorkem myslíme vzorek tlustší než hloubka průniku, nebo vzorek se zdrsňenou zadní stranou, která rozptyluje záření tak účinně, že se nedostane do detektoru.
- často se měří při téměř kolmém dopadu (uhel dopadu  $< 10\text{st.}$ ), kde  $\cos(\text{uhel dopadu}) \sim 1$  a pak

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

- 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  $r = \sqrt{R} e^{i\phi}$

# 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]

# Spin orbitální odštěpení

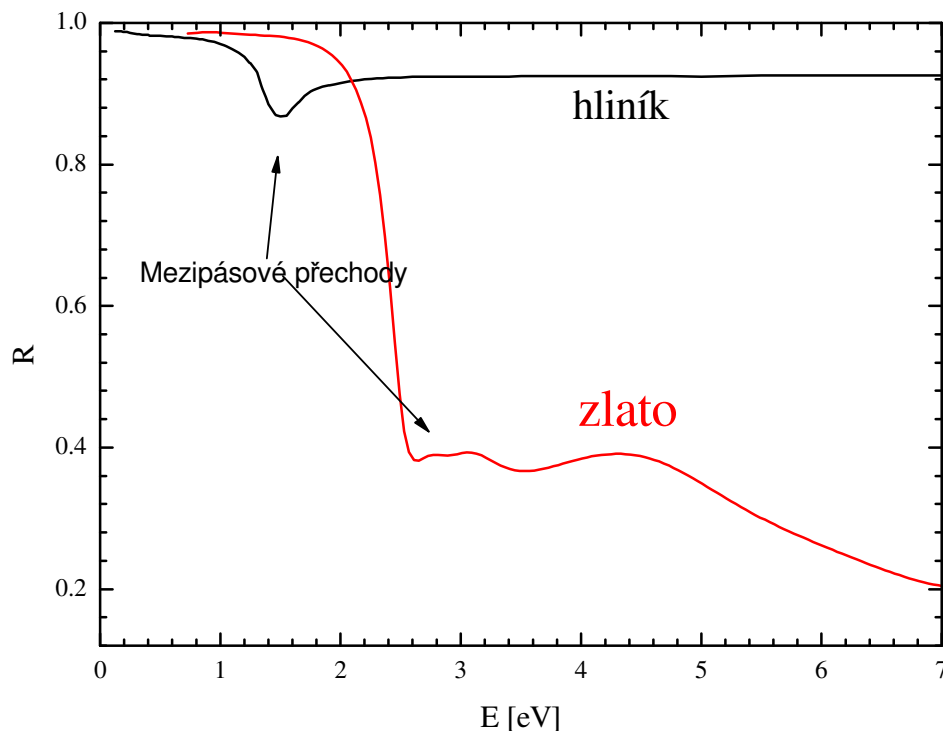
**Table 6.2.** The valence band spin–orbit splitting at zone center ( $\Delta_0$ ) and in the  $\langle 111 \rangle$  directions ( $\Delta_1$ ) and their ratio in several tetrahedrally coordinated semiconductors (list compiled from [6.18])

| Semiconductor | $\Delta_0$ [eV] | $\Delta_1$ [eV] | $\Delta_0/\Delta_1$ |
|---------------|-----------------|-----------------|---------------------|
| Si            | 0.044           | 0.03            | 1.47                |
| Ge            | 0.296           | 0.187           | 1.58                |
| GaAs          | 0.341           | 0.220           | 1.55                |
| InP           | 0.108           | 0.133           | 0.81                |
| InAs          | 0.38            | 0.267           | 1.42                |
| InSb          | 0.803           | 0.495           | 1.62                |

Ref: Liu, Cardona, Physics of semiconductors

# Normály pro odrazivost

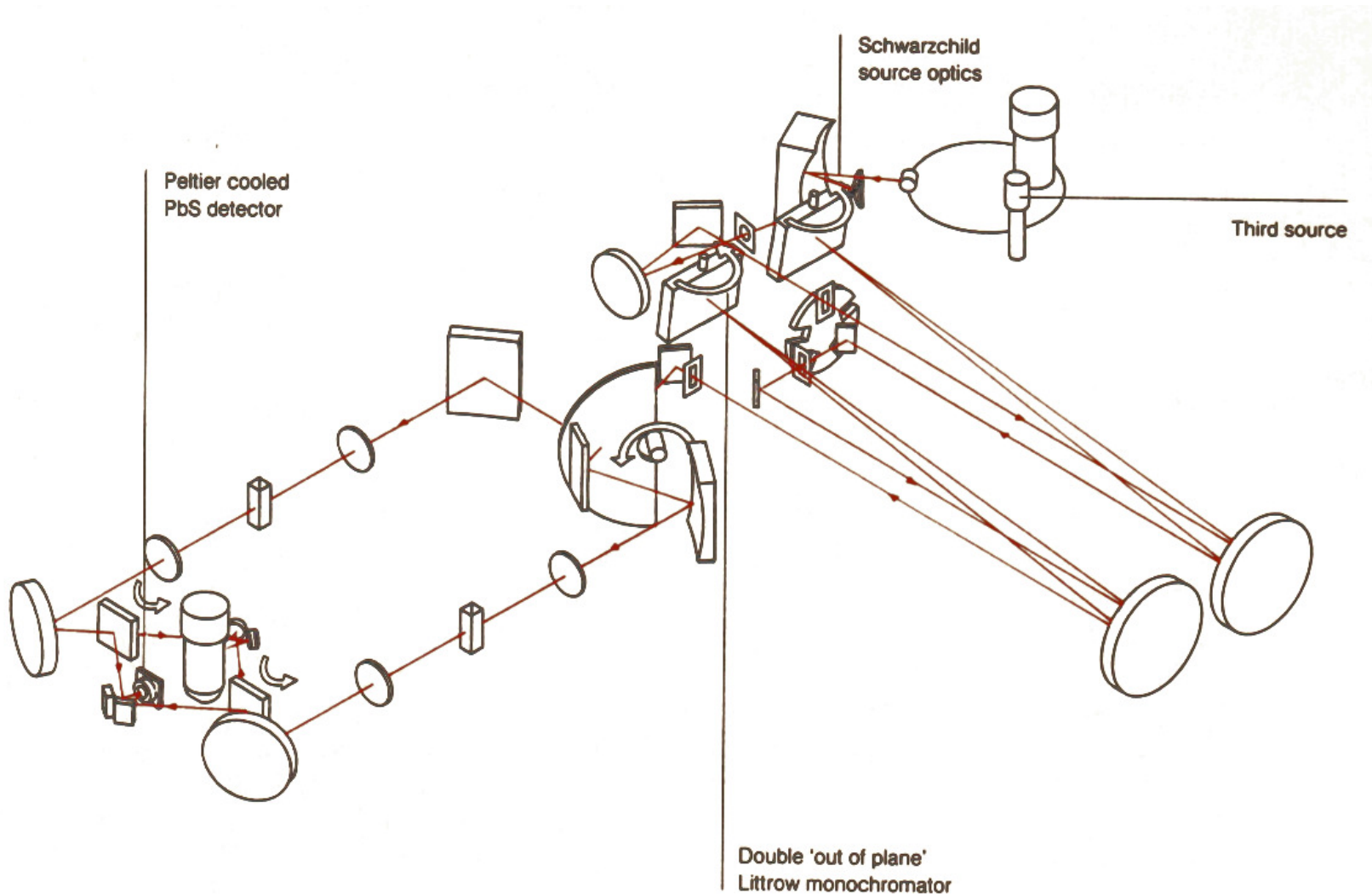
- množství dopadajícího světla je třeba experimentálně zjistit pomocí měření se vzorkem se známou reflektivitou.
- ve střední a vzdálené oblasti se používá vrstva zlata, odrazivost  $\sim 1$  (0.995)
- pro vyšší frekvence (až do 15 eV) se často používá hliník (avšak pozor na  $\text{Al}_2\text{O}_3$  na povrchu), nebo jiné normály (Si). Normály je potřeba kalibrovat buď elipsometricky (absolutní měření), pomocí přístavku V-W nebo pomocí měření s goniometrem.



