

**A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA  
MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETÉNEK**



**KÖZLEMÉNYEI**

**0-16**

**A MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZET  
FIATAL KUTATÓINAK CIKKGYŰJTEMÉNYE  
AZ MSZMP XI. KONGRESSZUSA  
ÉS HAZÁNK FELSZABADULÁSÁNAK 30. ÉVFORDULÓJA  
TISZTELETÉRE**





682701

A MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADÉMIA MŰSZAKI FIZIKAI  
KUTATÓINTÉZETÉNEK

KÖZLEMÉNYEI

0 - 16

A Műszaki Fizikai Kutató Intézet fiatal kutatóinak cikkgyűjteménye az MSZMP XI. kongresszusa és hazánk felszabadulásának 30. évfordulója tiszteletére.

Budapest 1975.

**MTA  
KIK**



0 00004 55030 3

822427

A Magyar Tudományos Akadémia Műszaki Fizikai  
Kutató Intézete  
Budapest, Újpest 1. Pf. 76.

ИНСТИТУТ ТЕХНИЧЕСКОЙ ФИЗИКИ  
ВЕНГЕРСКИЙ АКАДЕМИИ НАУК

Research Institute for Technical Physics  
of the Hungarian Academy of sciences

MAGYAR  
TUDOMÁNYOS AKADÉMIA  
NYLT. ÁLL.

Felelős kiadó: Dr. Nagy Elemér, igazgató  
Műszaki szerkesztő: Gomperz Istvánné

Tempó-215/75. 150 pld.  
F.v.: Szerencsi Sándor

R  
1977

5898 5



PAPERS PUBLISHED  
BY THE RESEARCH INSTITUTE FOR  
TECHNICAL PHYSICS OF THE  
HUNGARIAN ACADEMY OF SCIENCES

- 0 = Original Publications
- 0 - 1 Velocity and current determination for steadily travelling domains in semiconductors
- G.Pataki: I. Recombination instability /1967/  
/in English/  
II. Watkins-Gunn effect /1968/ /in English/
- 0 - 2 New results in tungsten research /1969/  
/in Hungarian/. Collection of papers

Contents

R.Gróh, T.Rakk, E.Tekuna: Role of certain impurity oxides in the developing of primary and secondary beta-tungsten in the course of the reduction of  $WO_3$  by hydrogen.

O.Horacsek: The role of fibre boundaries in the recrystallization process of tungsten.

P.Buxbaum: Spectrophotometric determination of Fe in W.

A.Salamon: Activation analytical determination of Ga in W.

K.Vadasdi: Catalytic reduction of isopolytungstates.

L.Bartha: Diffusion investigations of sintering metal powders.

L.Varga: Texture investigation of tungsten wires.



I.Szántó, L.Varga: An X-ray method for direct particle size determination by line-profiles.

L.Uray: Investigation of thermoelectric power of industrial tungsten wires.

I.Gaál: Investigation of microplasticity of tungsten by internal friction measurements.

J.Neugebauer, M.Marczinkó, G.Schlosser, J.A.Hegedüs: Thermocondensation of  $WO_3$  from the hydrates of 12-silicotungstic acid.

List of T.Millner's patents

List of T.Millner's publications

0 - 3 Some problems in semiconductor research /1971/  
/in Hungarian with English abstracts/

Contents

Z.Bodó: Phonon-drag investigations in semiconductors.

J.Schanda, G.Sass: On some problems of infrared spectrometry of semiconductors.

B.Pődör, S.Zsindely, E.Papp: Preparation and properties of Cr-doped semiconducting and semi-insulating GaAs single crystals.

U.M.Vanyek: Analysis of the process for proctuion of ZnS powders for cation-type impurities.

0 - 4 Papers in the field of tungsten research /1971/  
/in Hungarian with English abstracts/

Contents

A.Papp: Some problems of the theory of sintering.

A.Klug: Preparation of tetragonal potassium-tungsten-bronze and some new data on its crystal structure.



P.Buxbaum: Chemical methods for determination of some metallic and non-metallic traces in vacuum technical tungsten metal.

G.Gerey, F.Hammer, E.Szénfy: Some observations on internal arcing phenomena in gas filled incandescent lamps.

A.Nagy: X-ray diffractometry for the study of diffusion processes.

0 - 5 Ellipsometric Tables of the Si-SiO<sub>2</sub> System for Mercury and HeNe Laser Spectral Lines. Ed. by G. Gergely with the co-operation of G.Forgács, B.Szücs, D.Van Phouc, Budapest, Akadémiai Kiadó 1971 /in English/.

0 - 6 Some Aspects of Spectrometry. By J.Schanda /1973/. Electrostatic Energy in Abrupt Semiconductor Heterojunction. By I.Markó /1973/. On the Monority Carrier Lifetime Anisotropy in Plastically Deformed P-Type Germanium. By I.Cseh, and B.Pődör /1973/ /in English/.

0 - 7 Papers in the field of tungsten research /1972/ /in Hungarian/

#### Contents

T.Millner: The formation of a network of spherical micropores and the relation of this with the GK properties of tungsten metal made by TUNGSRAM, prepared with oxide additives containing K, Si and Al.

J.Neugebauer: Some observations on products developed as a result of K and NH<sub>3</sub> influence during the reduction of WO<sub>3</sub> by H<sub>2</sub>.

L.Varga: On the deformation mechanism of W wires by tensile testing.



O.Horacsek - T.Millner: Elongation properties of W wires at high temperature in the presence of different doping materials.

K.Vadasdi: Determination of small Be quantities in W metal.

I.Gaál - L.Uray: Investigation of incandescent lamps by electric resistivity measurements.

T.Gesztzi: On thermodynamic calculations of halogen lamps.

I.Hangos - I.Juhász: Simultaneous equilibria in halogen lamps containing two different kinds of halogen atoms.

I.Hangos - T.Deutsch - B.Szücs - Gy.Gergely: Factors influencing the stationary state of halogen lamps.

I.Hangos - A.Salamon - L.Bartha: Radio-chemical investigation of physico-chemical processes of halogen lamps. I.

I.Hangos - L.Bartha: Radio-chemical investigation of physico-chemical processes of halogen lamps. II.

0 - 8 Papers in the field of tungsten research /1973/  
/in Hungarian/

#### Contents

T.Millner: The story of the berillium containing dopant for large-crystalline tungsten metal.

T.Millner - R.Gróh: Comparative termogravimetric test of two intermediate products from the tungsten production of the TUNGSRAM works.

T.Szalay - L.Bartha: Radiotracer investigation of the interaction between different tungsten oxides and thallium /III/ chlorid.



L.Kozma - L.Bartha: Autoradiographic investigation of the diffusion in swaged powder-metallurgical tungsten.

O.Horacsek: Formation of grain boundary cavities during high temperature creep in tungsten wires.

T.Gesztli: On the description of the transport processes in halogen incandescent lamps containing carbon additives.

I.Hangos - L.Bartha: On the role of impurities evaporating from incandescent filaments in halogen lamps.

Gy.Gerey - I.Gaál: Halogen incandescent lamp with negative differential resistance.

T.Millner: Recent results in the field of tungsten research.

K.Vadasdi: Separation methods for analysis of the impurities in tungsten.

Gy.Gergely: Electronspectroscopy of tungsten.

B.Molnár - L.Uray - I.Gaál: Determination of the gas pressure in burning incandescent lamps.

0 - 9 Some Reports of the Scientific Staff of the Research Institute for Technical Physics of the Hungarian Academy of Sciences /1973/

/Multilingual, with English abstracts/

Contents

P.Liem - P.Sviszt - B.Tóth: On the calculation of activation energies from the thermoluminescence curves.

B.Pődör: Lattice scattering limited mobility of electrons in GaAs.

K.Somogyi: Contacts and sample preparation on semiconductor layers for Van Der Pauw measurements.



B.Pödör - N.Nádor - I.Bertóti - J.Hagyó: Current carrier scattering and electrical properties of liquid phase epitaxial GaAs.

K.Somogyi: Analysis of Hall data and mobilities in GaP.

J.Lánc - J.Peisner: Measuring and recording of photo-emission electron energy distribution by an analog differentiator.

0 - 10 Mrs.M.Farkas - Jahnke: Determination of the structure of polytypes built up from translationally equivalent layers by a new direct method, and the application of the method for the investigation of crystals containing stacking faults /1973/. /in Hungarian, with English abstracts/

0 - 11 Papers in the field of tungsten research /1973/ /in Hungarian/

#### Contents

A.B.Kiss: The infrared vibration frequencies of the  $WO_3$  modifications.

A.Klug: Investigation of the  $K_2WO_4 - WO_3$  system.

J.Neugebauer: A new intermediate phase in the reduction of potassium tungstates.

K.Vadasdi - P.Buxbaum Tekula: Polytungstates.

O.Kaposi - M.Riedel: Investigation of the thermal ionemission of tungsten.

A.Hegedüs: Combined thermoanalytical results in the tungsten research.

O.Kaposi: Answer to Hegedüs's comments on our ion-emission measurements.

I.Hangos - I.Juhász - J.Hodács: The influence of the aluminium on the halogen process in bromine containing halogen lamps.



L.Bartha - I.Hangos: The behaviour of tantalum in the transport processes of halogen lamps.

- 0 - 12 L.Gútai: Local determination of galvanomagnetic properties in semiconductors an application of the solution of a boundary value problem in potential theory /1974/ /in Hungarian with English introduction and content/

- 0 - 13 Some Reports of the Scientific Staff of the Research Institute for Technical Physics of the Hungarian Academy of Sciences /1964/. /in English/

Contents

G.Lux - J.Schanda: On the vectorial representation of basic colour-perception and its use in colour-measurement.

K.Somogyi: The temperature dependence analysis of the charge carrier concentration in GaP.

J.Peisner - M.Pintér: A simple normal incidence microreflectometer arrangement.

K.Somogyi - B.Pődör: An apparatus for thermoelectric power measurements on semiconductors.

B.Pődör - N.Nádor: A note on the temperature dependence of electron mobility in GaAs.

- 0 - 14 Semiconductor research in 1972-1973. /1974/ /in Hungarian/

Contents

I.Szép, A.Lőrinczy: Charge storage in the MNOS-system.

A.Andrási - Zs.Horváth - M.Németh-Sallay - G.Stubnya: Investigation on MNOS-structure.

G.Forgács - A.Lőrinczy - I.C.Szép: Two-phase self-aligned MNOS charge transfer device.



P.Tüttő: New method for measuring the surface potential in MOS structures.

S.Kocsis - T.Görög: Growth and electrical properties of heteroepitaxial GaP layers.

K.Somogyi: Galvanomagnetic properties of GaP.

J.Balázs - G.Ferenczi - M.Somogyi: Investigation of thermally stimulated currents /TSC/ in nGaP-Au Schottky barriers.

M.Somogyi: Determination of the composition and carrier concentration of epitaxial  $Ga_{1-x}P_x$  layers by the method of Schottky-barriers.

I.Mojzes: Some technological and measuring experience on GaAs based Gunn-oscillators.

B.Szentpáli: Study of epitaxial layers by metal-semiconductor diodes.

B.Pődör: Magnetoresistance and electron scattering mechanisms in GaAs.

K.Henk - B.Szentpáli - I.Mojzes: Investigation of Gunn-oscillators and layered structures employed in them by measurements under pulsed bias.

B.Pődör: Scattering of charge carriers by screw dislocations in semiconductors.

0 - 15 New resultain tungsten research /1974/.

/in Hungarian/

Contents

J.Neugebauer - Mrs.T.Geszti - M.Marczinkó: The localization of K, Si, Al dopes in the individual grains of tungsten metal powders.

J.Neugebauer: Oxidizing and reducing processes in the K-W-O ternary system investigated in  $H_2O-H_2$  mixtures up to  $800^\circ C$ .



J. Neugebauer: The role of phosphorus in the homogeneous reduction of  $WO_3$  and ammonium tungsten bronze. at the value of  $P_{H_2O}/P_{H_2} = 0.15-0.65$ .

T. Millner - L. Varga - L. Bartha: On the reduction in area of tungsten wires.

L. Bartha - L. Varga: On the coiling.

L. Varga - L. Bartha - A. Nagy - V. Stefániai - B. Borossay: On the rigid fracture of tungsten wires.

T. A. Nagy: Investigation of tungsten wires by the tension relaxation method at room temperature.

P. Bárczy - M. Káldor: Investigation of the radial inhomogeneity of tungsten wire by hardness test.

Gy. Dutkay: The specific influence of dopes on the formation of large crystals and on the creep strength of W wires.

I. Gaál - J. Neugebauer - L. Uray: On the heat-treatment steps of K, Al, Si doped tungsten.

T. Vicsek - T. Geszti: The role of oxygen in the transport processes of halogen lamps.

L. Bartha - L. Kozma: The investigation of the diffusion from a gaseous source into tungsten by autoradiography.

O. Horacsek - Mrs. O. Horacsek: The role of grain structure and microporosity on the quality and lifetime of incandescent lamp filaments.

Gy. Gergely: LEED and electron-spectroscopical investigations on tungsten. II.

R = Review articles /in Hungarian/

R - 1 I. Szántó: X-ray topography of lattice defects in solids /1968/.



- R - 2 L.Gútai: Measurement of the physical parameters of epitaxial semiconductor layers /1968/.
- R - 3 C.Székely: Formation of lattice defects in epitaxial semiconductor layers /1968/.
- R - 4 I.Szántó: X-ray topography of lattice defects in solids II. /1971/.
- Selected papers from the oeuvre of E.Winter /1967/.
- Selected papers from the oeuvre of T.Millner /1969/.

#### BIBLIOGRAPHY

A comprehensive list of publications of the scientific staff of the Research Institute for Technical Physics of the Hungarian Academy of Sciences /1972/.

Collected by Mrs.É.Gomperz with cooperation of Z.Bodó and G.Gergely.

/In original language of the papers, with English translations of titles./



T A R T A L O M J E G Y Z É K

Oldal

Gács Pál: Módszer /Ba,Pb/ /Ti,Zr/O <sub>3</sub> szerkezetű kerámiák összetétel meghatározására a röntgen-diffrakciós felvétel intenzitás eloszlásának felhasználásával .. .. .	9
Kozma László, Riedel Miklós: A szekunder ion tömegspektrometria alkalmazása a volfrámkutatóban .. .. .	23
Nagy T. Attila: Inhomogén keresztmetszetű, nem keményedő minta nyúlása. Alkalmazás 0,6 mm átmérőjű volfrám huzalra. .. .. .	33
Vicsek Tamás, Geszti Tamás: A foszfor getterező hatásáról halogén lámpákban .. .. .	49
Polgár Katalin: GaP epitaxiális réteg elválasztása GaAs hordozótól kémiai maratással.. .. .	55
Somogyi Károly: A lyukak mozgékonyságának hőmérsékletfüggése p-GaP-ban .. .. .	59
Mojzes Imre: GaAs-re készített Gunn diódák ohmos kontaktusainak mérési problémája.. .. .	77
Markó Imre: Szélessávú félvezetőkben levő mély szintek betöltésének hőmérsékletfüggése fotogerjesztés esetén.. .. .	85
Tóth Béla: Fényemissziós diódák fotoradiometriai jellemzőinek vizsgálata .. .. .	93
Lánc József, Mojzes Imre: Mérőberendezés Gunn-diódák impulzus és folyamatos üzemi mérésre .. .. .	109
Eppeldauer Gy. - Gráner J. - Lánc J. - Németh K.: Fényelemes fotoárammérők tervezési problémái .. .. .	123
Eppeldauer György: Nagyfeszültségű gyújtóval ellátott szabályozott áramú egyen-ívgerjesztő .. .. .	141





# C O N T E N T S

	Page
P. Gacs: Method for the determination of the composition of /Ba,Pb/ /Ti,Zr/O <sub>2</sub> ceramics using the intensity distribution of X-ray patterns ..	9
L. Kozma; M. Riedel: Application of secondary ion mass spectrometry in the research of tungsten .. .. .	23
A.T. Nagy: Elongation of non-hardening specimen with inhomogeneous cross-sectional sera. An application for tungsten wires 0.6 mm in diameter .. .. .	33
T. Vicsek, T. Geszti: On the gettering effect of phosphor in the halogen lamps .. .. .	49
K. Polgár: Removing of GaAs substrate beneath GaP epitaxial layers by chemical etching .. ..	55
K. Somogyi: The temperature dependence of the mobility of holes in p - GaP .. .. .	59
I. Mojzes: Measurement techniques of GaAs-Ohmic contacts .. .. .	77
I. Markó: Temperature dependences of deep level filling by means of photoexcitation in the wide GaP semiconductors. .. .. .	85
B. Toth: An apparatus for photoradiometric measurements of LEDs .. .. .	93
J. Lác, I. Mojzes: Instrument for pulsed and continuous measuring of Gunn-diodes. .. ..	109
G. Eppeldauer, J. Gráner, J. Lác, K. Németh: Design problems of the photocurrent measurement of photovoltaic cells. .. .. .	123
G. Eppeldauer: DC ARC source of controlled current with high voltage ignitor .. .. .	141





Kedves Olvasó!

