

ОБ ОДНОЙ ВОЗМОЖНОСТИ АВТОМАТИЧЕСКОЙ ЗАПИСИ КИНЕТИКИ РОСТА КРИСТАЛЛИТОВ В АМОРФНЫХ СЛОЯХ Se

Ю. Е. Гордиенко, Ю. А. Дудкин, Н. А. Коваленко, А. Л. Горелик

Харьков

Высокоомные фотопроводящие слои аморфного Se, полученные испарением и конденсацией в вакууме, нашли широкое применение в устройствах, преобразовывающих световые сигналы в электрические. К этим устройствам относятся телевизионная передающая трубка типа видикон, селеновые приемники излучения и т. п. Принципиальное улучшение параметров таких устройств возможно только на основе более полного изучения свойств применяемых в них селеновых слоев.

Особенностью слоев аморфного Se является наличие беспорядочно распределенных в аморфной матрице кристаллитов гексагональной модификации Se, которые возникают, видимо, в результате частичного его расстеклования [1]. Количество микровключений гексагонального Se в аморфном слое определяет такие его фотопроводящие свойства, как фоточувствительность, спектральное распределение фотопроводимости и время фотоответа [2]. Аморфный Se уже при температуре 35—40°С термодинамически неустойчив по отношению к его переходу в гексагональную модификацию, поэтому следует ожидать рост во времени концентрации кристаллитов в объеме слоя, а следовательно, и нестабильности параметров указанных приборов со слоями Se.

Количество кристаллитов в объеме аморфного слоя и скорость их роста в значительной мере определяются технологией получения слоя. При этом определяющими являются следующие параметры: температура подложки, скорость напыления слоя, характер и состав примесей. Для установления оптимального значения каждого из перечисленных технологических параметров необходимо производить специальные исследования зависимости концентрации кристаллитов и кинетики их роста при заданной температуре от указанных параметров.

Применение для этой цели таких известных методов структурного анализа, как рентгеновский и электронографический, исключается из-за их чрезвычайно низкой чувствительности при исследовании аморфных веществ и значительной трудоемкости получения количественных данных. Ранее нами был предложен способ определения концентрации кристаллитов гексагонального Se в слое аморфного Se при помощи измерения потерь на СВЧ [3].

В настоящей работе излагается сущность метода и дается описание установки, применяемой нами для исследования кинетики роста кристаллитов гексагонального Se в его аморфном слое.

Слой аморфного Se с включениями гексагонального Se можно рассматривать как гетерогенную систему с беспорядочно распределенными сфе-

рическими включениями. При этом проводимости матрицы и включений отличаются на несколько порядков. Область частотной дисперсии проводимости такой системы зависит от размера включений и соотношения проводимостей матрицы и кристаллита. В нашем случае при обычно наблюдаемых размерах включений гексагонального Se не больше 0,5—1 микрона [2, 4] верхняя частота области дисперсии оказывается меньше 10^8 гц [3]. На частотах выше 10^8 гц проводимость слоя определяется количеством кристаллитов гексагонального Se и их проводимостью [5]. При произвольной концентрации кристаллитов в слое проводимость его на частотах выше 10^8 гц [3]

$$\tau = f_1 \tau_1 + (1 - f_1) \sigma_0, \quad (1)$$

где f_1 — удельная концентрация включений гексагонального Se;

σ_1 — проводимость гексагонального Se на данной частоте;

σ_0 — проводимость аморфного Se на этой же частоте.

Так как $\frac{\sigma_0}{\sigma_1} \ll 1$ на любой частоте [6], то при изменении концентрации

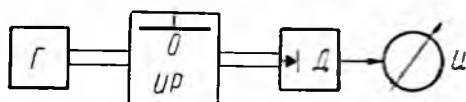


Рис. 1.

кристаллитов на величину Δf проводимость системы изменится на величину

$$\Delta \tau = \sigma_1 \Delta f. \quad (2)$$

Из выражения (2) видно, что всякое изменение объемного содержания кристаллических включений в аморфном слое приводит к пропорциональному изменению общей проводимости слоя на СВЧ. Поэтому регистрацию кинетики роста кристаллитов в аморфном слое можно свести к регистрации изменения во времени сопротивления исследуемого слоя на СВЧ. Последнюю можно осуществить, воспользовавшись тем обстоятельством, что СВЧ мощность, поглощаемая в резонаторе с исследуемым образцом на резонансной частоте, зависит от проводимости образца и изменяется при изменении последней.

Установим связь между изменением проводимости исследуемого образца $\Delta \sigma$ и сигналом ΔU на выходе СВЧ детектора, регистрирующего изменение прошедшей через резонатор мощности (рис. 1). Энергия СВЧ, поглощаемая исследуемым слоем в резонаторе,

$$P_0 = \frac{1}{2} \int_{v_s} E_s^2 \sigma dv_s, \quad (3)$$

где σ — удельная проводимость образца;

E_s — амплитуда электрического поля в образце;

v_s — объем, занимаемый образцом.