- 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), deteriová výbojka (UV)
- disperzní dvoumřížkový monochromátor, vysoké rozlišení  $\sim 0.1$  nm



# používané veličiny a jednotky ve spektroskopii

Veličiny a jejich jednotky

vlnová délka  $\lambda$ , jednotka typicky nm pro VIS

energie  $E$ : jednotka typicky eV, meV

vlnočet  $\nu$ : počet elmag. vln na jeden centimetr  
jednotka:  $\text{cm}^{-1}$

frekvence  $f$ : Hz, MHz, THz

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

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

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

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

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



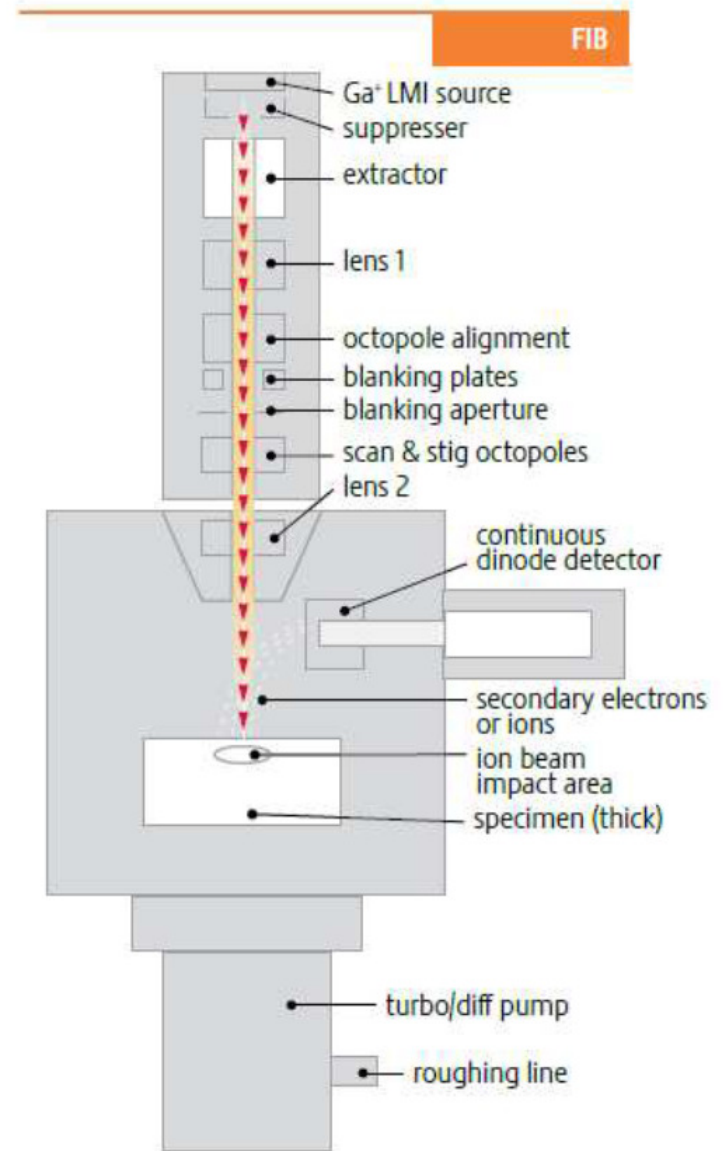
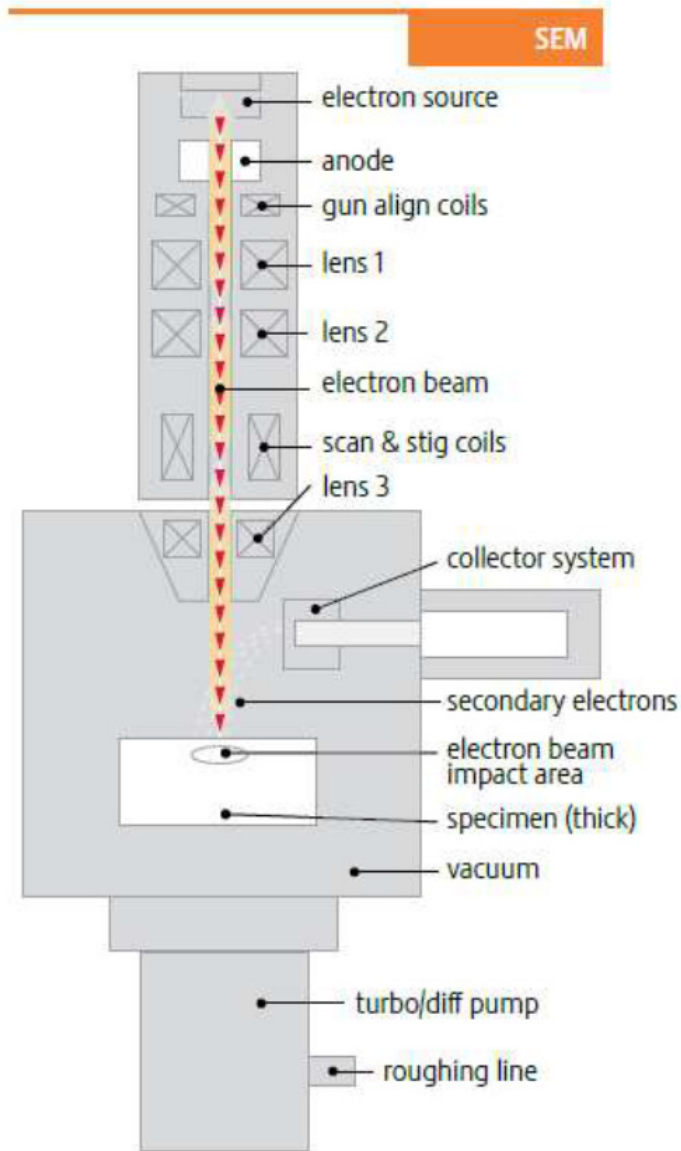