A tudományos cikkeket, amelyeket ebben a könyvben olvashat, a Műszaki Fizikai Kutató Intézet fiataljai írták. Ezek a fiatalok már a szabad hazában születtek, előttük áll az a feladat, hogy hazájukat és népüket megelégedettebbé, erősebbé, gazdagabbá tegyék. A jövő vezetőjének iskolába kell járnia, nem csupán egy speciális vezetőképző iskolába, hanem az élet teljességének iskolájába, alulról indulva fokozatosan ki kell terjesztenie áttekintését, megismernie tudományát és ugyanakkor azokat is, akik érdekében tudományát műveli: az embereket.

Meg vagyok győződve, hogy a mi fiataljaink jó úton indultak el, az önzetlenség, a népgazdaság szolgálata útján. A cikkgyűjtemény számomra nem elsősorban az elért tudományos eredmények mennyisége miatt tiszteletreméltó, hanem azért, mert fiataljaink, akik példamutatóan aktívak, maguk gondoltak erre, és hívják más intézetek fiataljait is, hogy új és új kezdeményezésekkel, idősebb kollégáik őszinte támogatását mindig érezve, készüljenek vezető szerepükre.

Nagy Elemér  
Állami díjas  
akadémikus, igazgató





MÓDSZER /Ba,Pb//Ti,Zr/O<sub>3</sub> SZERKEZETŰ KERÁMIÁK ÖSSZETÉTEL  
MEGHATÁROZÁSÁRA A RÖNTGENDIFFRAKCIÓS FELVÉTEL INTENZITÁS  
ELOSZTLÁSÁNAK FELHASZNÁLÁSÁVAL

GÁCS Pál

METHOD FOR THE DETERMINATION OF THE COMPOSITION  
OF /Ba,Pb//Ti,Zr/O<sub>3</sub> CERAMICS USING THE INTENSITY  
DISTRIBUTION OF X-RAY PATTERNS

A method is given for the determination of the concentrations of constituent compounds in mixed ceramics of composition /Ba,Pb//Ti,Zr/O<sub>3</sub>. The method makes use of the measured relative integrated intensities of lines with Miller indices /100/, /001/ ; /110/, /011/ ; /111/ ; /210/, /201/, /102/ on the X-ray powder pattern of the samples. The dependence of the intensities on the concentration is determined on two ways: in the first a cubic perovskite-type elementary cell is used with dimensions independent of concentration, where the constituent ions are substituting each other randomly. In the second approximation the elementary cell is tetragonal with concentration dependent dimensions. In the second case the fitting of the measured intensities to computed distribution is advisable. The error in the determination of composition depends on value of the concentration steps used in computing and is about the half of that value.

1. Bevezetés

Ismeretes, hogy a többkomponensű félvezető kerámiák fontos és alapvető fizikai tulajdonságai függenek az egyes alkotó elemek koncentrációjától és a kristályszerkezettől. [1] Ezért feltétlenül szükség van olyan módszerekre, melyek segítségével meghatározható a kerámia minta kvantitatív összetétele és kristályszerkezete. Az eddig alkalmazott összetétel meghatá-



rozó eljárások /pl. a mikroszondás vizsgálat, kémiai analízis/ segítségével mérhetők a kerámiát alkotó elemek koncentrációi, azonban a minta szerkezetét ebben az esetben külön vizsgálattal - röntgendiffrakciós felvételek segítségével - kell meghatározni. Célszerű lenne olyan vizsgálati módszert választani, melynek eredményei mindkét kérdésre választ tudnának adni.

Ismeretes, és fémötvözetek vagy félvezető elegykristályok /pl.:  $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ / esetében gyakran alkalmazásra is kerül egy ilyen módszer, az összetétel meghatározása röntgen diffrakciós rácsállandó mérés alapján. [2] Ez az eljárás azonban - különösen sok komponensű minta esetén - bizonytalanná válik, hiszen éppen azon reflexiók fognak az inhomogenitások miatt a legjobban kiszélesedni, melyek a leginkább alkalmasak lennének a rácsállandó pontos mérésére /Debye-Scherrer röntgen diffrakciós felvétel esetén ezek a hátsó reflexiós vonalak/.

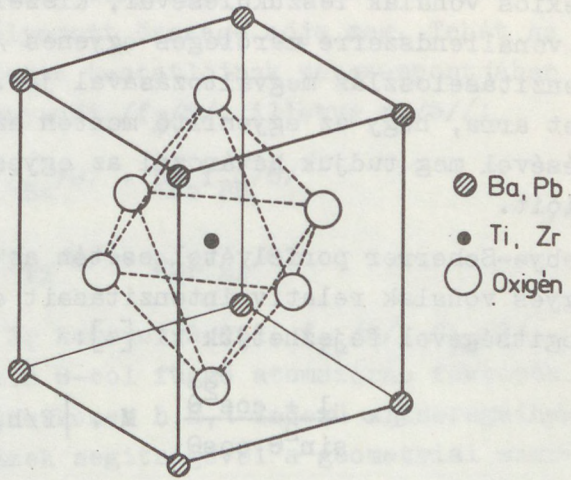
A dolgozatban egy másik röntgen diffrakciós vizsgálati módszert ismertetünk, melynek segítségével a fenti két kérdésre válaszolni tudunk. A módszer a röntgendiffrakciós reflexiók távolsága helyett a vonalak relatív intenzitás értékeit használja fel, és az integrált intenzitás mérésével az inhomogenitásokat is tekintetbe veszi. Fel fogjuk használni, hogy egy több komponensű kerámia minta felfogható úgy is, mint néhány alapvegyületből előállított elegykristály.

A módszert alkalmazva mérni tudjuk az ilyen /Ba,Pb//Ti,Zr/O<sub>3</sub> összetételű kerámiák összetevő elemeinek /Ba,Pb,Ti,Zr/ és vegyületeinek /BaTiO<sub>3</sub>, PbTiO<sub>3</sub>, BaZrO<sub>3</sub>, PbZrO<sub>3</sub>/ koncentrációit, a kristályszerkezet rácsállandóit és képet kaphatunk - az egyes reflexiós vonalak szélessége alapján - a mintát alkotó elemek homogén, illetve inhomogén eloszlásáról is.



## 2. A komponens vegyületek és diffrakciós képeik

Mind a négy komponens vegyület /BaTiO<sub>3</sub>, PbTiO<sub>3</sub>, BaZrO<sub>3</sub>, PbZrO<sub>3</sub>/ ún. perovskit szerkezetű, azaz elemi cellájuk olyan, hogy egy téglatest csúcsain a Ba<sup>++</sup> /ill. Pb<sup>++</sup>/, a testátlók metszéspontjában a Ti<sup>4+</sup> /ill. Zr<sup>4+</sup>/, a lapközépeken az O<sup>--</sup> ionok ülnek. /l. ábra./ Általában az elemi cella két éle azonos hosszúságú /a/, a harmadik ettől kissé eltérő /c/, vagyis a szerkezet tetragonális. Speciális esetben a=c, vagyis a szerkezet köbös.



1. ábra

Perovskit típusú elemi cella

Az említett négy vegyület közül szobahőmérsékleten köbös a BaZrO<sub>3</sub>, míg a többi /BaTiO<sub>3</sub>, PbTiO<sub>3</sub>, PbZrO<sub>3</sub>/ tetragonális. Egyszerűbb számolás érdekében legyen a tetragonális mértéke:  $\underline{t} = \frac{c}{a}$ . Az egyes komponensek esetén az irodalmi értékek [3]:

	a	c	t
BaTiO <sub>3</sub>	3.989 Å	4.029 Å	1.010003
PbTiO <sub>3</sub>	3.904 Å	4.152 Å	1.063525
BaZrO <sub>3</sub>	4.191 Å	4.191 Å	1.000000
PbZrO <sub>3</sub>	4.159 Å	4.108 Å	0.987737

Látható, hogy a megfelelő rácsállandók közel azonosak, következésképp a róluk készült Debye-Scherrer felvételeken a vonalrendszerek elhelyezkedése is közel azonos, intenzitáseloszlásuk azonban, mint azt a későbbiekben látni fogjuk /I. táblázat/ eltérő. Tehát egy vizsgált minta esetén valamelyik komponens eltűnése, megjelenése, illetőleg koncentrációjának



megváltozása a Debye-Scherrer felvételen egyes első reflexiós vonalak leszűkülésével, kiszélesedésével, illetőleg a vonalrendszerre merőleges egyenes /egyenlítő/ mentén az intenzitáseloszlás megváltozásával jár. Ez a tény ad lehetőséget arra, hogy az egyenlítő mentén az intenzitáseloszlás mérésével meg tudjuk határozni az egyes komponensek koncentrációit.

Debye-Scherrer porfelvétel esetén az egyenlítő mentén az egyes vonalak relatív intenzitásait az alábbi, ismert képlet segítségével fejezhetjük ki [4]:

$$I \sim \frac{1 + \cos^2\theta}{\sin^2\theta \cdot \cos\theta} \cdot M \cdot |F/h,k,l|^2 \quad /1/$$

ahol:  $h, k, l$  a reflektáló hálózati síksereg Miller indexei

$\theta$  a Bragg szög

$F/h,k,l/$  a geometriai szerkezeti tényező

$M$  a multiplicitási faktor /azon síkseregek száma, melyek Miller indexeinek négyzetösszege azonos/

A geometriai szerkezeti tényezőt általában a

$$\begin{aligned} |F/h,k,l|^2 = & \left[ \sum_j f_j / \theta / \cos^2 \pi / hu_j + kv_j + l w_j / \right]^2 + \\ & + \left[ \sum_j f_j / \theta / \sin^2 \pi / hu_j + kv_j + l w_j / \right]^2 \end{aligned} \quad /2/$$

összefüggéssel számolhatjuk, ahol  $f_j / \theta /$  az elemi cella  $j$  - ik atomjának  $\theta$  - tól függő atomszórási tényezője,  $/u_j, v_j, w_j/$  pedig a koordinátái. Az összegzést az elemi cella minden atomjára el kell végezni.

3. Összetétel meghatározás az atomszórás tényezők koncentrációfüggésének figyelembevételével

Első közelítésben tegyük fel, hogy a  $/Ba, Pb//Ti, Zr/O_3$  összetételű elegy köbös, perovskit elemi cellákból épül fel, melyek élhosszai a koncentrációváltozással nem változnak, és a rácspontokban statisztikus rendezetlenségben ülnek a Ba és Pb,



illetve a Ti és Zr ionok. Ekkor a geometriai szerkezeti tényezőben szereplő atomszórás tényezőket az adott helyen ülő ionok koncentrációival súlyozott összege adja meg. Tehát az elemi cella csúcsán, illetve testátlóinak metszéspontjában ülő ionok atomszórási tényezői  $f_c/\theta/$ , illetve  $f_a/\theta//$ :

$$f_c/\theta/ = /1-p_{Pb}/f_{Ba}/\theta/ + p_{Pb}f_{Pb}/\theta/$$

/3/

$$f_a/\theta/ = /1-p_{Zr}/f_{Ti}/\theta/ + p_{Zr}f_{Zr}/\theta/$$

ahol  $p_{Pb}$  és  $p_{Zr}$  a Pb és Zr koncentrációi,  $f_{Pb}/\theta/$ ,  $f_{Zr}/\theta/$ ,  $f_{Ti}/\theta/$ ,  $f_{Ba}/\theta/$  a megfelelő  $\theta$ -tól függő atomszórás faktorok. /Itt  $\theta$ -k a fenti modellszerkezet  $h, k, l$  indexű síkseregeihez tartozó Bragg szögek./ Ezek segítségével a geometriai szerkezeti tényező:

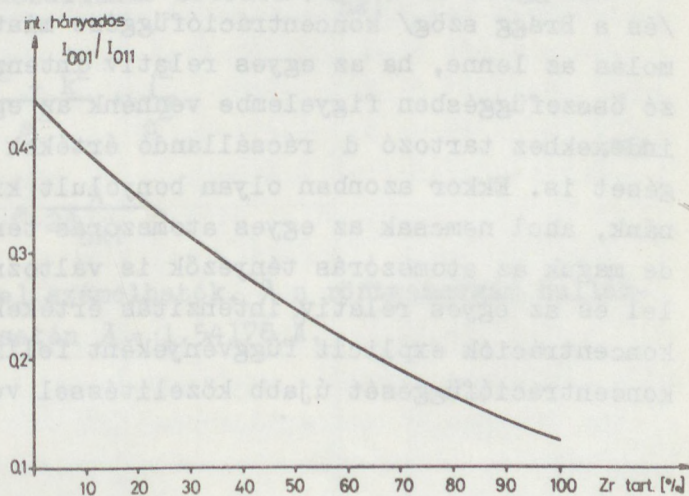
$$\left| F/h, k, l/ \right|^2 = \left[ /-1/h+k+l f_a/\theta/ + f_c/\theta/ + A \cdot f_o/\theta/ \right]^2 /4/$$

Itt  $f_o/\theta/$  az oxigén atomszórás faktora, és

$$A = \begin{cases} 3, & \text{ha } h, k, l \text{ egyforma paritásúak} \\ -1 & \text{máskor.} \end{cases}$$

Ha ezzel a geometriai szerkezeti tényezővel különböző koncentrációkra számolt intenzitáseloszlásokat összehasonlítjuk a mért intenzitáseloszlással, akkor jó közelítéssel megkaphatjuk a /Ba,Pb//

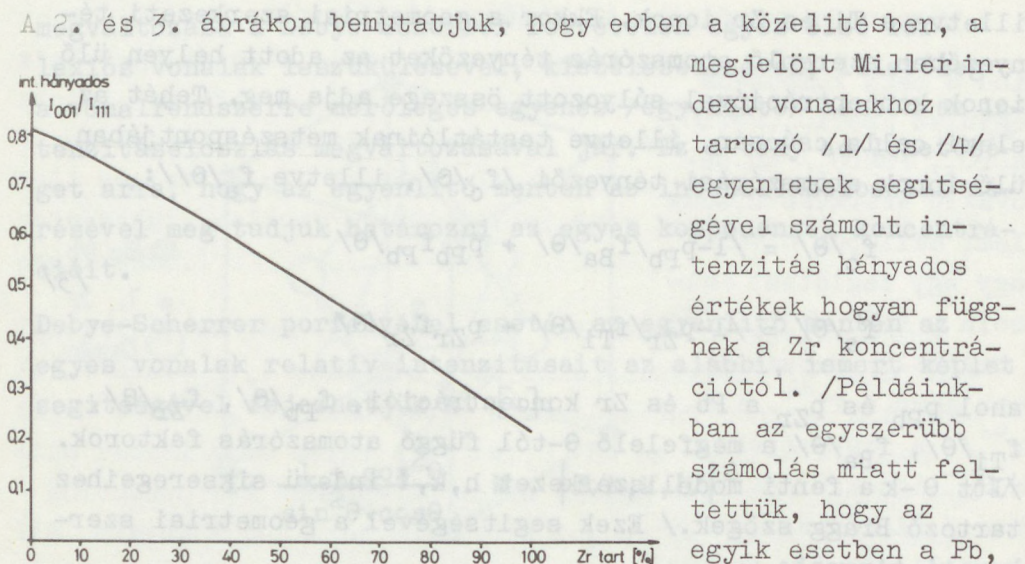
/Ti,Zr/O<sub>3</sub> összetételű kerámiákban a Ba,Pb,Ti,Zr elemek koncentrációit.



2. ábra

Az intenzitás hányados koncentráció függése Pb/Ti,Zr/O<sub>3</sub> kerámiák esetén





3. ábra

Az intenzitás hányados koncentráció függése Ba/Ti, Zr/O<sub>3</sub> kerámiák esetén

zítás hányados érték felhasználásával egyértelműen meg tudjuk határozni a minta Zr koncentrációját.

Ennél a közelítésnél eltekintettünk attól, hogy tulajdonképpen az egyes elemek atomszórás tényezőinek a /3/ képletben szereplő értékei is függenek az összetételtől a rácsállandó /és a Bragg szög/ koncentrációfüggése miatt. A pontosabb számolás az lenne, ha az egyes relatív intenzitásokat meghatározó összefüggésben figyelembe vennénk az egyes h, k, l Miller indexekhez tartozó d rácsállandó értékek koncentráció függését is. Ekkor azonban olyan bonyolult kifejezéshez jutnánk, ahol nemcsak az egyes atomszórás tényezők együtthatói, de maguk az atomszórás tényezők is változnának az összetétellel és az egyes relatív intenzitás értékeket nem tudnánk a koncentrációk explicit függvényeként felírni, ezért az f/θ-k koncentrációfüggését újabb közelítéssel vesszük figyelembe.