Изменение удельной проводимости образца $\Delta \sigma$ вызывает следующее изменение поглощаемой им энергии СВЧ поля:

$$\Delta P_0 = \frac{1}{2} \int_{v_s} E_s^2 \Delta \sigma dv_s. \quad (4)$$

Если учесть, что добротность ненагруженного резонатора

$$Q = \omega_0 \frac{W_3}{P_n}, \quad (5)$$

где W_3 — энергия, запасенная в резонаторе;

P_n — энергия потерь в резонаторе;

ω_0 — резонансная частота резонатора,

то изменение добротности, вследствие изменения проводимости исследуемого образца, можно выразить следующим образом:

$$\Delta Q = \omega_0 \frac{W_s}{P_n (P_n + \Delta P_0)} \Delta P_0. \quad (6)$$

Учитывая, что

$$P_n \gg \Delta P_0 \text{ и } W_s = \frac{1}{8\pi} \left[\int_{v_p} \epsilon_0 E_p^2 dv_p + \int_{v_s} \epsilon_s E_s^2 dv_s \right] \approx \frac{1}{8\pi} \int_{v_p} \epsilon_0 E_p^2 dv_p,$$

нетрудно получить выражение для относительного изменения добротности резонатора с образцом:

$$\frac{\Delta Q}{Q} = \frac{4\pi Q_0}{\omega_0 \epsilon_0} \frac{\int_{v_s} E_s^2 dv_s}{\int_{v_p} E_p^2 dv_p} \Delta \sigma = \frac{4\pi Q_0 \eta}{\omega_0 \epsilon_0} \Delta \sigma. \quad (7)$$

Здесь E_p — поле в резонаторе;

ϵ_0 — диэлектрическая проницаемость свободного пространства;

v_p — объем резонатора.

Нетрудно заметить, что величина

$$\eta = \frac{\int_{v_s} E_s^2 dv_s}{\int_{v_p} E_p^2 dv_p}$$

характеризует заполнение СВЧ поля резонатора образцом и имеет тем большее значение, чем больше объем резонатора, занимаемый образцом, и чем больше амплитуда СВЧ поля в образце.

Таким образом, регистрация изменения проводимости образца сводится к регистрации изменения добротности резонатора, в котором находится исследуемый образец.

В случае проходной схемы регистрации сигнала (рис. 1) изменение добротности резонатора $\frac{\Delta Q}{Q}$ вызывает на выходе квадратичного СВЧ детектора изменение напряжения

$$\Delta U = \frac{1}{4} \sqrt{GP_0 R_d} \cdot \frac{\Delta Q}{Q}. \quad (8)$$

В этом выражении G , R_d — коэффициент преобразования и сопротивление детектора; P_0 — мощность СВЧ генератора.

Подставив (2) и (7) в (8), получаем связь сигнала на выходе детектора с изменением объемного содержания кристаллитов в аморфном слое

$$\Delta U = \frac{\pi \eta Q_0 \sqrt{GP_0 R_d} \Delta f}{\omega_0 \epsilon_0} \sigma_1. \quad (9)$$

Если же условие $P_n \gg \Delta P_0$ не выполняется, т. е. когда изменение объемного содержания кристаллитов велико, можно показать, что

$$\Delta U = \frac{\pi \sqrt{GP_0 R_d} \Delta f}{\frac{\omega_0 \epsilon_0}{Q_0 \eta \sigma_1} + \Delta f}. \quad (10)$$

Таким образом, при малой скорости роста кристаллитов в исследуемом слое сигнал на выходе СВЧ детектора пропорционален приращению объемного содержания микровключений гексагонального Se. Если же это приращение окажется сравнимым или больше величины $\frac{\omega_0 \varepsilon_0}{Q_0 \eta_{01}}$, то имевшая ранее место пропорциональность будет отсутствовать.

Блок-схема экспериментальной установки для исследования кинетики роста микровключений гексагонального Se в слоях аморфного представлена на рис. 2.

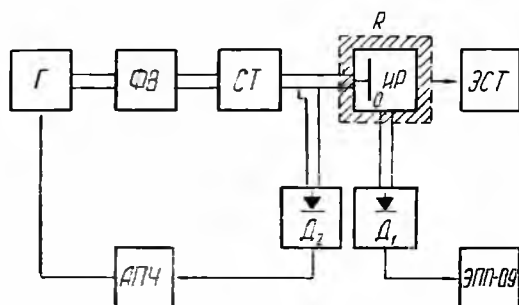


Рис. 2.