## 2B) Elektronová mikroskopie, *P. Mikulík*

skenovací elektronový mikroskop (SEM) firmy FEI

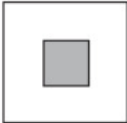
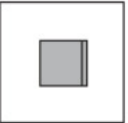
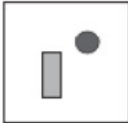






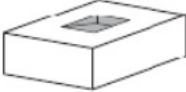


- napětí 200 V- 30 kV
- FIB (focused ion beam) - Ga





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

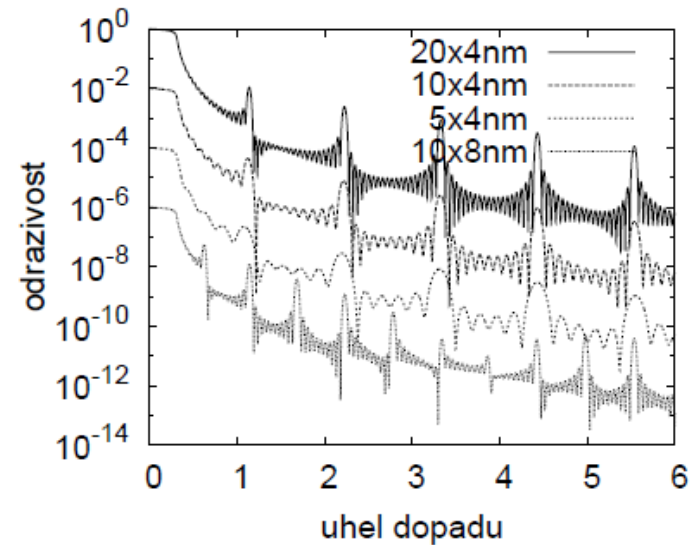
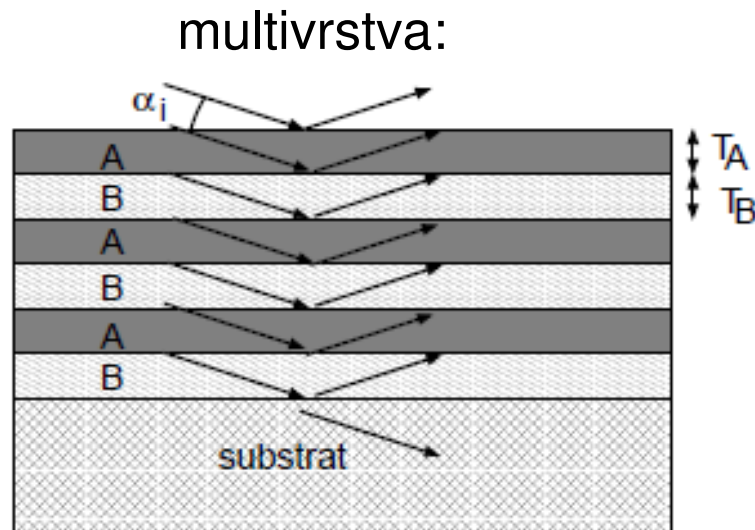
standardní tvary opracovatelné svazkem Ga s rozlišením ~ 9nm

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

Standard available patterning and deposition toolkit.



# 9. Rentgenové studium strukturních vlastností multivrstev, O. Caha



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*

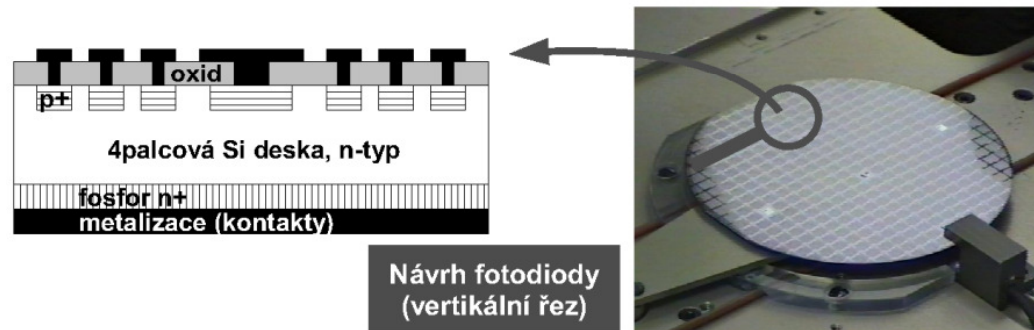
## Laboratoř polovodičů – čisté prostory pro křemíkovou technologii



Ústav fyziky kondenzovaných látek  
Přírodovědecká fakulta, Masarykova univerzita  
Brno, Kotlářská 2 [www.physics.muni.cz/ufkl](http://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:

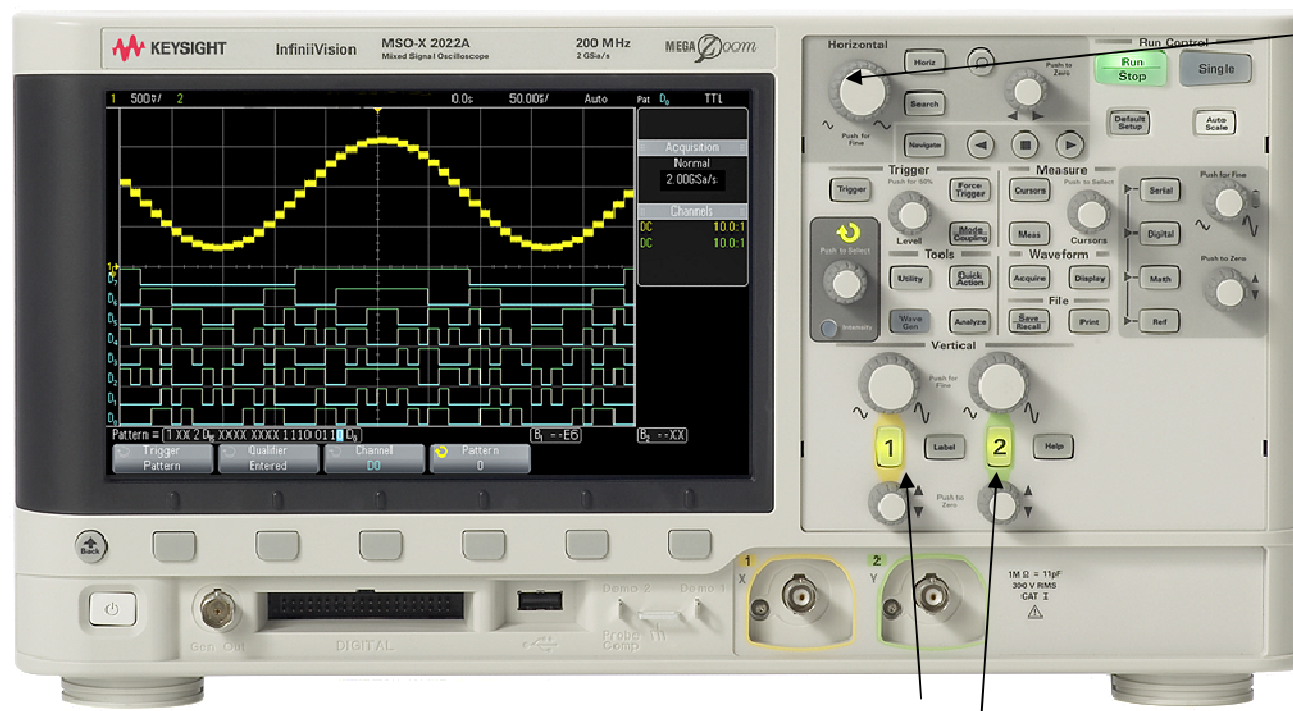
*Rezistor, kondenzátor, kontakty, ...  
Dioda, fotodioda, solární článek, ...  
CMOS tranzistor, ...*

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





# základní popis a funkce digitálního osciloskopu Keysight DSOX2002A

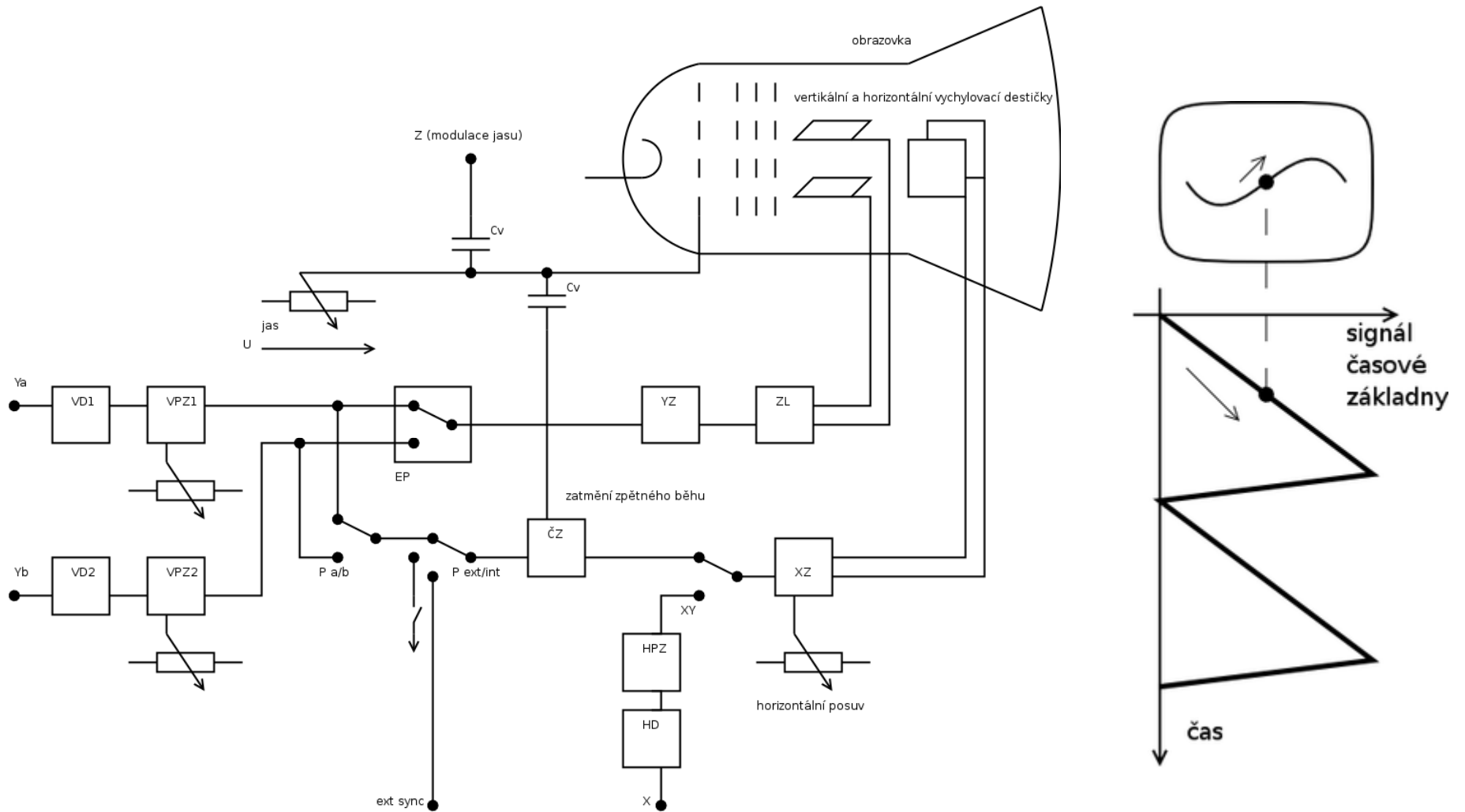


volba horizontální osy (XY vs čas) pod tlačítkem „horiz“

- dva kanály CH1 a CH2
- 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 hysteretzní smyčky ve feroelektrikách
    - použito při sledování fázového rozdílu při měření doby života z fázové kompenzace
- šířka pásma (70 MHz pro Keysight DSOX2002A)
- vzorkovací rychlost - 2Gs/s pro Keysight DSOX2002A, tzn. sinusovku s 70 MHz nasampluje na asi 300 dílů