4. Összetétel meghatározás a komponens vegyületek valódi szerkezetének megfelelő intenzitáseloszlások figyelembevételével

Ebben a közelítésben nem az előző fejezetben felhasznált modellszerkezettel fogunk számolni, hanem azt fogjuk kihasználni, hogy a 2. és 3. ábrákon bemutatott intenzitás hányados értékek koncentráció függése közel lineáris. Számoljuk ki először az intenzitáseloszlásokat külön-külön a komponens vegyületekre. Általánosan egy tetragonális, perovskit szerkezetű kristály esetén a geometriai szerkezeti tényező  $/hkl/$  függvényében a következő alakú:

$$|F/h,k,l|^2 = \left[ f_c/\theta + f_a/\theta // -1/h+k \cos \pi l t + f_0/\theta \left\{ /-1/h+k + ( /-1/h + /-1/k) \cos \pi l t \right\} \right]^2 + \left[ f_a/\theta // -1/h+k + f_0/\theta ( /-1/h + /-1/k) \right]^2 \cdot \sin^2 \pi l t \quad /5/$$

ahol  $f_c/\theta$  az elemi cella csúcsain  $/Ba,Pb/$  és  $f_a/\theta$  az elemi cella testátlóinak metszéspontjában  $/Ti,Zr/$  ülő ionok atomszórási tényezői,  $t$  a már ismert tetragonaritás mértéke. Látható, hogy  $t = 1$  esetén  $/5/$  a megfelelő koncentráció paraméterek beépítésével a  $/4/$  egyenlőségbe megy át. A  $/hkl/$  indexű siksereghez tartozó rácsállandó értékek  $/d_{hkl}/$  és Bragg szögek  $\theta_{hkl}/$ :

$$\frac{1}{d_{hkl}^2} = \frac{h^2 + k^2}{a^2} + \frac{l^2}{c^2} \quad /6/$$

$$\sin \theta_{hkl} = \frac{\lambda}{2d_{hkl}}$$

egyenletek segítségével számolhatók.  $\lambda$  a röntgensugár hullámhossza,  $CuK_\alpha$  vonal esetén  $\lambda = 1.54178 \text{ \AA}$ .



A komponens vegyületek elméleti vonalszerkezetei

I. táblázat

Miller index	BaTiO <sub>3</sub>		PbTiO <sub>3</sub>		BaZrO <sub>3</sub>		PbZrO <sub>3</sub>	
	d/Å/	I <sub>r</sub>	d/Å/	I <sub>r</sub>	d/Å/	I <sub>r</sub>	d/Å/	I <sub>r</sub>
100	3.989	16	3.904	28			4.159	8
001	4.029	8	4.152	17	4.190	1	4.108	4
110	2.821	33	2.761	32			2.941	34
011	2.834	67	2.844	68	2.963	100	2.923	66
111	2.311	29	2.299	32	2.419	7	2.391	12
200	1.995	23	1.952	19			2.080	19
002	2.015	12	2.076	11	2.095	32	2.054	9
210	1.784	4	1.746	7			1.860	2
201	1.787	4	1.767	7	1.874	1	1.855	2
102	1.797	4	1.833	8			1.842	2
211	1.631	26	1.609	26			1.694	28
112	1.639	13	1.659	14	1.711	41	1.684	14
220	1.410	7	1.380	6			1.470	6
202	1.417	13	1.422	12	1.481		1.461	12
221	1.331	2	1.310	3			1.384	1
212	1.335	4	1.336	6			1.379	2
300	1.330	1	1.301	1	1.397	1	1.386	-
003	1.343	-	1.384	1			1.369	-
310	1.261	6	1.235	5			1.315	6
301	1.263	6	1.242	5	1.325	18	1.314	6
103	1.272	6	1.304	6			1.301	6
311	1.204	6	1.183	7			1.253	3
113	1.213	3	1.237	4	1.263	2	1.241	1
222	1.155	7	1.149	6	1.210	7	1.196	6



Igy /1/, /5/ és /6/, valamint az atomszórás tényezők irodalmi értékei [5] segítségével kiszámolható a  $BaTiO_3$ ,  $PbTiO_3$ ,  $BaZrO_3$ ,  $PbZrO_3$  mintákról készült Debye-Scherrer röntgendiffrakciós felvételek elméleti vonalszerkezete, és a vonalrendszer egyenlítője mentén az elméleti relativ intenzitáseloszlás. Ezt tartalmazza az I. táblázat. A táblázatból látható, hogy az egyes vegyületek esetén az ugyanazon Miller indexekhez tartozó  $d$  értékek igen közel esnek egymáshoz, de a vonalrendszerek egyenlítőmenti intenzitáseloszlásai mások és mások.

Indokolt tehát, hogy mint a bevezetőben mondtuk, ezeknél az elegykristályoknál ne a rácsállandóváltozás mérésével, hanem a vonalrendszer relativ intenzitáseloszlásának megváltozásából határozzuk meg az összetételt. Tulajdonképpen az ugyanazon Miller indexekhez tartozó vonalak relativ intenzitás értékei közötti különbségeket fogjuk felhasználni a /Ba,Pb/ /Ti,Zr/O<sub>3</sub> kerámiák összetétel meghatározására. Azt várjuk, hogy egy ismeretlen összetételű minta esetén a diffrakciós felvételen megjelenő vonalrendszer olyan lesz, hogy az egyes  $h,k,l$  Miller indexekhez tartozó relativ intenzitások, illetve a  $d$  rácsállandó értékek a négy komponens vegyület azonos Miller indexekhez tartozó relativ intenzitásainak, illetve a  $d$  rácsállandó értékeinek a koncentrációval súlyozott összegével lesznek egyenlők. Mivel általánosságban nem remélhetjük, hogy egy elegykristály esetén a komponens vegyületek alkotóelemei homogén eloszlásban fordulnak elő, várható, hogy a róluk készült diffrakciós felvételeken az egyes vonalak kiszélesednek. Ilyenformán lesz olyan Miller index, melyhez tartozó vonal tetragonális okozta felhasadását nem lehet különválasztani ettől a vonalszélesedéstől. Ezért nyilván csak arra van lehetőség, hogy a megfelelő széles vonal integrált intenzitását mérjük, és a számolásánál is, ne az egyes vonalak relativ intenzitásaival, hanem a megfelelő ket-tős, esetleg hármas vonalak intenzitásainak összegével számoljunk tovább. Elméletileg bármelyik négy vonal relativ intenzitásértékeiből kiszámolható a négy komponens vegyület



koncentrációja. Gyakorlati megfontolások miatt legcélszerűbb az /100/ és /001/; az /110/ és /011/; az /111/; valamint a /210/, /201/ és /102/ vonalcsoportok integrált intenzitásait mérni, és ezen vonalak intenzitásainak összegével számolni.

Tartalmazzon a minta  $p\%$   $\text{PbTiO}_3$ -t,  $r\%$   $\text{BaZrO}_3$ -t,  $s\%$   $\text{PbZrO}_3$ -t és  $q\%$   $\text{BaTiO}_3$ -t /természetesen  $p+r+s+q=100$ , tehát csak három független koncentráció érték van/,  $p$ ,  $r$ ,  $s$  és  $q$ , valamint az I. táblázatban szereplő adatok felhasználásával kiszámolhatók az említett vonalcsoportok relativ intenzitás értékei. Jelentse  $I_{hk\ell}$  a  $h, k, \ell$  Miller indexű reflexió integrált intenzitását. Ekkor:

$$A = \frac{I_{100} + I_{001}}{I_{110} + I_{011}} = \frac{24q + 45p + r + 12s}{100}$$

$$B = \frac{I_{111}}{I_{110} + I_{011}} = \frac{29q + 32p + 7r + 12s}{100}$$

$$C = \frac{I_{210} + I_{201} + I_{102}}{I_{110} + I_{011}} = \frac{12q + 22p + r + 6s}{100}$$

valamint:  $p + r + s + q = 100$ .

Látható, hogy  $A$ ,  $B$  és  $C$  értékek mérésével és a fenti egyenletrendszer segítségével  $p$ ,  $r$ ,  $s$  és  $q$  koncentráció értékeket egyértelműen meg lehet határozni. /A koncentrációk ismeretében pedig a rácsállandók a fentiek alapján már könnyen számolhatók./ A továbbiakban meg fogjuk mutatni, hogy mérési eredményeket hogyan lehet adott feltételek mellett a legpontosabban kiértékelni.

## 5. A mérési eredmények kiértékelése

A könnyebb kezelhetőség érdekében vezessük be a  $\Phi$  intenzitás vektort, melynek koordinátái az előző fejezetben megismert  $A$ ,  $B$  és  $C$  intenzitás hányados értékek. A II. táblázatban bemutatjuk, hogy  $|\Phi / A, B, C|^2 = A^2 + B^2 + C^2$  növekedésével a koncentráció értékek 20%-os lépésekben történő változtatása mellett hogyan változnak  $\Phi$  komponensei, az intenzitás há-



nyadosok. Látható, hogy az intenzitás hányadosok a koncentrációknak lassan változó függvényei, ezért célszerűbbnek látszik, hogy egy mérési eredményként adódó  $\bar{\Phi}_m/A_m, B_m, C_m/$  intenzitás vektorhoz ne a /7/ egyenletek segítségével rendeljük hozzá a megfelelő p, r, s és q koncentráció értékeket, hanem - valamilyen módon - előre kiszámolt  $\bar{\Phi}_i/A_i, B_i, C_i/$  vektorokhoz próbáljuk meg illeszteni a  $\bar{\Phi}_m/A_m, B_m, C_m/$  mérési eredményt.

Definiáljuk két vektor ( $\bar{\Phi}_1/A_1, B_1, C_1/$  és  $\bar{\Phi}_2/A_2, B_2, C_2/$ ) "távolságát" a következő módon:

$$(T/\bar{\Phi}_1, \bar{\Phi}_2/) = \left[ \frac{A_1 - A_2}{\max.A - \min.A} \right]^2 + \left[ \frac{B_1 - B_2}{\max.B - \min.B} \right]^2 + \left[ \frac{C_1 - C_2}{\max.C - \min.C} \right]^2 \quad /8/$$

Ahol az I. táblázatban szereplő értékek felhasználásával:

$$\max.A - \min.A = 0,45 - 0,01 = 0,44$$

$$\max.B - \min.B = 0,32 - 0,07 = 0,25$$

$$\max.C - \min.C = 0,22 - 0,01 = 0,21$$

Ha a /7/ képletek segítségével kiszámoljuk  $\bar{\Phi}_i/A_i, B_i, C_i/$  vektorokat, míg p, r, s és q koncentráció értékek 5 %-os lépésekben változnak, akkor 2,5% körüli pontossággal mondhatjuk, hogy mért  $A_m, B_m, C_m$  intenzitás hányadosokhoz azon p, r, s, q koncentrációk tartoznak, melyek segítségével az elméletileg számolt  $\bar{\Phi}_i/A_i, B_i, C_i/$  vektor a "legközelebb" van. Matematikailag:

$$T/\bar{\Phi}_m, \bar{\Phi}_i/ = \min.$$

Példaképpen megvizsgáltunk egy Pb/Zr,Ti/O<sub>3</sub> összetételű kerámiát, melyről tudtuk, hogy túlnyomó részben cirkonátot tartalmaz. Az integrált intenzitás mérés eredményeképp adódott:

$$A = 0,14 \quad B = 0,13 \quad C = 0,15$$

Az előzőekben leírt módszer alapján, a II. táblázat értékeinek felhasználásával kaptuk:

$$p = 20 \% \quad r = 0 \% \quad s = 80 \% \quad q = 0 \%$$

Eszerint a minta 20% PbTiO<sub>3</sub>-t és 80% PbZrO<sub>3</sub>-t tartalmaz, amely megfelel az előzetes várakozásunknak.



Az elméletileg számolt intenzitás hányadosok  
koncentráció függése

II. táblázat

Intenzitás - hányadosok <sup>x</sup>			Koncentrációk százalékokban			
A	B	C	BaTiO <sub>3</sub>	PbTiO <sub>3</sub>	BaZrO <sub>3</sub>	PbZrO <sub>3</sub>
0,010	0,070	0,010	0	0	100	0
0,032	0,080	0,020	0	0	80	20
0,054	0,090	0,030	0	0	60	40
0,056	0,114	0,032	20	0	80	0
0,076	0,100	0,040	0	0	40	60
0,078	0,124	0,042	20	0	60	20
0,098	0,110	0,050	0	0	20	80
0,098	0,120	0,052	0	20	80	0
0,100	0,134	0,052	20	0	40	40
0,120	0,120	0,060	0	0	0	100
0,120	0,130	0,062	0	20	60	20
0,102	0,158	0,054	40	0	60	0
0,122	0,144	0,062	20	0	20	60
0,142	0,140	0,072	0	20	40	40
0,124	0,168	0,064	40	0	40	20
0,144	0,154	0,072	20	0	0	80
0,144	0,164	0,074	20	20	60	0
0,164	0,150	0,082	0	20	20	60
0,146	0,178	0,074	40	0	20	40
0,166	0,174	0,084	20	20	40	20
0,148	0,202	0,076	60	0	40	0
0,186	0,160	0,092	0	20	0	80
0,168	0,188	0,084	40	0	0	60
0,186	0,170	0,094	0	40	60	0
0,188	0,184	0,094	20	20	20	40
0,170	0,212	0,086	60	0	20	20
0,208	0,180	0,104	0	40	40	20
0,190	0,208	0,096	40	20	40	0
0,210	0,194	0,104	20	20	0	60
0,230	0,190	0,114	0	40	20	40
0,212	0,218	0,106	40	20	20	20



Intenzitás - hányadosok <sup>✱</sup>			Koncentrációk százalékokban			
A	B	C	BaTiO <sub>3</sub>	PbTiO <sub>3</sub>	BaZrO <sub>3</sub>	PbZrO <sub>3</sub>
0,194	0,246	0,098	80	0	20	0
0,232	0,214	0,116	20	40	40	0
0,252	0,200	0,124	0	40	0	60
0,234	0,228	0,116	40	20	0	40
0,216	0,256	0,108	80	0	0	20
0,254	0,224	0,126	20	40	20	20
0,236	0,252	0,118	60	20	20	0
0,274	0,220	0,136	0	60	40	0
0,276	0,234	0,136	20	40	0	40
0,258	0,262	0,128	60	20	0	20
0,240	0,290	0,120	100	0	0	0
0,296	0,230	0,146	0	60	20	20
0,278	0,258	0,136	40	40	20	0
0,318	0,240	0,156	0	60	0	40
0,300	0,268	0,148	40	40	0	20
0,282	0,296	0,140	80	20	0	0
0,320	0,264	0,158	20	60	20	0
0,192	0,222	0,096	60	0	0	40
0,342	0,274	0,168	20	60	0	20
0,324	0,302	0,160	60	40	0	0
0,362	0,270	0,178	0	80	20	0
0,384	0,280	0,188	0	80	0	20
0,366	0,308	0,180	40	60	0	0
0,408	0,314	0,200	20	80	0	0
0,450	0,320	0,220	0	100	0	0

✱ A táblázatban szereplő intenzitás hányadosok:

$$A = \frac{I_{100} + I_{001}}{I_{110} + I_{011}}, \quad B = \frac{I_{111}}{I_{110} + I_{011}}, \quad C = \frac{I_{210} + I_{201} + I_{102}}{I_{110} + I_{011}},$$

ahol  $I_{hk\ell}$  a  $/hk\ell/$  Miller indexű reflexió integrált intenzitás értéke.

A táblázatban a koncentráció értékek 20%-os lépésekben változnak.



A II. táblázatban a koncentráció értékek 20%-os lépésekben változnak, tehát példánkban az ebből eredő mérési pontatlanság kb.10% /koncentráció/. Pontosabb eredmény eléréséhez az intenzitáseloszlás igen pontos mérésén kívül szükséges, hogy a koncentráció értékek legalább 5%-os lépésekben történő változtatása mellett ismerjük  $A_i$ ,  $B_i$ ,  $C_i$  intenzitás hányadosokat. Ekkor azonban a lehetséges  $\Phi_i$  vektorok száma már 1771, és a korábbiakban leírt kiértékelési módszert csak számítógéppel lehet elvégezni.

x x

A dolgozatban olyan módszert ismertettünk, melynek segítségével a /Ba,Pb//Ti,Zr/O<sub>3</sub> összetételű kerámiák esetén kétféle közelítésben meg tudjuk határozni a komponens elemek, illetve vegyületek koncentrációit. Korábban ismert hasonló módszerekkel szemben előnye, hogy egyrészt - némi külön számolással ugyan - egyfajta mérési eljáráson belül meg tudjuk határozni a minta szerkezetét is, képet kaphatunk homogenitásáról is; másrészt ugyanakkor ki tudjuk küszöbölni az inhomogenitások okozta mérési hibákat.

#### I r o d a l o m

- [1] F.S.Galasso: Structure, Properties and Preparation of Perovskite-type Compounds; Pergamon, Oxford, 1969.
- [2] L.Varga, A.T.Nagy, T.Görög and E.Lendvay, Collected Abstracts of Second European Cryst. Meeting; p: 99-104, 1974.
- [3] A.J.C.Wilson, Structure Reports; N.V. A. Oosthoek's Uitgevers Mij, Utrecht, 1953.
- [4] N.F.M. Henry, H.Lipson, W.A.Wooster: The Interpretation of X-ray Diffraction Photographs; Macmillan, London, 1960.
- [5] Dr.Konrad Sagel: Tabellen zur Röntgenstrukturanalyse; Springer-Verlag, Berlin, 1958.