Исследуемый образец помещается в измерительный резонатор ИР, температура в котором поддерживается постоянной при помощи электронного блока ЭСТ и печи R. Резонатор возбуждается на волне H_{012} , а образец размещен в максимуме электрического поля. Добротность пустого измерительного резонатора 10 000 на частоте 10^{10} гц.

СВЧ мощность, прошедшая от генератора Г через резонатор с образцом, регистрируется детектором Д. Постоянная составляющая сигнала детектора компенсируется с помощью блока К, а полезный сигнал ΔU записывается на самописце ЭПП-09М1. Если выполняется условие $P_n \gg \gg \Delta P_0$, то записанная зависимость $\Delta U = f(t)$ будет соответствовать кинетике роста кристаллитов во времени при заданной температуре. В случае невыполнения этого условия необходима дополнительная расшифровка записи по формуле (10).

Ферритовый вентиль ФВ предназначен для поглощения отраженной от резонатора мощности, а согласующий трансформатор СТ обеспечивает согласование сопротивления волноводной линии и резонатора.

В установке применена автоматическая подстройка частоты СВЧ генератора по измерительному резонатору (АПЧ). Она выполнена по модуляционной схеме [8] и имеет коэффициент стабилизации 200. Необходимость применения АПЧ обусловлена тем, что в установке используется резонансный элемент (измерительный резонатор), который весьма чувствителен к флуктуациям частоты генератора. Общий вид установки приведен на рис. 3.

Чувствительность установки, определенная как минимально регистрируемое приращение объема кристаллитов в аморфном слое, зависит от чувствительности регистрирующего устройства, применяемого после СВЧ детектора. Пользуясь соотношением (9), можно показать, что применение самописца с чувствительностью 15 мВ на всю шкалу обеспечит регистрацию приращения объема кристаллитов порядка $10^{-2}\%$.

Описанная установка позволяет надежно и с высокой точностью, при заданной нужной температуре слоя, в течение длительного времени

регистрировать рост включенных в аморфный слой кристаллитов гексагонального Se.

Предлагаемый метод и установка могут также применяться при исследовании кинетики расстеклования любых аморфных слоев, если СВЧ потери в кристаллите значительно превосходят потери в аморфной матрице.

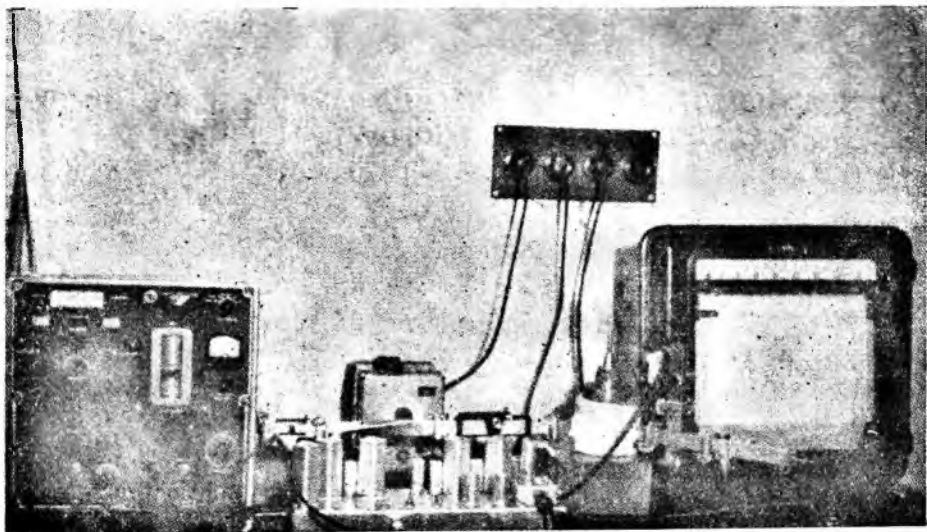


Рис. 3.

ЛИТЕРАТУРА

1. Д. М. Чижиков и В. П. Счастливый. Селен и селениды. Изд-во «Наука», 1964.
2. Paul H. Keck JOSA. 41, 53 (1951), 42, 221 (1952).
3. Материалы республиканского совещания по тонким полупроводниковым пленкам. Изд-во Ужгородского университета, 1967.
4. И. Е. Болотов, Е. А. Муравьев. ФТТ, 8, 5, 1585, (1966).
5. Э. И. Трухан. ФТТ, 4, № 11, 3495, (1952).
6. Физико-химические свойства элементов. Изд-во «Наукова думка», Киев, 1965.
7. Д. Инграм. ЭПР в свободных радикалах. «Изд-во иностр. лит-ры», 1961.
8. В. А. Бендерский, В. В. Ожерельев. «Радиотехника и электроника», 2, 502, (1960).