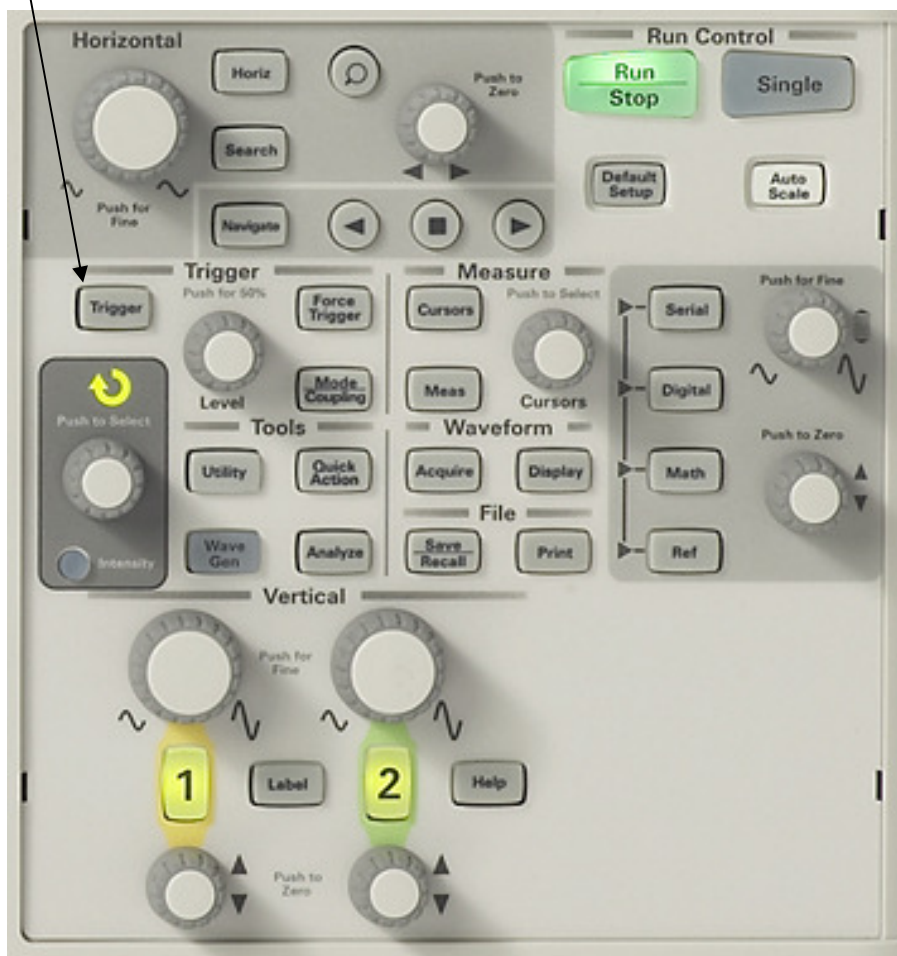
kanály 1 a 2

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

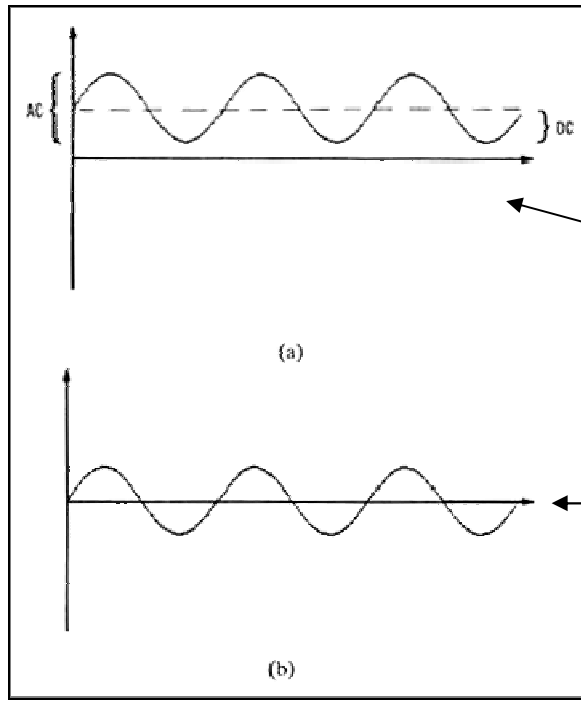


zdroj wiki

- 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

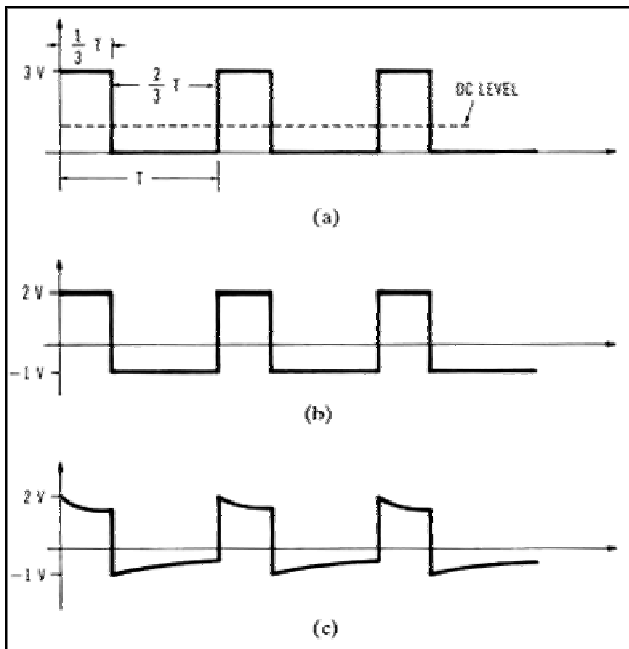


# DC vs AC vazba (coupling)



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

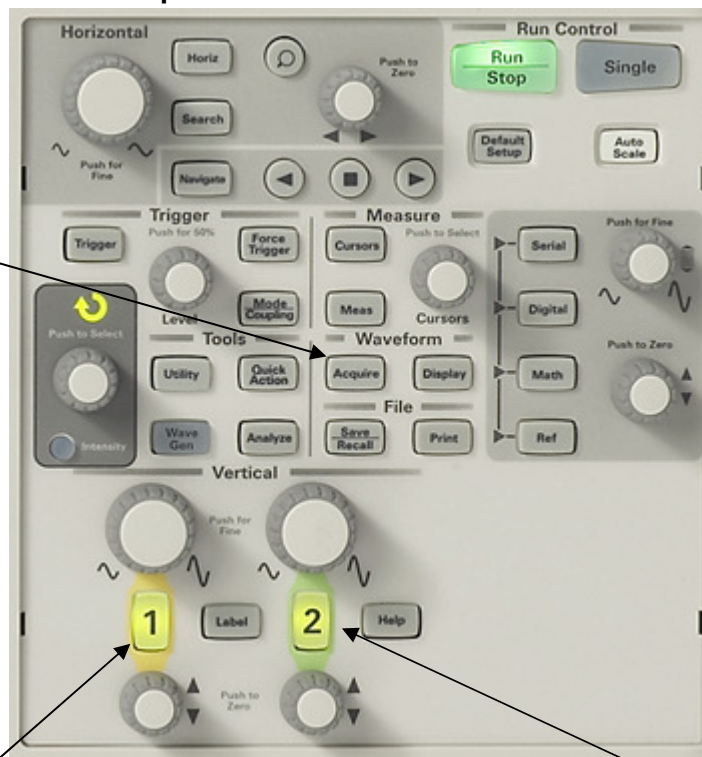
AC vazba - ideální

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