A SZEKUNDER ION TÖMEGSPEKTROMETRIA ALKALMAZÁSA  
A VOLFRÁMKUTATÁSBAN

KOZMA László és RIEDEL Miklós<sup>\*x</sup>

APPLICATION OF SECONDARY ION MASS SPECTROMETRY  
IN THE RESEARCH OF TUNGSTEN

The application of secondary ion mass spectrometry /SIMS/ and ion imaging method in surface investigation and in-depth analysis of solids has been reviewed with special attention to the use in tungsten research.

Grain boundary diffusion of Fe and Ni in polycrystalline W at relatively low temperatures was studied by SIMS. These results fit well to those obtained previously by other method. Both the literature and the present work support the application of SIMS in the investigation of tungsten.

Bevezetés

A szilárdtestek fizikai és kémiai tulajdonságainak kutatása, a modern ipari technológia vizsgálati módszerei érzékeny, többféle feladatra is alkalmazható analitikai eszközök kifejlesztését kívánták meg /pl. elektronmikropróba, neutronaktívációs analízis, Mössbauer-spektroszkópia stb./.

A kis koncentrációjú szennyezések és a vékonyrétegek vizsgálata egyre nagyobb jelentőséggel bír. A tömegspektrométeres módszer kis anyag felhasználásával és nagy érzékenységgel megfelelőnek látszik az ilyen irányú kutatásokra. A szilárdtest tömegspektrometriás analízisének egyik új módszere a

<sup>\*x</sup> ELTE, Fizikai Kémiai Tanszék, Budapest



szekunder ion emissziós tömegspektrometria /secondary ion mass spectrometry, továbbiakban SIMS [1,2,3,4]/ lehetővé teszi a tárgy igen kis méretű  $\varnothing \sim 10 \mu$ / vagy tömegű /kb.  $10^{-8}$ - $10^{-15}$  g/ részének mennyiségi és minőségi vizsgálatát, annak ellenére, hogy azt a mátrix hatás és a felület állapotának változása hátrányosan befolyásolja. A detektálandó részecskéket szolgáltató szekunder ionkeltés [5] bonyolult folyamata nem ismeretes minden részletében, de elemi lépéseinek mennyiségi leírásával több irodalmi munka is foglalkozik [6,7,8,9, 10,11].

A SIMS előnye, hogy minden kémiai elem detektálható, esetenként nagy érzékenységgel /ppm-ppb/. A vékonyrétegek összetételének változása meghatározható néhány Å vastagságú szeletek analizise útján. A SIMS egy változatával [12] egyetlen felületi réteg, monolayer is vizsgálható. Megfelelő ionoptikai rendszer [13] felhasználásával lehetőség nyílik arra, hogy a vizsgálati tárgy különböző mélységekben fekvő vékony rétegeinek két dimenziós, tömeganalizált ionképét is előállítsuk.

A SIMS módszer alkalmazási területei volfrámvizsgálatokban

#### a/ Felületi kémiai reakciók vizsgálata

A SIMS módszer alkalmas arra, hogy szilárd-gáz többfázisú reakció kinetikáját vizsgáljuk, mivel a reakció során keletkező termékeket a bombázó ionok a felületről eltávolítják és így azok analizálhatók. A vizsgálat két különböző módon is megvalósítható. Egyrészt úgy, hogy a reakció partner /gáz/ nyomását olyan nagy értéken kell tartani /kb.  $10^{-4}$  torr/, hogy az elporlasztás mellett felületi reakciótermék újra képződhessen, stationer állapotot létrehozva [14].

Másrészt rendkívül kis primer ionáram sűrűséggel  $/10^{-9} \text{ Acm}^{-2}/$  bombázva a felületet, a mintavétel a felületnek igen kis hányadából történik, így annak a reakció által kialakuló vagy kialakult állapota az analízis során nem változik meg [2] [12].



Az irodalom tanúsága szerint a fenti metodikákkal vizsgálták különböző hőmérsékleteken a volfrámfém reakcióját oxigénnel [2] [14] [15] [16] [17]. Tanulmányozták a széntetraklorid [18] és az oxigén [19] reakcióját alkálifémekkel volfrám felületen, és hidrogén [2] adszorpcióját azon.

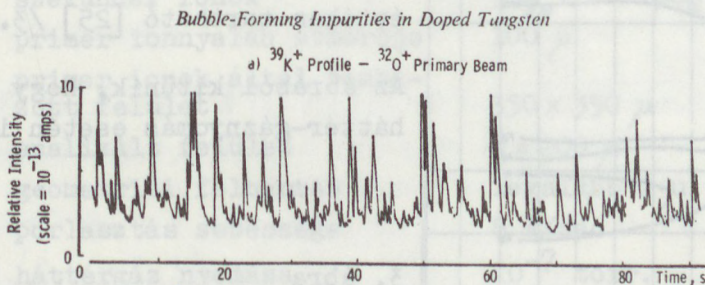
#### b/ Mélységi analízis

A mélységi analízis azon alapszik [4], hogy az ionbombázás során a vizsgált minta felülettel párhuzamos rétegei folyamatosan és ismert sebességgel elporlónak, és ezen rétegek összetételét tömegspektrométerrel határozhatjuk meg. Az elporlasztási idő függvényében mérhető szekunder ionintenzitás kalibrációval koncentráció-felülettől mért távolság összefüggéssé alakítható át.

A SIMS módszer a réteg analízisben nagy mélységi feloldással rendelkezik /néhány  $10 \text{ \AA}$ /, amelyet az anyag eredeti szerkezetének a bombázás miatt bekövetkező megváltozása [20] és a maratás esetleges inhomogenitása [21] korlátoz.

A SIMS-el megvalósítható mélységi analízist főképp a félvezető ipar alkalmazza implantációs és diffúziós úton előállított rétegek vizsgálatára [22], [23].

A volfrám bázisfém és a gyakorlati szempontból fontos adalékanyagainak tanulmányozására nem használták fel a módszert

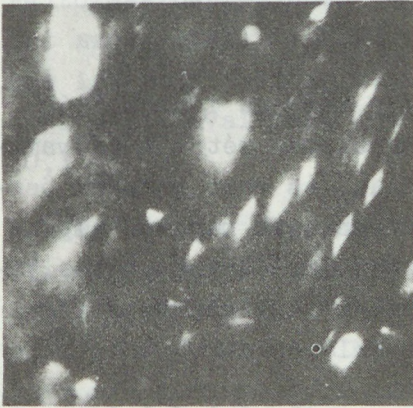


$^{39}\text{K}^+$  ionáram változása dopolt volfrám ionbombázásos maratása során. Sell és mtsai munkája [24]



kiterjedten. Vizsgálták azonban a kálium tartalmú második fázisok eloszlását az ipari úton előállított volfrámfémekben [24] /1.ábra/.

c/ Ion mikroszkópos szerkezetvizsgálat

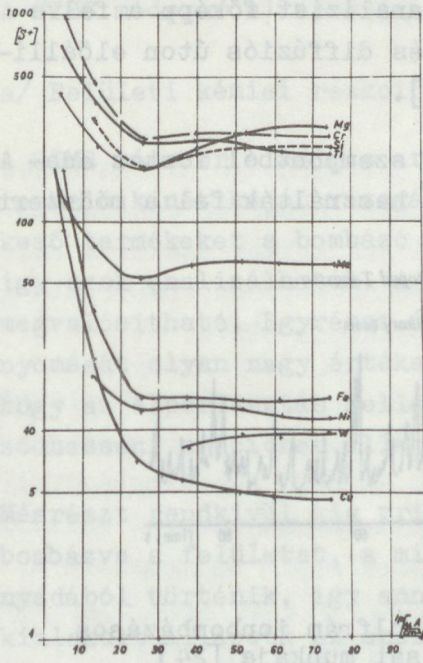


2. ábra

K eloszlása dopolt volfrámfémekben [24] alapján /Sell és mtsai/ Nagytítás: 75x

Az ionmikroszkópos módszer lehetőségét nyújt arra, hogy a minták szerkezetének és idegenanyag eloszlásának inhomogenitását meghatározzuk. A számos geológiai és fémkohászati alkalmazás mellett meg kell említeni, hogy ezzel a módszerrel közvetlenül ki lehetett mutatni a káliumbuborékok jelenlétét dopolt volfrámfémekben [24] /2.ábra/.

SIMS módszerek alkalmazása polikristályos volfrámban történő diffúzió vizsgálatára



Tanulmányoztuk azokat a kísérleti körülményeket, amelyeknél a diffúziós vizsgálatok során felhasznált fémek /volfrám, vas, nikkel/ Al fémre vonatkoztatott relatív szekunder ionemissziója állandó értéken tartható [25] /3.ábra/.

Az ábrából kitűnik, hogy közepes háttér-gáznyomás esetén is

3. ábra

Különböző fémek relatív ionárama  $I_p$  a primer ionáram sűrűségének  $i_p$  függvényében



$10^{-6}$  torr/, kellően nagy primer ionáramnál a fenti feltétel teljesül.

Az igen alacsony hőmérsékleten  $T < 1700$  K/ és kivárható ideig /néhány 10 óra/ tartó diffúziós hőkezelés során a volfrám fémbe rendkívül kis behatolás következik be. Ezt az 1000-2000 Å-ig terjedő mélységet a szokásos mintafeldolgozási módszerekkel /maradó aktivitás mérése, szeletelés, autordiográfia/ nem lehetséges analizálni. Az 50 Å mélységi feloldást biztosító SIMS módszert, amelyet a volfrám diffúziós jelenségek vizsgálatára még nem alkalmaztak, sikeresen használtuk a szemcsehatár diffúziós profilok megállapítására [26].

A diffúziós vizsgálatainkhoz szintereléssel, majd kovácsozással előállított polikristályos volfrámfémet használtunk fel, amelynek átlagos szemcsemérete kb.  $100 \mu$ . A diffundáló anyagok a volfrámra vékony rétegben felvitt vas és nikkelfémek voltak. A hőkezelést hidrogén atmoszférában állandó hőmérsékleteken /1218-1723 K között több értéken/, különböző ideig /5 min. - 15 óra/ végeztük.

A vas diffúziós mintákat a CAMECA IMS 300 ionmikroszkóppal [27] dolgoztuk fel, meghatározva a mélységi koncentrációeloszlást és különböző mélységekben felvéve a kétdimenziós ionképeket /4. ábra/. A készülék paraméterei a következők voltak:

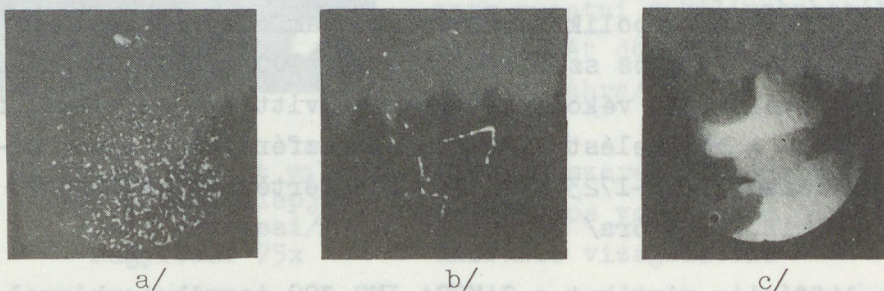
primer ion	$O_2^+$
szekunder ionok	$56_{Fe}^+$ és $186_{W}^+$
primer ionnyaláb átmérője	$100 \mu$
primer ionok által bombázott felület	$350 \times 350 \mu$
analizált felület	$\varnothing = 200 \mu$
geometriai felbontás	legalább $2 \mu$
porlasztás sebessége	$8 \text{ \AA}/\text{sec}$
és a háttérgáz nyomása	$10^{-7}$ torr.



A nikkel diffúziós koncentrácioprofilokat az Atomika GmbH A-DIDA típusú SIMS készülékével [28] határoztuk meg, a következő paraméterek mellett:

primer ion	$\text{Ar}^+$
szekunder ionok	$58_{\text{N}}^+$ és $186_{\text{W}}^+$
primer ionnyaláb átmérője a céltárgyon	3 mm
porlasztás sebessége	$1,5 \text{ \AA}/\text{sec}$
és a háttérgáz nyomása	$10^{-8}$ torr

A különböző mélységekben felvett vas diffúziós ionképek alapján megállapítható, hogy az anyag behatolása a szemcsehatárookra korlátozódik /4. ábra/.



4. ábra

Polikristályos volfrámfémekben történt vas-diffúzió ion képei

- a/  $\text{Fe-56}^+$  eloszlása a felületen / $y=0$ /
- b/  $\text{Fe-56}^+$  eloszlása  $y = 1450 \text{ \AA}$  mélységben
- c/  $\text{W-186}^+$

Az ionképek  $\varnothing = 200 \mu$  felületről származnak.

Az egyes minták diffúziós profilját  $50 \text{ \AA}$  lépésekben  $2000 \text{ \AA}$ -ig terjedőben vettük fel. A mélységi adatokat a porlasztási sebesség ismeretében lehetett meghatározni. Az 5. ábrán néhány vas és nikkel diffúziós profilt tüntetünk fel /5. ábra/.

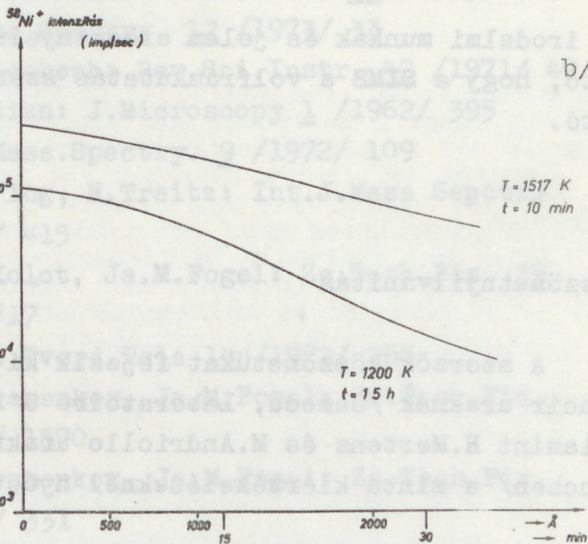
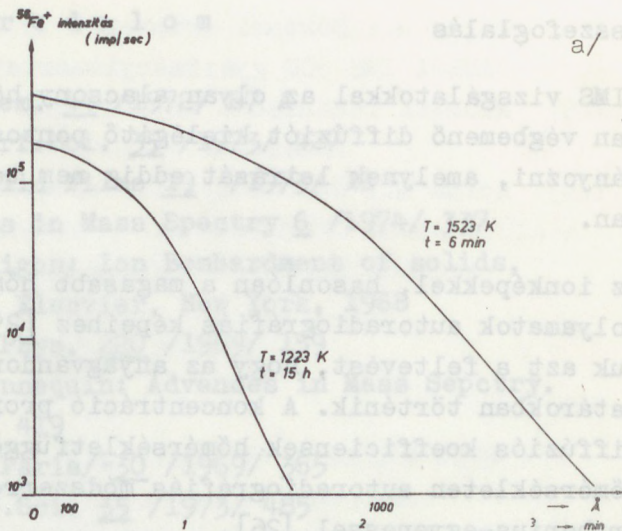
A szemcsehatár diffúziós folyamatok mennyiségi leírását és az ennek alapján kiszámított adatokat részletesen más munkában ismertetjük [26].



5. ábra

a/ Vas, és

b/ nikkel diffúziós  
profiljai poli-  
kristályos  
volfrámban



A különböző hőmérsékleteken végbe-  
ment diffúziós fo-  
lyamatok koeffi-  
ciensei követik az  
Arrhenius-féle hő-  
mérsékletfüggést,  
vas esetén

$$D/\text{cm}^2\text{sec}^{-1}/ = (0,18 \pm 0,11) \cdot \exp \left[ \frac{77400 \pm 3700}{RT} \right]$$

/20 pontból meghatározva/

nikkel esetén

$$D = (0,4 \pm 0,5) \cdot \exp \left[ \frac{71000 \pm 14000}{RT} \right]$$

/4 pontból meghatározva/



## Összefoglalás

SIMS vizsgálatokkal az olyan alacsony hőmérsékleti tartományban végbemenő diffúziót kielégítő pontossággal tudtuk tanulmányozni, amelynek leírását eddig nem találtuk az irodalomban.

Az ionképekkel, hasonlóan a magasabb hőmérsékleten végbement folyamatok autoradiográfiás képeihez [29], bizonyítani tudjuk azt a feltevést, hogy az anyagvándorlás csak a szemcsehatárokon történik. A koncentráció profilokból kiszámított diffúziós koefficiensek hőmérsékletfüggése azonos a magasabb hőmérsékleten autoradiográfiás módszerrel meghatározott Arrhenius-egyenessel [26].

Az irodalmi munkák és jelen eredményeink alapján megállapítható, hogy a SIMS a volfrámkutatás számos területén alkalmazható.

## Köszönetnyilvánítás

A szerzők köszönetüket fejezik ki J.M.Gourgout és J.P. Lenoir uraknak /Comeca, Laboratoire d'Application, Paris/, valamint H.Mertens és M.Andriollo uraknak /Atomika GmbH, München/ a minta kiértékeléseknél nyújtott segítségükért.



- [1] C.A.Evans: Anal.Chem. 44 /1972/ 67 A
- [2] A.Benninghoven: Surf.Sci. 35 /1973/ 427
- [3] C.A.Evans: Thin Solid Films 19 /1973/ 11
- [4] R.E.Honig: Advances in Mass Spectry 6 /1974/ 337
- [5] G.Carter, J.S.Colligon: Ion Bombardment of solids,  
American Elsevier, New York, 1968
- [6] A.Benninghoven: Z.Phys. 220 /1969/ 159
- [7] R.Castaing, J-F.Hennequin: Advances in Mass Sepctry.  
5 /1971/ 419
- [8] P.Joyes: J.Phys. /Paris/ \*30 /1969/ 365
- [9] J.M.Schroerer: Surf.Sci. 35 /1973/ 485
- [10] C.A.Andersen, J.R.Hinthorne: Anal.Chem. 45 /1973/ 1421
- [11] Z.Jurela: Int.J.Mass Spectry. 12 /1973/ 33
- [12] A.Benninghoven, E.Loebach: Rev.Sci.Instr. 42 /1971/ 49
- [13] R.Castaing, G.Slodzian: J.Microscopy 1 /1962/ 395
- [14] Ja.M.Fogel: Int.J.Mass.Spectry. 9 /1972/ 109
- [15] A.Benninghoven, C.Plog, N.Treitz: Int.J.Mass Sepctry  
13 /1974/ 415
- [16] V.F.Ribalko, V.Ja.Kolot, Ja.M.Fogel: Zs.Tech.Fiz. 39  
/1969/ 1717
- [17] Ja.P.Zingerman: Fiz.Tverd.Tela 14 /1972/ 285
- [18] L.P.Rekova, A.D.Abramenkov, Ja.M.Fogel: Zs.Tech.Fiz.  
38 /1968/ 1570
- [19] L.P.Rekova, A.D.Abramenkov, Ja.M.Fogel: Zs.Tech.Fiz.  
38 /1968/ 331
- [20] F.G.Rüdenauer: Int.J.Mass Spectry 6 /1971/ 309
- [21] A.J.Socha: Surf.Sci. 25 /1971/ 147
- [22] M.Corset: J.Radioanal.Chem. 12 /1972/ 69
- [23] B.Blanchard, J.Hilleret, J.Monnier: Mater.Res.Bull. 6  
/1971/ 1283
- [24] H.G.Sell, D.F.Stein, R.Stickler, A.Joshi, E.Berkey:  
J.Inst.Metals 100 /1972/ 275
- [25] Riedel M., B.Perovic: Magy.Kém.Folyóirat  
/megjelenés alatt/



[26] Kozma I.: Doktori értekezés 1974. Budapest

[27] CAMECA IMS 300 gyártmányismertető, 1972.

[28] ATOMIKA Technische Physik GmbH A-DIDA gyártmány-  
ismertető 1973

[29] Kozma L., Bartha I.: Isotopenpraxis 9 /1973/ 203.

[1] A. Benninghoven: Surf. Sci. 30 (1971) 337

[2] G. Carter, J. S. Collinson: Ion Bombardment of Solids  
American Elsevier, New York, 1968

[3] A. Benninghoven: Z. Phys. 250 (1968) 159

[4] R. E. Honig: Advances in Mass Spectry 6 (1974) 337

[5] R. G. Carter, J. S. Collinson: Ion Bombardment of Solids  
American Elsevier, New York, 1968

[6] A. Benninghoven: Z. Phys. 250 (1968) 159

[7] R. G. Carter, J. S. Collinson: Ion Bombardment of Solids  
American Elsevier, New York, 1968

[8] P. Jovan, J. Phys. (Paris) 30 (1969) 365

[9] J. M. Schreier: Surf. Sci. 35 (1971) 455

[10] C. A. Andersen, J. R. Hirthorne: Anal. Chem. 45 (1973) 1451

[11] J. M. Schreier: Int. J. Mass Spectry 15 (1975) 35

[12] A. Benninghoven, E. Leisch: Rev. Sci. Instr. 48 (1977) 49

[13] R. G. Carter, G. Bidalian: J. Microscopy 1 (1962) 395

[14] J. M. Fogel: Int. J. Mass Spectry 9 (1972) 109

[15] A. Benninghoven, G. Plog, M. Treiter: Int. J. Mass Spectry  
15 (1974) 415

[16] V. F. Ribaliko, V. Ja. Kolot, Ja. M. Fogel: Za. Tech. Fiz. 49 (1973) 1717

[17] G. P. Zingerman: Fiz. Tverd. Tela 16 (1974) 285

[18] J. P. Barava, A. D. Abramov: Ja. M. Fogel: Za. Tech. Fiz. 49 (1973) 1717

[19] J. P. Barava, A. D. Abramov: Ja. M. Fogel: Za. Tech. Fiz. 49 (1973) 1717

[20] F. G. Röhmann: Int. J. Mass Spectry 6 (1971) 309

[21] A. J. Socha: Surf. Sci. 25 (1971) 147

[22] M. Cornet: J. Radioanal. Chem. 12 (1972) 69

[23] B. Blanchard, J. Hiffert, J. Monnier: Mater. Res. Bull. 6  
1971 1283

[24] H. G. Sell, D. F. Stein, R. Stokler, A. Jochi, E. Berkey:  
J. Inst. Metals 100 (1972) 275

[25] Riedel M., B. Petrovic: Magy. Kem. Folyóirat  
1972 1283



INHOMOGEN KERESZTMETSZETŰ, NEM KEMÉNYEDŐ MINTA NYÚLÁSA.

ALKALMAZÁS 0,6 mm ÁTMÉRŐJŰ VOLFRÁM HUZALRA

NAGY T. Attila

ELONGATION OF A NON-HARDENING SPECIMEN WITH  
INHOMOGENEOUS CROSS-SECTIONAL AREA.

AN APPLICATION FOR TUNGSTEN WIRES

0.6 mm IN DIAMETER

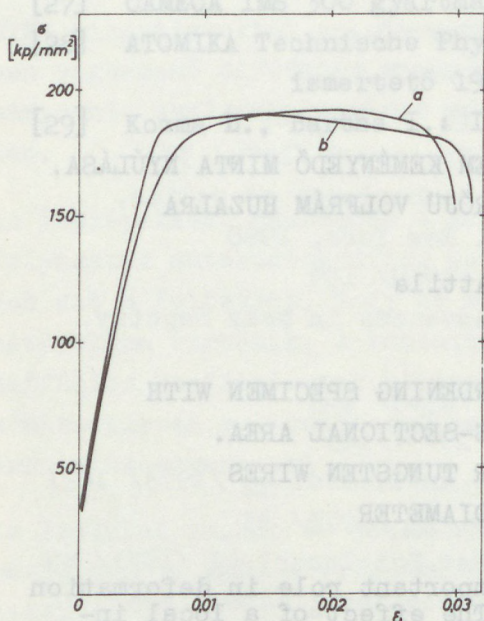
Inhomogenities play an important role in deformation of non-hardening wires. The effect of a local inhomogeneity in the cross-sectional area on the elongation is discussed for tungsten wires. The maximal elongation depends also on the strain rate sensitivity of the flow stress which has been measured by different methods. Measurements of diameters and local elongations by light microscope do not preclude the possibility that the elongation of tungsten wires is controlled by the inhomogenities in the cross-sectional area.

## I. Bevezetés

A dolgozatban a 0,6 mm átmérőjű, húzott volfrám huzalok jellegzetes szakítódiagramjának értelmezését kíséreljük meg. A szakítódiagramok két csoportba oszthatók. Az egyik csoportba azok a diagramok tartoznak, melyeknél a plasztikus deformáció függvényében mért és az egyenletes keresztmetszetcsökkenésre korrigált valódi feszültség hosszú platóval rendelkezik /1. ábra a görbéje/. A gyakrabban előforduló másik csoportra az jellemző, hogy a valódi feszültség a plasztikus deformáció egy jelentős tartományában egyenletesen csökken /1. ábra, b görbe/.



Mindkét diagram lényegesen különbözik a hőkezelt anyagok jól



1. ábra

0,6 mm átmérőjű volfrám huzal jellegzetes szakítódiagramjai. A szakítódiagramok többsége a b jelű görbéhez hasonlít

lításviszonyokat a deformáció későbbi szakaszaiban. Felteszszük, hogy a folyásfeszültség független a deformációtól, és csak a deformációsebességtől függ. /Ideálisan képlékeny anyag./

A II. fejezetben megvizsgáljuk a lokális keresztmetszetcsökkenés hatását, és meghatározzuk az inhomogén keresztmetszetű huzal megnyúlását egy egyszerű modell segítségével. A III. fejezet a deformációsebességtől függő folyásfeszültség mérésével foglalkozik. A IV. részben az inhomogenitások direkt kimutatására tett próbálkozásainkat mutatja be. Az eredményeket az V. fejezetben diszkutáljuk, ahol megkíséreljük értelmezni az 1.b ábrához hasonló szakítódiagramokat is.

ismert szakítódiagramjaitól, melyeknél a plasztikus deformáció tartományának legnagyobb részében a folyásfeszültség monoton nő, az anyag felkeményedik. A felkeményedés stabilizálja a plasztikus folyást, ugyanis, ha a keresztmetszet valahol lokálisan lecsökken, az ide koncentrálódó deformáció helyi felkeményedést okoz, aminek eredményeképpen a deformáció a minta más tartományaira is tovaterjed.

Az 1. ábrán látható, hogy a volfrám huzalokat a keményedési mechanizmus csak a deformáció első szakaszában stabilizálhatja. Jelen munkánk célja, hogy megvizsgálja a stabi-

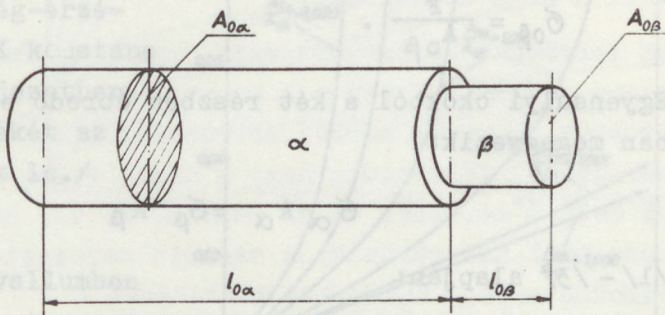


## II. Inhomogén keresztmetszetű, ideálisan képlékeny anyag deformációja

Vizsgáljuk meg egy inhomogén keresztmetszetű minta deformációját abban az esetben, ha a folyásfeszültség csak a deformáció sebességétől függ, de a deformációtól független.

A keresztmetszet inhomogenitásának hatását egy leegyszerűsített modellen tárgyaljuk. A mintát

gondolatban két részből tesszük össze /2. ábra/: egy  $l_{0\alpha}$  hosszúságú, egyenletes  $A_{0\alpha}$  keresztmetszetű, és egy  $l_{0\beta}$  hosszúságú,  $A_{0\beta}$  keresztmetszetű



2. ábra

Az inhomogén keresztmetszetű minta modellje

darabból. Jelöljük

az előzőt  $\alpha$ -val, az utóbbit  $\beta$ -val. Feltesszük, hogy  $l_{0\alpha} \gg l_{0\beta}$ . Erre a feltevésre azért van szükségünk, hogy az  $\alpha$  rész deformációsebességét végig konstansnak vehessük.

A deformáció során a térfogat nem változik. Ennek felhasználásával könnyen megmutatható, hogy

$$A_{\alpha} = \frac{A_{0\alpha}}{1 + \varepsilon_{\alpha}},$$

ahol  $A_{\alpha}$  az  $\alpha$  rész pillanatnyi keresztmetszete,

$\varepsilon_{\alpha}$  a megfelelő mérnöki nyúlás.

Jelöljük  $\sigma_{\alpha}$ -val az  $\alpha$  részben ébredő pillanatnyi valódi feszültséget. Ekkor

$$\sigma_{\alpha} = \sigma_{0\alpha} (1 + \varepsilon_{\alpha}) \quad /1/$$

ahol  $\sigma_{0\alpha} = \frac{F}{A_{0\alpha}}$ ,

ahol  $F$  a szakítógépen mért erő pillanatnyi értéke.



Hasonlóképpen:

$$A_{\beta} = \frac{A_{0\beta}}{1 + \varepsilon_{\beta}},$$

$$\sigma_{\beta} = \sigma_{0\beta}(1 + \varepsilon_{\beta}) \quad /2/$$

ahol  $A_{\beta}$  a  $\beta$  rész pillanatnyi keresztmetszete,

$\varepsilon_{\beta}$  a  $\beta$  rész mérnöki nyúlása,

$$\sigma_{0\beta} = \frac{F}{A_{0\beta}}.$$

Egyensúlyi okokból a két részben ébredő erő minden pillanatban megegyezik:

$$\sigma_{\alpha} A_{\alpha} = \sigma_{\beta} A_{\beta} \quad /3/$$

/1/ - /3/ alapján:

$$\sigma_{\beta} - \sigma_{\alpha} = \sigma_{0\alpha} \frac{A_{0\alpha}}{A_{0\beta}} (1 + \varepsilon_{\beta}) - \sigma_{0\alpha} (1 + \varepsilon_{\alpha}) \quad /4/$$

Termikusan aktivált diszlokációmozgás esetén a folyásfeszültség a deformációsebesség logaritmusával arányos, így

$$\sigma_{\beta} - \sigma_{\alpha} = K \log \frac{\dot{\varepsilon}_{\beta}}{\dot{\varepsilon}_{\alpha}} \quad /5/$$

/4/ és /5/ jobboldalait egyenlővé téve és átrendezve, kapjuk:

$$\dot{\varepsilon}_{\beta} = B \dot{\varepsilon}_{\alpha} \exp \frac{\sigma_{0\alpha}}{K} \left( \frac{A_{0\alpha}}{A_{0\beta}} \varepsilon_{\beta} - \varepsilon_{\alpha} \right) \quad /6/$$

ahol

$$B = \exp \frac{\sigma_{0\alpha}}{K} \left( \frac{A_{0\alpha}}{A_{0\beta}} - 1 \right).$$

A differenciálegyenletet integrálva, felhasználva, hogy

$$\varepsilon_{\alpha} = \dot{\varepsilon}_{\alpha} \cdot t,$$

ahol  $\dot{\varepsilon}_{\alpha}$  = konstans, kapjuk:

$$\varepsilon_{\beta} = - \frac{K}{\sigma_{0\alpha}} \frac{A_{0\beta}}{A_{0\alpha}} \log \left\{ 1 + \frac{A_{0\alpha}}{A_{0\beta}} B \left[ \exp \left( - \frac{\sigma_{0\alpha}}{K} \varepsilon_{\alpha} \right) - 1 \right] \right\} \quad /7/$$



A 3. ábrán ábrázoltuk  $\epsilon_\beta$ -t  $\epsilon_\alpha$  függvényében különböző  $\frac{A_{0\alpha}}{A_{0\beta}}$  paraméterek esetén. A számolásnál felhasznált egyéb numerikus értékek:

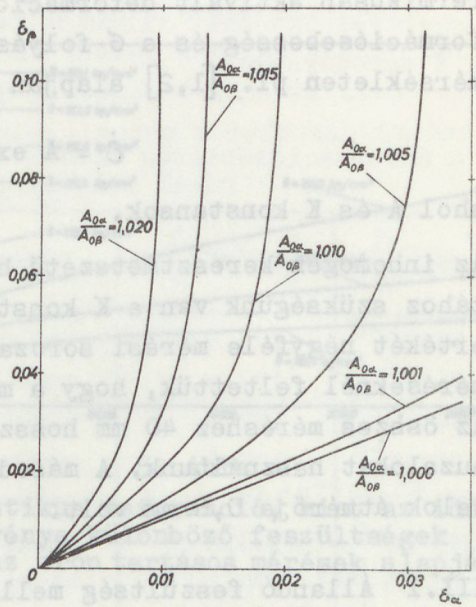
$$K = 4 \text{ kp/mm}^2,$$

$$\sigma_{0\alpha} = 192 \text{ kp/mm}^2.$$

/A deformációsebesség-érzékenységet kifejező K konstans méréséről a III. fejezetben lesz szó,  $\sigma_{0\alpha}$  értékét az 1.a ábráról olvastuk le./

A számolást csak a  $0 \leq \epsilon_\alpha \leq 0.03$  intervallumban végeztük el, mivel a tapasztalat szerint az általunk vizsgált 0,6 mm átmérőjű huzalok a szakítóvizsgálat során szakadásig 3% körüli plasztikus alakváltozást viselnek el.