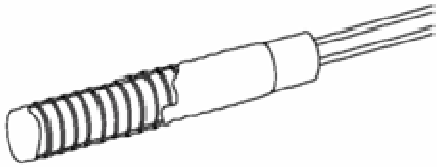
DobaZivota\Manualy\OsciloskopAgilent2000\_series\_users\_guide.pdf



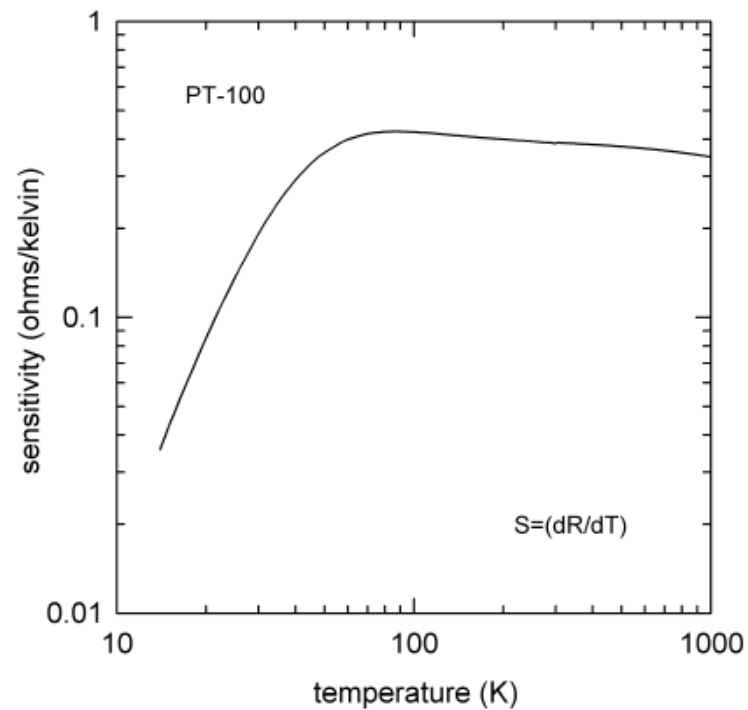
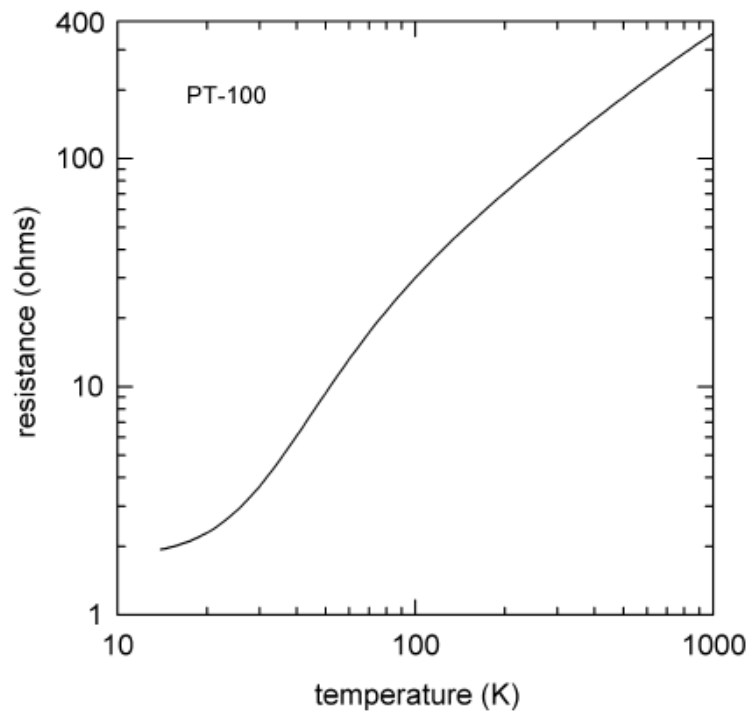


# Měření teploty – odpor platiny

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



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

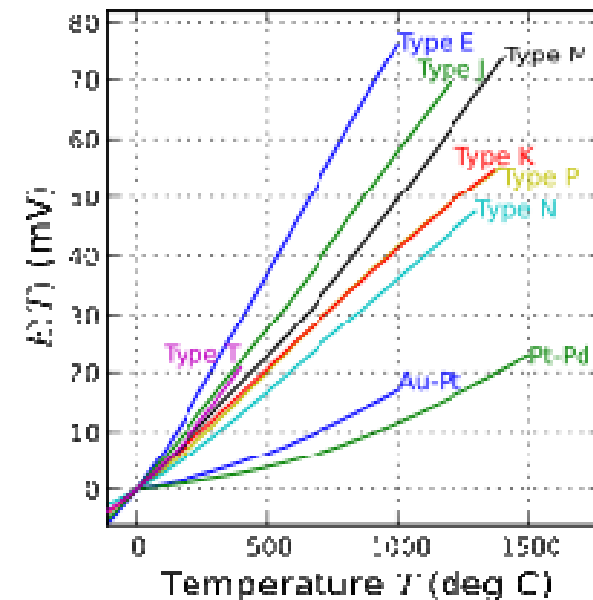
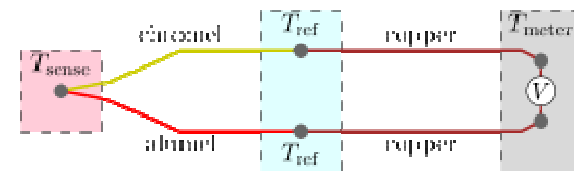