Látható, hogy a keresztmetszet 0,1%-nál kisebb inhomogenitása nem katasztrofális: a vékonyabb rész alig szenved nagyobb deformációt, mint a minta többi része. Ha a lokális keresztmetszetcsökkenés eléri a 0,5%-ot, akkor a szakadás itt következik be a minta többi részének kb. 3%-os deformációja után. Ennél nagyobb inhomogenitással rendelkező huzal pedig nem visel el 3%-os plasztikus deformációt.



3. ábra

Az inhomogén keresztmetszetű minta vékonyabb részének  $\epsilon_\beta$  deformációja a minta többi részének  $\epsilon_\alpha$  deformációjának függvényében különböző mértékű inhomogenitások esetén. A görbék számolásához a 0,6 mm átmérőjű volfrámhuzalokon mért plasztikus mérőszámokat használtuk fel



### III. A folyásfeszültség függése a deformációsebességtől

Termikusan aktivált deformációs mechanizmus esetén az  $\dot{\epsilon}$  deformációsebesség és a  $\sigma$  folyásfeszültség között rögzített hőmérsékleten pl. [1,2] alapján a következő összefüggés van:

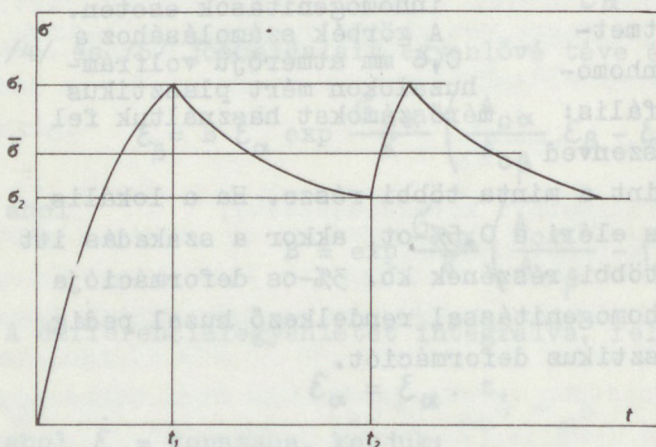
$$\dot{\epsilon} = A \exp \frac{\sigma}{K} \quad /8/$$

ahol A és K konstansok.

Az inhomogén keresztmetszetű huzal deformációjának vizsgálatához szükségünk van a K konstans ismeretére. A K konstans értékét négyféle mérési sorozatból határoztuk meg. Ezeknél a méréseknél feltettük, hogy a minta homogén keresztmetszetű. Az összes méréshez 40 mm hosszú, K, Al, Si-mal dopolt volfrám huzalokat használtunk. A második sorozattól eltekintve a huzalok átmérője 0,6 mm volt.

#### III.1 Állandó feszültség mellett mért deformációsebesség /Szobahőmérsékletű creep kísérlet/

A creep kísérlet ideális megvalósítása az lenne, ha a mintára egy konstans terhelést akasztanánk, és mérnénk a megnyúlást mint az idő függvényét. Ezt az elrendezést szakítógépen



4. ábra

A feszültség változása az idő függvényében az erőn tartásos méréseknél

csak közelítőleg tudtuk megvalósítani. A keresztfej tehetetlensége miatt a feszültség egy átlagos  $\bar{\sigma}$  érték körül ingadozott /4. ábra/. A beállított  $\sigma_2$  értéknél a szakítógép kikapcsolt, de a keresztfej - tehetetlensége miatt - egy ideig még tovább mozgott. Ez idő alatt a feszültség  $\sigma_1$ -re



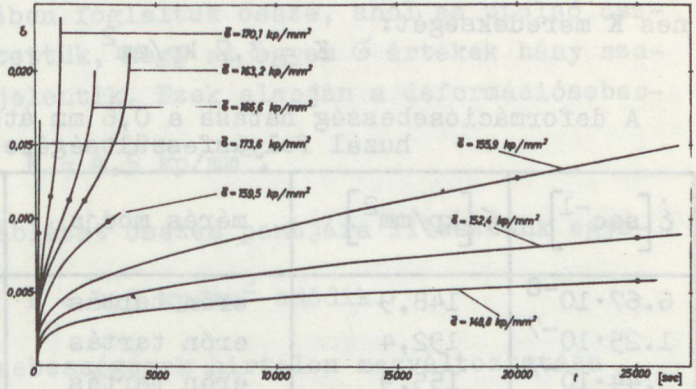
nőtt. A keresztfej addig maradt nyugalomban, amíg a feszültség a relaxáció miatt ismét  $\bar{\sigma}_2$ -re csökkent. Megállapítottuk, hogy 15 ilyen ciklus felel meg 0,1 mm-es deformációnak.

Az 5. ábrán az idő függvényében ábrázoltuk a deformáció pillanatnyi értékét különböző  $\bar{\sigma}$  feszültségek esetén. A  $\bar{\sigma}$  értékét a

$$\bar{\sigma} = \frac{1}{t_2 - t_1} \int_{t_1}^{t_2} \sigma(t) dt$$

képlet definiálja.

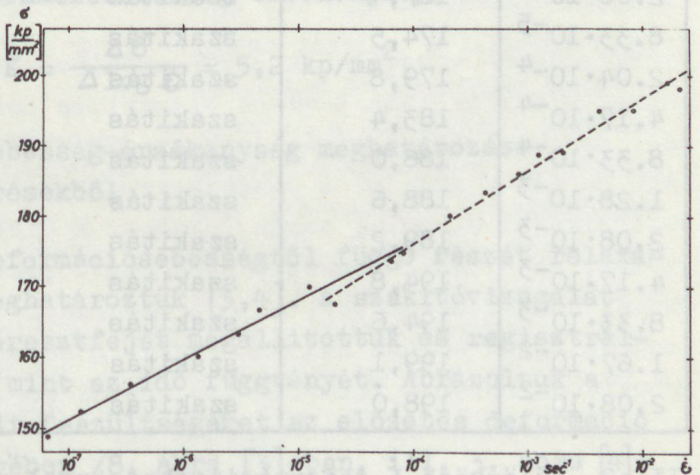
Az 5. ábrán megjelöltük azokat a pontokat, ahol a  $\bar{\sigma}$  értékét meghatároztuk. Ezt a pontot az egyes görbék állandó meredekségű szakaszán választottuk meg. Meghatározva ezt a meredekséget /az  $\dot{\epsilon}$  deformációsebességet/, ábrázoltuk a  $\log \dot{\epsilon} - \bar{\sigma}$  összefüggést /6 ábra, kihúzott vonal/.



5. ábra

A plasztikus deformáció, mint az idő függvénye különböző feszültségek esetén, az erőn tartásos mérések alapján

/9/



6. ábra

A deformációsebesség és a folyásfeszültség összefüggése

- a/ /kihúzott vonallal összekötött pontok/: erőn tartásos mérésekből
- b/ /szaggatott vonallal összekötött körök/: normál szakitódiagramok alapján



A megfelelő értékeket táblázatban is összefoglaltuk /a táblázat első része/. Az egyes pontokhoz a legkisebb négyzetek módszerével egyenest illesztettünk, és meghatároztuk az egyenes K meredekségét:

$$K = 3,7 \text{ kp/mm}^2$$

A deformációsebesség hatása a 0,6 mm átmérőjű volfrám huzal folyásfeszültségére

$\dot{\epsilon}$ [sec <sup>-1</sup> ]	$\sigma$ [kp/mm <sup>2</sup> ]	mérés módja	hány mérés átlaga szerepel a táblázatban
$6.67 \cdot 10^{-8}$	148,9	erőn tartás	1
$1.25 \cdot 10^{-7}$	152,4	erőn tartás	1
$3.44 \cdot 10^{-7}$	155,9	erőn tartás	1
$1.34 \cdot 10^{-6}$	159,5	erőn tartás	1
$3.00 \cdot 10^{-6}$	163,2	erőn tartás	1
$4.56 \cdot 10^{-6}$	166,6	erőn tartás	1
$1.27 \cdot 10^{-5}$	170,1	erőn tartás	1
$6.33 \cdot 10^{-5}$	173,6	erőn tartás	1
$2.08 \cdot 10^{-5}$	167,4	szakítás	1
$8.33 \cdot 10^{-5}$	174,5	szakítás	4
$2.04 \cdot 10^{-4}$	179,8	szakítás	7
$4.17 \cdot 10^{-4}$	183,4	szakítás	5
$8.33 \cdot 10^{-4}$	186,0	szakítás	13
$1.28 \cdot 10^{-3}$	188,6	szakítás	4
$2.08 \cdot 10^{-3}$	189,2	szakítás	24
$4.17 \cdot 10^{-3}$	194,8	szakítás	12
$8.33 \cdot 10^{-3}$	194,6	szakítás	2
$1.67 \cdot 10^{-2}$	199,1	szakítás	3
$2.08 \cdot 10^{-2}$	198,0	szakítás	5

### III.2 Különböző $\dot{\epsilon}$ deformációsebességgel végzett szakítások

Normál szakítóvizsgálatokból is meghatároztuk a deformációsebesség-érzékenységet. Számos 0,6 mm átmérőjű, különböző hosszúságú volfrámhuzalt szakítottunk el különböző keresztfejsébségekkel. Az így megvalósított deformációsebességek a  $2.08 \cdot 10^{-5} \text{ sec}^{-1}$ -től a  $2.08 \cdot 10^{-2} \text{ sec}^{-1}$ -ig terjedő tartományt



ölelték fel. Minden egyes szakitódigrammról leolvastuk a maximális feszültséget. Az összetartozó értékeket a 6. ábrán ábrázoltuk /szaggatott vonallal összekötött pontok/, és a táblázat második felében foglaltuk össze, ahol az utolsó oszlopban azt is feltüntettük, hogy az egyes  $\sigma$  értékek hány szakitódigram átlagát jelentik. Ezek alapján a deformációsebesség-érzékenység:

$$K = 4,5 \text{ kp/mm}^2.$$

Ha az ábra, ill. a táblázat összes pontjára illesztünk egyenest, ebből:

$$K = 4,0 \text{ kp/mm}^2 \text{ adódik.}$$

### III.3 A keresztfej sebességének hirtelen megváltoztatása a szakítás folyamán

$l_0 = 200$  mm-es hosszúságú huzalt először  $\dot{\epsilon}_1 = 4.17 \cdot 10^{-4} \text{ sec}^{-1}$  sebességgel deformáltunk /keresztfejsebesség  $0,5$  cm/perc/, majd a deformációsebességet hirtelen tizszeresére növeltük. A sebességváltás hatására a folyásfeszültség  $12 \text{ kp/mm}^2$ -tel nőtt meg. A megfelelő deformációsebesség-érzékenység:

$$K = \frac{\Delta \sigma}{\Delta \log \dot{\epsilon}} = 5,2 \text{ kp/mm}^2.$$

### III.4 A deformációsebesség-érzékenység meghatározása relaxációs mérésekből

A folyásfeszültség deformációsebességtől függő részét relaxációs mérésekből is meghatároztuk [3,4]. A szakitóvizsgálat alatt a szakítógépi keresztfejét megállítottuk és regisztráltuk a csökkenő erőt, mint az idő függvényét. Ábrázoltuk a 300 sec alatt relaxált feszültségeket az előzetes deformáció sebességének függvényében /8. ábra [3]-ban, ill. 3. ábra [4]-ben/. Az ábrából meghatározható a deformációsebesség-érzékenység:

$$K = \frac{\partial \sigma_{\text{rel}/300/}}{\partial \log \dot{\epsilon}} = 5,2 \text{ kp/mm}^2.$$

Relaxációs mérésekből a  $K$  értékét másképpen is meghatározhatjuk. Megmutatható, hogy feszültségrelaxáció közben a fe-



szültség az idő logaritmusának függvényében szintén  $K$  meredekségű egyenest ad [3].

Egy 0,6 mm átmérőjű, 40 mm hosszú huzalt  $\varepsilon = 2,08 \cdot 10^{-3} \text{ sec}^{-1}$  sebességgel meghúztunk, majd a keresztfejet megállítottuk. A csökkenő feszültséget az idő logaritmusának függvényében ábráztuk. /Lásd a 7. ábrát [3]-ban, ill. az 1. ábrát [4]-ben./

Az egyenes meredeksége:

$$K = - \frac{\partial \sigma(t)}{\partial \log t} = 4,9 \text{ kp/mm}^2 \text{ volt.}$$

A különböző módszerekkel mért  $K$  értékek között levő különbségek még magyarázatra szorulnak. Az inhomogén keresztmetszet hatásának vizsgálatára a leginkább hasonló kísérleti körülményekkel jellemezhető erőn tartásos és normál szakítási kísérletekből meghatározott  $K = 4,0 \text{ kp/mm}^2$ -es értéket használjuk fel.

#### IV. A deformáció egyenletességének kísérleti vizsgálata

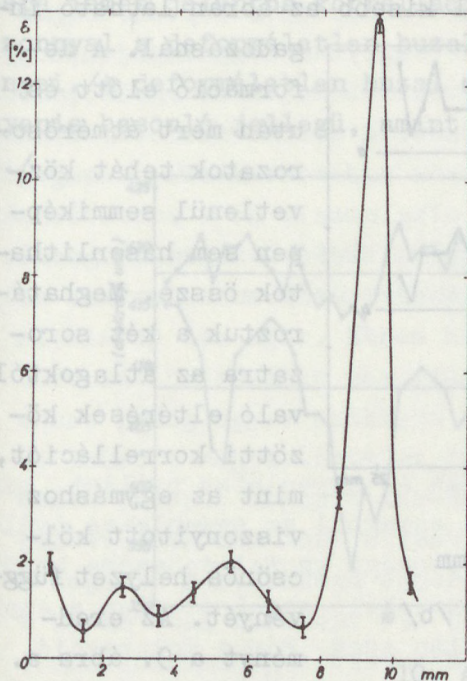
Szakítógépes vizsgálatok során az általunk vizsgált volfrám huzalok maximálisan 3-4%-os plasztikus deformációt viseltek el. Ennek a kis deformációnak az egyenletességét a huzal hossza mentén vizsgálni a rendelkezésünkre álló fénymikroszkópos technikával aránylag nehéz feladat. A direkt mérés az lett volna, ha a huzal hossza mentén adott pontokban megmérjük a huzal keresztmetszetét, majd a deformáció után ugyanezen pontokban újabb mérést hajtottunk végre. A mérési hiba miatt ezt a programot ebben a formában nem tudtuk végrehajtani. Helyette a következő két mérést végeztük el.

##### IV.1 Félbecsiszolt huzalok megnyúlásainak mérése fénymikroszkópos felvételeken

0,6 mm átmérőjű hosszirányban félbecsiszolt volfrám huzal középső szakaszán kb. 1 cm-es darabot elektropolirozással kissé elvékonyítottunk. A sík lapot 600-as polirpapírral több helyen enyhén megkarcoltuk. Erről a részről fénymikroszkópos



felvételeket készítettünk. Ezután a mintát szakítógépen alacsony deformáció-sebességgel kontrakcióig alakítottuk, majd újból lefényképeztük. Az összetartozó felvételeken jól azonosítható pontokat kerestünk.



7. ábra

Kontrakcióig alakított minta nyúlása a hely függvényében a deformáció előtt és után készült mikroszkópos felvételek összehasonlítása alapján

kivül észlelt ingadozásai nagyobbak a mérés hibájánál. Igen kézenfekvő arra gondolni, hogy a nagyobb nyúlású részeknél a minta némileg vékonyabb volt, mint ott, ahol a nyúlás az átlagos értéknél kisebb.

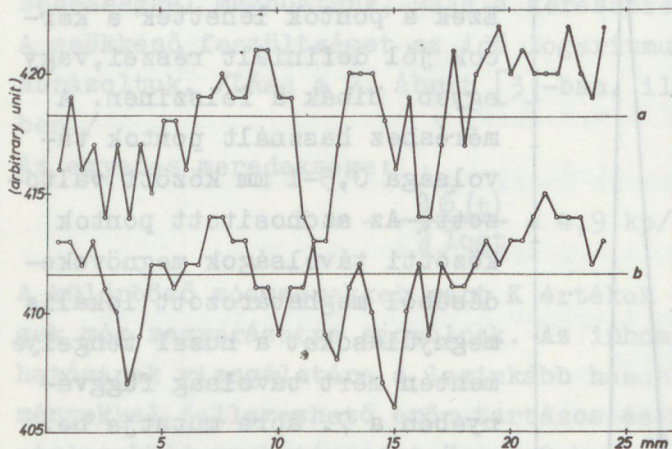
#### IV.2 A huzalátmérő egyenletességének vizsgálata deformáció előtt és után

Kb. 70 mm hosszúságú, 0,6 mm átmérőjű huzalra 3 jelet vittünk fel, egymástól kb. 25-25 mm távolságra. A jelek között 0,5 mm-enként fénymikroszkóppal megmértük a huzal átmérőjét. A min-

sítható pontokat kerestünk. Ezek a pontok lehetnek a karcok jól definiált részei, vagy egyéb hibák a felszínen. A méréshez használt pontok távolsága 0,5-1 mm között változott. Az azonosított pontok közötti távolságok megnövekedéséből meghatározott lokális megnyúlásokat a huzal tengelymentén mért távolság függvényében a 7. ábra mutatja be. A nagy csúcs a kontrakciós hely megnyúlása. A feltüntetett 13%-os lokális megnyúlást egy kb. 0,5 mm-es bázistávolságon mértük. A lokális megnyúlások átlagértéke közel egyenlő a polírozott minták szakítódiagramjából közvetlenül leolvasható átlagértékekkel [5]. A lokális megnyúlásnak a kontrakciós tartományon



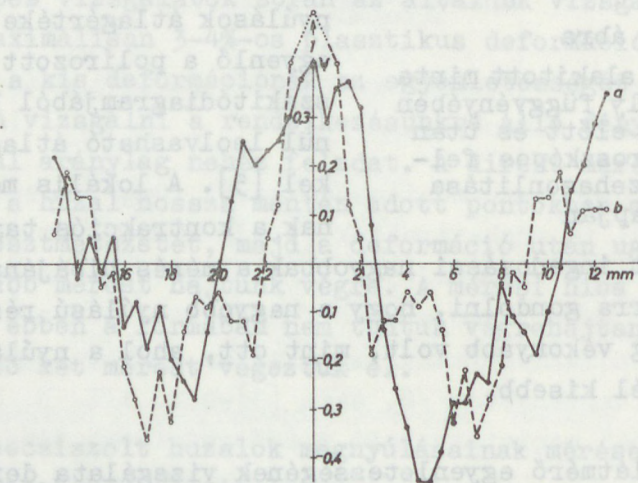
tát szakítógéppel elszakítottuk, majd az átmérőméréseket megismételtük. Az eredményeket a 8. ábrán tüntettük fel. Sajnos, az ilyen módon végzett átmérőmérés nagyon pontatlan: a mérési hiba  $\pm 2$  osztásrész, nem sokkal kisebb az ábrán látható ingadozásnál.



8. ábra

Átmérőingadozások egy 0,6 mm átmérőjű volfrám huzalon deformáció előtt /a/ és után /b/ a hely függvényében

A deformáció előtt és után mért átmérősorozatok tehát közvetlenül semmiképpen sem hasonlíthatók össze. Meghatároztuk a két sorozatra az átlagoktól való eltérések közötti korrelációt, mint az egymáshoz viszonyított kölcsönös helyzet függvényét. Az eredményt a 9. ábra a.



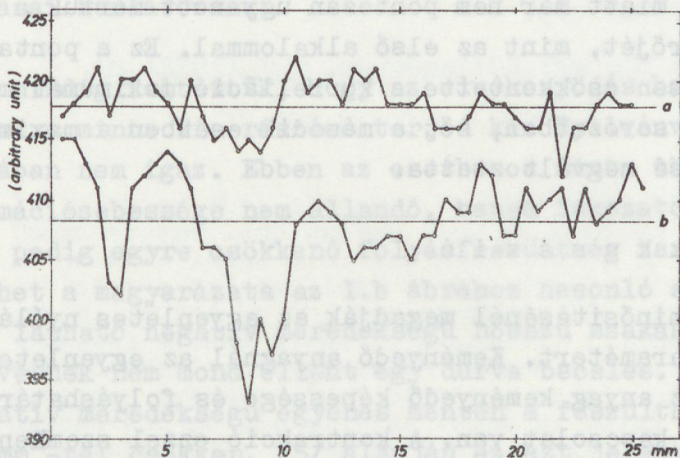
9. ábra

a. /kihúzott vonallal összekötött pontok/: a 8. ábra átmérősorozatai között levő  $\psi$  korreláció az egymáshoz viszonyított elcsúsztatás függvényében

b. /szaggatott vonallal összekötött körök/: a 8.a ábrán látható átmérősorozat autokorrelációs függvénye

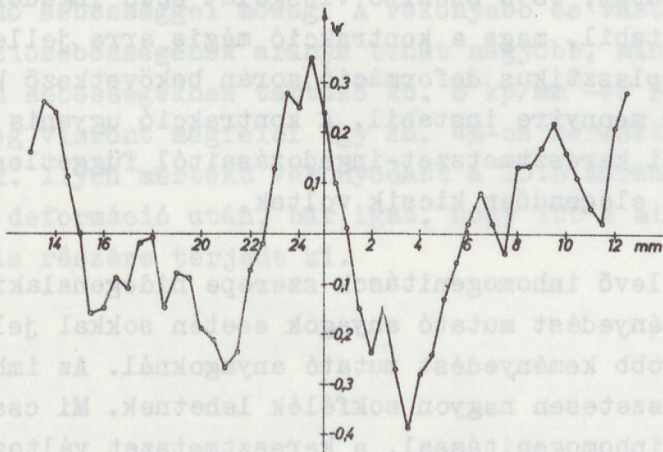


jelű görbéje mutatja. A  $\psi$  korrelláció akkor a legnagyobb, ha a megfelelő mérési pontokat vesszük figyelembe, és rohamosan csökken az elcsúsztatás függvényében. További elcsúsztatásra ismét jelentős korrellációk lépnek fel, de ezek minden bizonnyal a deformálatlan huzal átmérőeloszlásának következményei. /A deformálatlan huzal autokorrellációs függvénye ugyanis hasonló jellegű, amint azt a 9. ábra b görbéje mutatja./



10. ábra

Átmérősorozatok egy 0,6 mm átmérőjű volfrám huzalon deformáció előtt /a/ és után /b/ a hely függvényében



11. ábra

A 10.a és 10.b ábrán látható átmérősorozatok között levő  $\psi$  korrelláció az egymáshoz viszonyított elcsúsztatás függvényében



Egy másik sorozatot mutat a 10. ábra. Itt a deformáció után nagyobb ingadozásokat is megfigyeltünk. A két átmérősorozat közötti korrellációt tünteti fel a 11. ábra. Itt a maximális korrellációt kissé elcsúsztatott helyzetben kaptuk. Ennek azonban nincs különösebb jelentősége, ha meggondoljuk, hogyan vettük fel a két átmérősorozatot: kiindulva az egyik jeltől 0,5 mm-enként mértük az átmérőket. A deformáció után a huzal megnyúlása miatt már nem pontosan ugyanott mértük a megnyúlt huzal átmérőjét, mint az első alkalommal. Ez a pontatlanság természetesen csökkentette a korrelláció maximumát mindkét bemutatott sorozatban, sőt a második esetben a maximum helyét is egy kissé megváltoztatta.

## V. D i s z k u s s z i ó

A huzalok minősítésénél megadják az egyenletes nyúlást, mint jellemző paramétert. Keményedő anyagnál az egyenletes nyúlás, valamint az anyag keményedő képessége és folyáshatára között egyértelmű kapcsolat van. A kontrakció ezzel szemben a szakítás makromechanikájától független adat. Bár a kontrakció azért jön létre, mert a próbatest keresztmetszete a plasztikus deformáció természetéből kifolyólag szükségszerűen ingadozásokat mutat, és a szakító vizsgálat ezen ingadozásokkal szemben instabil, maga a kontrakció mégis arra jellemző, hogy az anyag a plasztikus deformáció során bekövetkező kavitációval szemben mennyire instabil. A kontrakció ugyanis a próbatest eredeti keresztmetszet-ingadozásaitól független mutató, hacsak azok elegendően kicsik voltak.

A huzalban levő inhomogenitások szerepe hidegenalakított és csekély keményedést mutató anyagok esetén sokkal jelentősebb, mint a nagyobb keményedést mutató anyagoknál. Az inhomogenitások természetesen nagyon sokfélék lehetnek. Mi csak a legegyszerűbb inhomogenitással, a keresztmetszet változásaival foglalkoztunk.

A 8. ábrán látható átmérőmérések alapján azt mondhatjuk, hogy az átmérőingadozások /ha vannak/ 1%-nál kisebbek. Az ennek



megfelelő keresztmetszetváltozás kb. 2%. A 3. ábra szerint egy ilyen huzal - ha nem keményedik - kb. 1%-os plasztikus nyúlás után szakad el. Ha megnézzük az 1.a ábrát, azt látjuk, hogy a szakítódiagram vízszintes platójának hossza kb. ebbe a nagyságrendbe esik. Az itt bemutatott vizsgálatok alapján tehát nem zárhatjuk ki azt a lehetőséget, hogy a hidegenalakított volfrám huzal plasztikus nyúlását a keresztmetszet ingadozásai korlátozzák.

Idáig mindig feltettük, hogy az elvékonyodás helyi jellegű, és csak a minta kis részére terjed ki. Nyilvánvaló, hogy ez általában nem igaz. Ebben az esetben a minta többi részének deformációsebessége nem állandó, hanem fokozatosan csökken, ehhez pedig egyre csökkenő folyásfeszültség tartozik. Talán ez lehet a magyarázata az 1.b ábrához hasonló szakítódiagramokon látható negatív meredekségű hosszú szakasznak. Ennek a feltevésnek nem mond ellent egy durva becslés. Az 1.b ábrán a negatív meredekségű egyenes mentén a feszültség kb.  $8 \text{ kp/mm}^2$ -tel csökken. /5/ alapján ez azt jelenti, hogy a deformációsebesség a vastagabb részben kb. 1/7-ed részére csökkent. A minta többi részében a deformációsebességnek - az eredetihez képest - meg kell növekednie, hiszen a keresztfej állandó sebességgel mozog. A vékonyabb és vastagabb rész deformációsebességének aránya tehát nagyobb, mint 7:1. A 7:1 arányú sebességekhez tartozó kb.  $8 \text{ kp/mm}^2$ -es feszültségkülönbség viszont megfelel egy kb. 4%-os keresztmetszetingadozásnak. Ilyen mértékű vékonyodást a 10.b ábrán figyeltünk meg a deformáció után, bár igaz, hogy itt a mintának csak egy kis részére terjedt ki.



I r o d a l o m

- [1] H. Conrad: Mat. Sci. Eng. 6 /1970/ 265.
- [2] Barry, Mordike, Haasen: Phil. Mag. 7 /1962/ 459.
- [3] Nagy T.A.: MTA, MFI Közlemények 0-15 /1974/ 81.
- [4] A.T. Nagy, P.N. Ignác, L. Varga and I. Gaál: Scripta Met. 8 /1974/ 209.
- [5] Varga L.: MTA MFI Közlemények, 0-7 /1972/ 27.



## A FOSZFOR GETTEREZŐ HATÁSÁRÓL HALOGÉN LÁMPÁKBAN

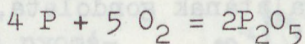
VICSEK Tamás, GESZTI Tamás

### ON THE GETTERING EFFECT OF PHOSPHOR IN THE HALOGEN LAMPS

It is shown that phosphor, a typically classical incandescent lamp getter, can be applied as a getter in halogen lamps too. The main reason of the burning out of the halogen lamp is the axial transport phenomenon, caused by the non-constant distribution of tungsten global pressure along the filament. Carbon and phosphor gettering the oxygen reduce the global tungsten pressure that consists mainly of tungsten oxides and so the driving force of axial transport is diminished. The phosphor having high equilibrium partial pressure works even if the gettering effect of the carbon is limited by the relatively low bulb wall temperature.

#### Bevezetés

A foszfort, mint getterező hatású anyagot évtizedek óta használják a normál izzólámpa oxigéntartalmának csökkentésére [1]. A spirál felületére felvitt foszfor a lámpa bekapcsolása után elég és a



reakció eredményeként megköti az oxigént. A keletkező foszforpentoxid vékony porréteg, tehát szilárd fázis formájában kondenzálódik a lámpabúra felső falának hidegebb helyein és így az oxigént mintegy kivonja a rendszerből, meggátolva a feketedést döntő mértékben előidéző volfrámoxidok képződését.



A jól beállított halogénlámpában a kémiai folyamatok meggátolják, hogy a volfrám izzószál anyaga a búra falán lecsapódva feketedést okozzon. Ezért ilyen lámpák esetében a foszfor használatától eltekintettek, mert ennek korábban tisztázott feketedést gátló hatása fölöslegessé vált. Ezenkívül a foszfor az oxigént esetlegesen gáz fázisban megkötve, vagy a halogén adalékkal reakcióba lépve csökkentheti a volfrámoxihalogenidek és a volfrámhalogenidek koncentrációját, ami rossz hatással lehet a halogén körfolyamatra. Egy harmadik érv, amely a foszfor elkerülése mellett szól onnan ered, hogy a foszfor és vegyületei aránylag illékonyak és a halogénlámpa viszonylag magas /600–800<sup>o</sup>K/ bura hőmérsékletén szilárd fázist már nem képez.

Egy ezt közvetlenül megelőző munkában [2] azonban bizonyítást nyert, hogy az izzószál közelében fellépő magas oxigén parciális nyomás a halogénlámpa esetében is káros következményekhez vezet, sőt gyakran okozza a lámpa kiegését. Ebben az esetben ugyanis az izzószál környezetében a hőmérséklet függvényében különböző teljes /főleg volfrámoxidok alkotta/ volfrám nyomás alakul ki, amely diffúzió útján igyekszik kiegyenlítődni és ez axiális transzportoz, a szál lokális fogyáshoz, ill. hízásához vezet [3]. Nyilvánvaló, hogy egy olyan elem, amely magas hőmérsékleten csökkenti a szabad oxigén parciális nyomását a káros axiális transzportot csökkenti. Ennek a követelménynek a szén csak korlátozott mértékben tesz eleget [4],[2], ezért merült fel a foszfor mint getter halogénlámpákban való vizsgálatának gondolata, a korábban felsorolt hátrányai ellenére.

A számítás menete

A gáztérben az adott elemekből /W,P,C,O,Br/ keletkező vegyületek és maguk az elemek parciális nyomásait lokális termodinamikai egyensúly közelítésben az alábbi egyenletrendszer határozza meg [4].



$$\prod_{k=1}^n p_k \nu_k^m = K_m(T); \quad m = 1, 2, \dots, l-5 \quad /1/$$

$$\sum_{k=1}^n [X]_k p_k = p_x; \quad x = W, P, C, O, Br \quad /2/$$

ahol  $l$  az elemek és a keletkező vegyületek együttes száma,  $K_m(T)$  az  $m$ -edik vegyülethez és egy adott  $T$  hőmérsékletre tartozó kémiai egyensúlyi állandó,  $\nu_k^m$  sztöchiometriai együttható és  $[X]_k$  az adott  $X$  atomfajta atomjainak száma a  $k$ -edik komponens molekulájában. Az /1/, /2/ egyenletrendszer az izozszál szilárd volfrám anyagával és a búra falára lecsapódott szénnel való termodinamikai egyensúly feltételezése mellett [4], a [2]-ben leírt numerikus eljárás segítségével oldottuk meg.

Az egyszerűség kedvéért /a számítógépes program öt elem figyelembevételére volt kidolgozva/ a hidrogént, mint megítélésünk szerint a legkevésbé jelentős szerepet játszó elemet kihagytuk a számításból.

### Radiális transzport

Mint már azt a bevezetőben említettük, a foszfor várhatóan károsan befolyásolja a halogén ciklust. Vizsgáljuk most meg az 1. ábrát, amely

1. ábra

Egyensúlyi parciális nyomások a W-O-C-Br-O rendszerben, a hőmérséklet függvényében.

Kiindulási adatok:

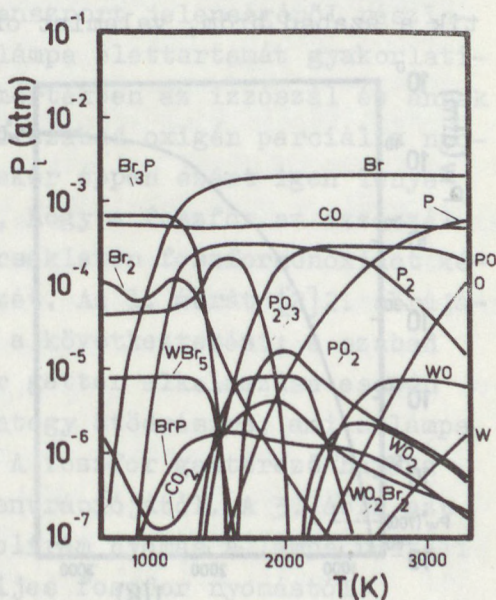
$$p_{Br_2} = 2,5 \cdot 10^{-4} \text{ atm};$$

$$p_{O_2} = 1 \cdot 10^{-4} \text{ atm};$$

$$p_{P_2} = 1 \cdot 10^{-4} \text{ atm};$$

$A = 1 \text{ atm}$ .

Teljes nyomás 4 atm.