zdroj: Lake Shore

# 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





**dodatky**

## Kramersovy-Kronigovy relace pro odrazivost

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

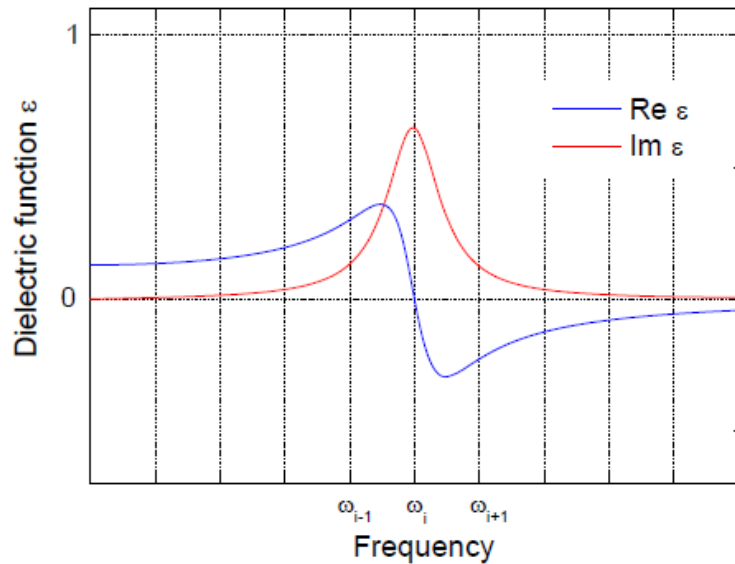
$$\ln r = \ln \sqrt{R} + i\phi$$

$$\phi(\omega_0) = -2 \frac{\omega_0}{\pi} \int_0^\infty \frac{\ln \sqrt{R(\omega)} - \ln \sqrt{R(\omega_0)}}{\omega^2 - \omega_0^2}$$

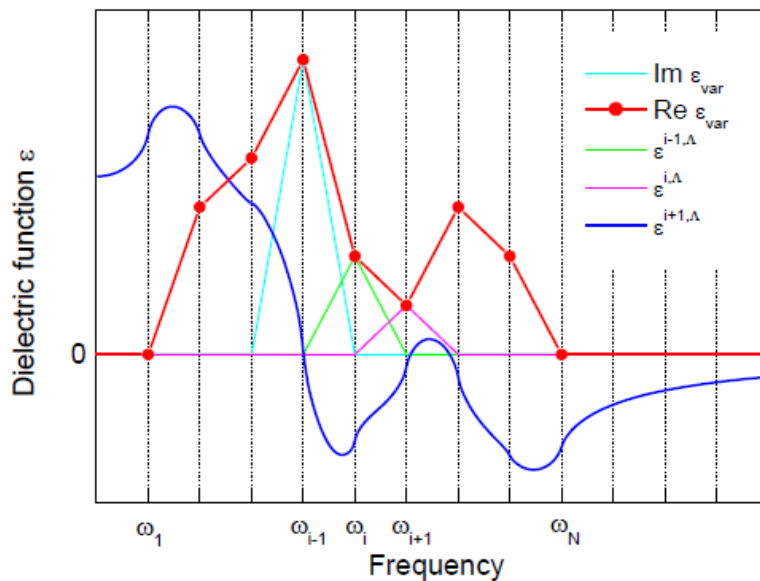
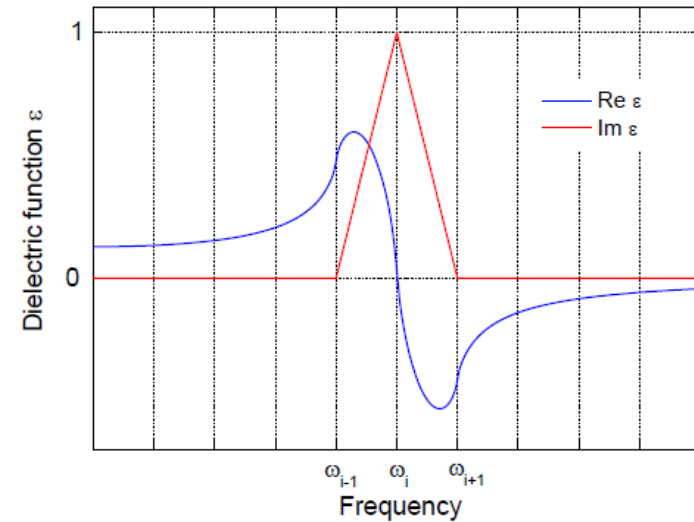
- jsou potřeba extrapolace do nulové a nekonečné frekvence
- extrapolace jsou většinou založené na Lorentzově modelu

# Variační dielektrická funkce: jinak pojaté Kramersovy-Kronigovy relace - implementované v programu Reffit

Lorenzova funkce má dlouhé „ocasy“



KK obraz trojúhelníku



Variační dielektrická funkce: libovolný součet „trojúhelníků“. Je modelově nezávislá, pouze udržuje KK konzistenci

Postup pro obrdžení dielektrické funkce bod po bodu:

- naitovat rozumným počtem Lorenzových oscilátorů, tím se získají extrapolace
- provede se Kramersova-Kronigova transformace nebo ekvivalentně minimalizace variační dielektrické funkce



# Měření pomocí pikoampérmetru Keithley 487



- zdroj napětí  $\pm 500$  V, v praxi používáme typicky jen  $\pm 1$  V, max  $\pm 40$  V
- omezený proud na max  $\pm 2.5$  mA
- manuální nastavení napětí (vhodné pro zvolení rozumného rozsahu napětí)
- programovatelné ovládání počítačem přes port GPIB
- přiložený kompletní manuál [Keithley487FullManual.pdf](#)

## ANALOG OUTPUT

Rise Time  
(10%–90%)

Analog Filter

OFF ON

| RANGE       | RESOLUTION | ACCURACY (1 Year)*<br>18°–28°C<br>$\pm(\%rdg+offset)$ | ANALOG OUTPUT |             |
|-------------|------------|-------------------------------------------------------|---------------|-------------|
|             |            |                                                       | OFF           | ON          |
| 2 nA        | 10 fA      | 0.3 + 500 fA                                          | 12 ms         | 70 ms       |
| 20 nA       | 100 fA     | 0.2 + 3 pA                                            | 4 ms          | 17 ms       |
| 200 nA      | 1 pA       | 0.15 + 20 pA                                          | 800 $\mu$ s   | 4 ms        |
| 2 $\mu$ A   | 10 pA      | 0.15 + 200 pA                                         | 380 $\mu$ s   | 2 ms        |
| 20 $\mu$ A  | 100 pA     | 0.1 + 2 nA                                            | 160 $\mu$ s   | 370 $\mu$ s |
| 200 $\mu$ A | 1 nA       | 0.1 + 20 nA                                           | 160 $\mu$ s   | 370 $\mu$ s |
| 2 mA        | 10 nA      | 0.1 + 200 nA                                          | 160 $\mu$ s   | 370 $\mu$ s |

# programování pikoampérmetru přes GPIB

- dvě možnosti:
  - komunikace v jazyku Python 2.7 (doporučovaná)
  - komunikace v jazyku C (kompilátor MinGW v prostředí CodeBlocks, systém WinXP)
- Je potřeba
  - definice proměnných
  - výstup na obrazovku, vstup z klávesnice
  - cykly
  - podmínky
  - uložení do souboru

# Ukázka programu pro ovládání Keithley 487 v jazyku python

```
#Demo pro studenty na nejjednoduchsi ovladani pikoampermetru Keithley 487
import visa                                #nacteni knihovny VISA
import time                                #nacteni knihovny na casovou prodlevu
rm = visa.ResourceManager()               # definice objektu pro komunikaci VISA
keithley = rm.get_instrument("GPIB0::22::INSTR") #definice objektu s adresou GPIB s cislem 22

#Prikazy ke Keithley 487 jsou vzdy ve formatu retezce a ukonceny X
#pokud se posle neplatny prikaz, na displeji se objevi IDDC

#Nasleduje nastaveni pikoampermetru
keithley.write("R0X")                      # nastav autorange.
#print("Probiha nulovani pikoampermetru\n")
#keithley.write("C2X")                      # proved corekci na nulu. Toto chvili trva, muze se vypnout pro testovani
programu
keithley.write("C0X")                      # vypni zero check
keithley.write("O1X");                     # nastavi zdroj na operate

keithley.write("V0.1X")                    # nastav proud na 0.1V
time.sleep(0.05)                           #pocka [sekund] na ustabilizovani proudu
print "odezva pikoampermetru:", keithley.read() #vypis proud
```

# Ukázka programu pro ovládání Keithley 487 v jazyku C

## počáteční definice

```
#include <stdio.h> // vstup-vystup
#include <windows.h> //potreba jen pro funkci Sleep
#include "decl-32.h" // GPIB ovladac, pouze hlavickovy soubor .h
// je potreba prilozit pro linkovani zkompilovany ovladac gpib-32.obj
// v prostredi Code::Blocks se toto dela skrz Project->Build options -> Linker
Settings
```

```
#define ARRAYSIZE 100 // Size of read buffer
int Dev; // Device handle
char ReadBuffer[ARRAYSIZE + 1]; // Read data buffer
float V; // vstupni napeti cislo
char Vchar[40]; // vstupni napeti retezec znaku
int delkaVchar;
char lchar[12]=""; // vystupni proud retezec znaku
int i;
```

# chybová procedura

```
void GPIBCleanup(int ud, char* ErrorMessage)
{
    printf("Error : %s\nibsta = 0x%x iberr = %d\n",
        ErrorMessage, ibsta, iberr);
    if (ud != -1)
    {
        printf("Cleanup: Taking device offline\n");
        ibonl (ud, 0);
    }
}
```

# Inicializace GPIB portu

```
int _cdecl main(void) {

#define BDINDEX          0    // Board Index
#define PRIMARY_ADDR_OF_DMM  22  // Primary address of device
#define NO_SECONDARY_ADDR  0    // Secondary address of device
#define TIMEOUT          T10s // Timeout value = 10 seconds
#define EOTMODE          1    // Enable the END message
#define EOSMODE          0    // Disable the EOS mode

// Inicializace zarizeni Dev
Dev = ibdev (BDINDEX, PRIMARY_ADDR_OF_DMM,
NO_SECONDARY_ADDR, TIMEOUT, EOTMODE, EOSMODE);
if (ibsta & ERR) { GPIBCleanup(Dev, "Unable to open device"); return 1; }

/*Clear the internal or device functions of the device. If the error
 * bit ERR is set in ibsta, call GPIBCleanup with an error message. */
ibclr (Dev);
if (ibsta & ERR){ GPIBCleanup(Dev, "Unable to clear device"); return 1; }
```

# nastavení pikoampérmetru, nulování

```
//Prikazy ke Keithley 487 jsou vzdy ve formatu retezce a ukonceny X
// pokud se posle neplatny prikaz, na displeji se objevi IDDC
ibwrt (Dev, "R0X", 3); // nastav autorange.
printf("Probiha nulovani pikoampermetru\n");
ibwrt (Dev, "C2X", 3); // proved corekci na nulu
ibwrt (Dev, "C0X", 3); // vypni zero check
ibwrt (Dev, "O1X", 3); // nastavi zdroj na operate
```

```
if (ibsta & ERR) { GPIBCleanup(Dev, "Error zerocheck the device");
return 1; }
```

# nastavení napětí, kontrola vstupu, přečtení proudu

```
V=1; //požadovane napeti ve forme cisla
```

```
if (abs(V)>50){
```

```
    printf("Pozadovane napeti je vetsi nez bezpecny limit 50 V");
```

```
    ibonl (Dev, 0);
```

```
    return 1;
```

```
}
```

```
delkaVchar =sprintf(Vchar, "V%2.3fX", V); //vytvoreni retezce z cisla v
```

```
požadovanem formatu
```

```
printf("Vchar je %s", Vchar);
```

```
ibwrt (Dev, Vchar, delkaVchar); // nastaveni pikoampermetru na požadovane  
napeti
```

```
Sleep(100); //pocka dobu v ms, aby se ustabilizovalo napeti
```

```
ibrd (Dev, ReadBuffer, ARRAYSIZE); // precte proud ze zarizeni
```

```
if (ibsta & ERR){ GPIBCleanup(Dev, "Unable to read data from device"); return  
1; }
```

```
printf("Returned string: %s\n", ReadBuffer); // Navraceny retezec je text s  
cislem napr.: NDCI+0.00018E-09
```



# zpracování obrženého řetězce, vypnutí komunikace

```
for (i=4;i<ibcnt-2;i++){lchar[i-4]=ReadBuffer[i];}  
lchar[12] = '\0'; // ukoncuje string v jazyku c  
printf("lchar je %s\n", lchar);
```

```
system("pause"); // ceka na stisk klavesy
```

```
ibwrt (Dev, "O0X", 3); // vypne operate  
Sleep(100); //pocka dobu v ms,  
ibonl (Dev, 0);
```

```
return 0;
```

```
}
```