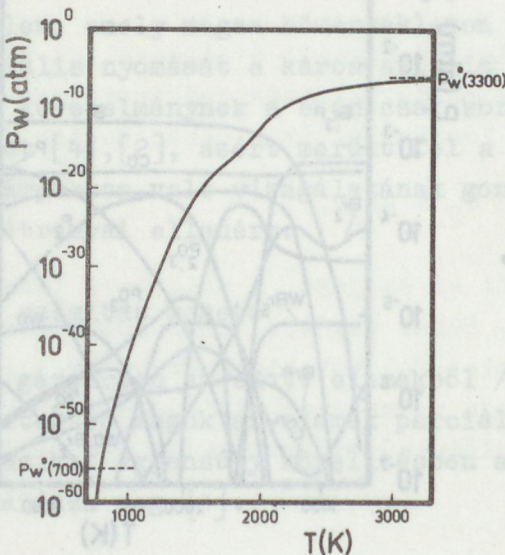
a halogénlámpában képződő vegyületek parciális nyomását mutatja a hőmérséklet függvényében az adott töltési feltételek esetében.

Az ábrából leolvasható, hogy az alacsonyabb hőmérsékleti tartományban /a búra falának megfelelő  $T_b \sim 700^\circ\text{K}$  hőmérsékleten/ a foszfor jelenlétének következtében megváltozik a [2] közlemény 2. ábráján bemutatott megszokott helyzet. A falhoz közel aránylag jelentős koncentrációban megjelenik a foszfortribromid és a foszfortrioxid. /A foszforpentoxid, mint a foszforoxidok legstabilabb változata ismert, de a tömeghatás törvénye

$$K(P_2O_n)_2(T) \cdot p_{P_2}^2 \cdot p_{O_2}^n = p(P_2O_n)_2 \quad /3/$$

miatt, mint esetünkben is, igen kis  $p_{O_2}$  parciális nyomások esetében a kevesebb  $O_2$ -t tartalmazó  $P_2O_3$  molekulák alkotta foszforoxid parciális nyomása fog dominálni, mert ez alacsonyabb hatvánnyal szerepel a tömeghatás törvényében. //3/-ban  $n$  az adott dimerikus foszforoxid molekulákban szereplő  $O$  atomok számának felét jelöli./

A keletkező foszforvegyületek a búra hőmérsékletén csökkentik a szabad bróm, valamint oxigén mennyiségét és ezzel a



volfrámbromidok és a volfrámoxibromidok képződési lehetőségét. Ez elvileg az elemi volfrámgőz nyomásának emelkedéséhez vezet, amely ha nagyobb, mint a  $T_b$ -hez tartozó egyensúlyi volfrám-

## 2. ábra

A volfrám elemi gőznyomása jól beállított, foszfort tartalmazó halogénlámpában a hőmérséklet függvényében. A kiindulási adatok megegyeznek az 1. ábra adataival



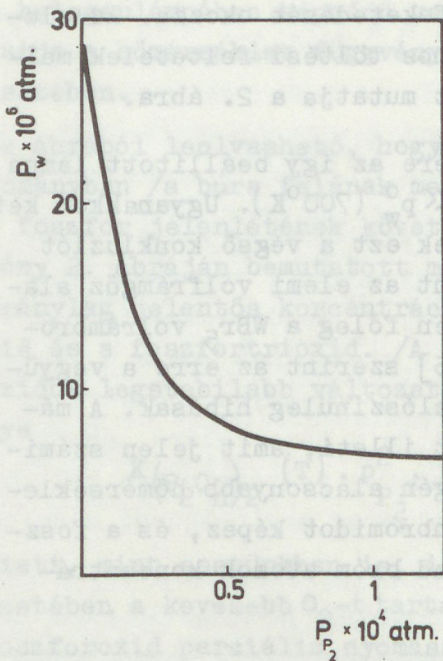
gőz nyomás [4] értelmében a bura feketedését okozza. Az elemi volfrámgőznek az 1. ábrával azonos töltési feltételek mellett számított hőmérsékletfüggését mutatja a 2. ábra.

Jól látható, hogy a foszfor ellenére az így beállított lámpa nem fog feketedni, mert  $p_w(700^\circ\text{K}) \ll p_w^0(700^\circ\text{K})$ . Ugyanakkor két körülményt kell emlitenünk, amelyek ezt a végső konklúziót módosíthatják. A számítások szerint az elemi volfrámgőz alacsony nyomását a bura hőmérsékletén főleg a  $\text{WBr}_5$  volfrámbromid megjelenése biztosítja, míg [5] szerint az erre a vegyületre vonatkozó irodalmi adatok valószínűleg hibásak. A másik észrevétel a hidrogén szerepét illeti, amit jelen számításunkban elhanyagoltunk. A hidrogén alacsonyabb hőmérsékleteken a brómmal egyesülve hidrogénbromidot képez, és a foszforhoz hasonlóan csökkenti a szabad bróm atomok koncentrációját.

#### Axiális transzport

Az első részben utaltunk rá, hogy az izzó spirál kiegészéért halogénlámpa esetében leggyakrabban a szál közelében keletkező volfrámoxidok gáztéren keresztüli axiális diffúziós transzportja a felelős. Az axiális transzport jelenségéről részletesebben lásd [2] és [3]. Ez a lámpa élettartamát gyakorlatilag meghatározó jelenség döntő mértékben az izzószál és annak környezete hőmérsékletén fellépő szabad oxigén parciális nyomástól függ. Az 1. ábra elemzésekor éppen ezért igen lényeges megtenni azt az észrevételt, hogy a foszfor az izzószál feltételezett  $T_i = 3300^\circ\text{K}$  hőmérsékletén foszformonoxidot képezve megköti az oxigén egy részét. Az 1. ábrát [2] 2. ábrájával összehasonlítva levonhatjuk a következtetést; a szabad oxigén parciális nyomása foszfor getter alkalmazása esetén lecsökken a  $T_i$  hőmérsékleten mintegy ötödrésze, ami a lámpa élettartamát elvileg megnöveli. A foszfor getterező hatása természetesen függ kezdeti koncentrációjától. A 3. ábra azt mutatja, hogyan függ a teljes volfrám nyomás a lámpa töltési körülményeivel meghatározott teljes foszfor nyomástól.





3. ábra

A foszfor getterező hatása kiindulási mennyiségének függvényében. A görbe azt a teljes volfrám nyomást mutatja, amely egy adott kiindulási foszfor nyomás mellett jön létre a lámpában

Látjuk, hogy minél több foszfor van a rendszerben, annál kevesebb volfrámoxid keletkezik az izzószál környezetében. Ez nemcsak az axiális transzport jelenségének káros hatását csökkenti, hanem a teljes  $P_w$  volfrám nyomás lecsökkenésén keresztül a radiális transzportot is jó irányba befolyásolja.

Ugyanakkor azonban a foszfor össznyomás növelésével egyre romlik a halogén körfolyamat, így tulajdonképpen az utóbbi effektus egy felső korlátot szab meg a betölthető foszfor mennyiségére nézve. Megítélésünk szerint ezt a mennyiséget legmegbízhatóbban kísérletekkel lehetne meghatározni. A 3. ábrából látható, hogy az optimális foszfor adalék nyomást a néhányszor  $10^{-5}$  atm. tartományban kell keresni. Az ezzel az ábrával kapcsolatos számítások azt mutatják, hogy az említett foszformennyiségek mellett a  $p_w(700^\circ\text{K}) < p_w^0(700^\circ\text{K})$  feltétel teljesül, a bura feketedése nem várható.

A szerzők köszönetet nyilvánítanak dr.Bartha Lászlónak a probléma felvetéséért.

#### I r o d a l o m

- [1] Lamps and Lighting, London, Thorn Lighting Ltd. 1972.
- [2] Vicsek T., Geszti T.: MTA MFI Közlemények /megjelenés alatt/
- [3] T.Geszti, I.Gaal: Acta Techn. /megjelenés alatt/
- [4] T.Geszti: MTA MFI Közlemények 8, 75 /1973/
- [5] G.M.Neumann: J.Less-Comm.Met. 35, 51 /1974/



## GaP EPITAXIÁLIS RÉTEG ELVÁLASZTÁSA GaAs HORDOZÓTÓL KÉMIAI MARATÁSSAL

POLGÁR Katalin

### REMOVING OF GaAs SUBSTRATE BENEATH GaP EPITAXIAL LAYERS BY CHEMICAL ETCHING

In order to accomplish certain physical measurements on heteroepitaxial GaP layers, the GaAs substrate has to be removed.

It was proven that it is possible to find an effective etchant for GaAs, while it is inactive to GaP.

This enables the dissolution of GaAs substrate from GaP epi-layers. The etching rate measured at room temperature is  $150 \mu\text{m}/\text{min}$  with stirring independently of the GaAs orientations  $\langle 100 \rangle$ ,  $\langle 111 \rangle$  or  $\langle \bar{1}\bar{1}\bar{1} \rangle$  respectively.

The weight loss of the GaP-layers is less than  $0.1 \text{ mg}/30 \text{ min}$ . The method is applicable also to  $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$  layers, if the  $x$  value is not too low.

A GaP alapú világító diódákban szükséges jó minőségű epitaxiális rétegek előállítására több módszer ismeretes. Egyik az, amelynek során az un. Czochralsky módszerrel előállított GaAs kristályszeletre gőzfázisú heteroepitaxiális növesztéssel n-típusú GaP réteget növesztünk, amely réteg a következő, folyadék-fázisú homoepitaxiális növesztés hordozója lesz.

Mind a folyadék-fázisú epitaxiális növesztés előtt, mind pedig a réteg fizikai tulajdonságainak vizsgálatához szükséges a GaAs hordozó eltávolítása. Ez történhet:



- még a reaktorban, miközben a GaP réteg nő, gőzfázisú maratással eltávolítjuk a hordozót /1/,
- a növesztés után a hordozó egy részét lecsiszoljuk, a maradékot savas /pl. királyvizes/ maratással eltávolítjuk /2/.

Az első módszer előnye, hogy a növekvő epitaxiális réteg minőségére kedvező hatással van, hogy a hordozó a növesztés közben elfogy /3/. Hátránya azonban, hogy a réteg általában nem távozik el teljes egészében és így más módszerekkel kell kiegészíteni /csiszolás, folyadék-fázisú maratás/.

A másik módszer előnye az egyszerűség, hátránya, hogy a használatos savak nemcsak a GaAs-et, hanem a GaP-ot is megtámadják, ezért a GaP-ot védőbevonattal /pl. piceinnel/ kell védeni és figyelni kell, nehogy a maratószer a réteget megtámadja. Tekintettel arra, hogy a maratási sebesség viszonylag kicsi, maratás előtt célszerű a hordozó hátoldalából mechanikailag lecsiszolni a GaAs nagy részét. Ez a mechanikai hatás viszont a kristály repedéséhez vezethet, ami különösen vékony rétegek esetén a módszert használhatatlanná teszi.

A fenti okok tették szükségessé egy új, lehetőleg nagy maratási sebességű, GaAs-re specifikus maratószer keresését.

A kísérleteket  $\langle 100 \rangle$  és  $\langle 111 \rangle$  orientációjú Czochralsky módszerrel előállított GaAs szeleteken és  $\langle 100 \rangle$ , valamint  $\langle 111 \rangle$  orientációjú gőzfázisú epitaxiával előállított GaP rétegeken végeztük. Sikerült megfelelő maratószerrel a két anyagot tökéletesen szétválasztani, a módszer szabadalmi eljárás alatt áll.

Kísérleteink szerint a szobahőmérsékletű maratószer a GaAs-et a kristály orientációtól függetlenül kb.  $150 \mu\text{m}/\text{perc}$  sebességgel marja /súlycsökkenés  $2-3 \text{ mg}/\text{perc}$ /. A GaP  $\langle 100 \rangle$  és  $\langle 111 \rangle$  mintáknál a súlycsökkenés 30 perc alatt kisebb, mint  $0,1 \text{ mg}$ .



Az eljárás során a szelet hátoldalát csiszolással megszabadítjuk az ott felnőtt GaP rétegtől, majd maszkolás nélkül a maratószerbe tesszük. Két-három perc alatt a kb. 200  $\mu\text{m}$  vastagságú hordozó teljesen feloldódik, hátrahagyva a sértetlen GaP réteget.

Ezen új módszer előnye nemcsak az egyszerűség és gyorsaság, hanem az is, hogy segítségével igen vékony GaP rétegek is ki-preparálhatók. 30-40  $\mu\text{m}$ -es vastagság esetén azonban a rétegek már annyira törékenyek, hogy kezelésük nagyon nehéz.

A maratószer a  $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$  rétegeket az  $x$  értékétől függően különböző /jól mérhető/ sebességgel marja. Ez egyrészt lehetőséget ad a GaAs hordozó és a  $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$  réteg elválasztására / $x$  nem túl kicsiny értékeinél/, másrészt megfelelő kalibráció esetén a  $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$  rétegek összetételének gyors, de nem túl pontos meghatározását teszi lehetővé.

#### I r o d a l o m

- [1] D. Nohavica: Elektrotechnický Časopis XXV. /1974/ No.4-6. 262-271.
- [2] Zs. Kocsis: MTA Közleményei 0-14 /1974/ p.47-64.
- [3] R.H. Saul: J. of Appl. Phys. 40, No.8. /1969/ p.3273-79.







# A LYUKAK MOZGÉKONYSÁGÁNAK HŐMÉRSEKLETFÜGGÉSE

p-GaP-BAN

SOMOGYI Károly

## THE TEMPERATURE DEPENDENCE OF THE MOBILITY OF HOLES IN p - GaP

The temperature dependence of hole mobility was measured between 80 and 340K in Zn doped p-GaP crystals grown from Ga melt by slow cooling method. There are given four approximations to describe experimental results theoretically: mobility was calculated supposing  $r=1$  and  $r \neq 1$  in two models like one and two valence bands.

Furthermore the summarised Hall-factor was calculated in both models. It was concluded that in any cases  $r \neq 1$  and its value had to be taken into account to determine hole concentration from Hall-data and that the two band approximation /having two kinds of holes/ was in a better agreement with experiments. A further advance is necessary in the application of this approach to doped crystals to have a really good agreement in the whole temperature range.

Az iparilag is igen fontos és perspektivikus, ma már viszonylag széles körben alkalmazott GaP-nak, az A<sup>III</sup>B<sup>V</sup> típusú félvezető vegyületek egyik legjelentősebb képviselőjének több tulajdonsága kevésbé tisztázott, ipari jelentősége ellenére. A még kevésbé tisztázott tulajdonságok közé tartoznak a tömbkristályok egyes elektrofizikai tulajdonságai, így a töltéshordozók mozgékonyosságát meghatározó töltésszórás mechanizmusok, illetve azok egymás közötti kapcsolata, viszonylagos súlya is.



## I. Bevezetés

A töltéshordozók kísérletileg meghatározott mozgékonyágát GaP-ban is, úgy, mint a többi félvezető anyagban, a legjelentősebb töltésszórási mechanizmusok figyelembevételével kívánjuk elméletileg értelmezni. A kapott kísérleti és elméleti eredmények azonban mind a p típusú, mind pedig az n típusú GaP-ban számottevően eltértek egymástól /pl. [1,2,3]/, ami különféle illesztési kísérletekhez vezetett. Erre lehetőséget ad - többek között - az, hogy a GaP néhány jellemző állandójára különféle adatok állnak rendelkezésre /pl. deformációs potenciál/, így ezeket az állandókat illesztő-paraméterként lehet kezelni, amely biztosíthatja az elméletileg meghatározott és a kísérletileg kapott mozgékonyágok kielégítő egyezését.

A vizsgálatok jelentős része és a mozgékonyágok hőmérsékletfüggésének részletes analízise - ennek ellenére - elsősorban csak a nagyon tiszta, kevés adalékanyagot és egyéb szennyezőt tartalmazó kristályokra korlátozódott, ill. vezetett több-kevesebb eredményre. Az irodalomból szinte teljesen hiányzik az adalékolt kristályok mozgékonyágának analízise. Ez többek között nyilvánvalóan azzal függ össze, hogy az elméleti és a mért mozgékonyág-hőmérséklet összefüggés egyezése nem kielégítő mértékű. Ráadásul, ahogy azt a továbbiakban megmutatjuk, érthetetlen az eltérés jellege is: az elméleti mozgékonyág többnyire alatta marad a mért értéknek, alacsony hőmérsékleten [4].

Jelen dolgozatban ennek a problémakörnek pontosabb megvilágítását kívánjuk adni Zn-vel adalékolt, olvadék-oldatból lassú hűtéssel kristályosított, p típusú GaP esetében. Ennek érdekében - az irodalomban elsőként - adjuk meg a lyukak mozgékonyágának viszonylag teljes analízisét a két lyuk modell alkalmazásával.



## II. A hagyományos közelítés

Félvezetőknél hagyományosnak és klasszikusnak tekinthető a lyukak mozgékonyasága kísérletileg tapasztalt hőfokfüggésének elméleti vizsgálata a rácsrezgéseken /akusztikus és poláros optikai fononokon/ és a szennyezőkön /ionizált és semleges/ történő szóródás figyelembevételével, feltételezve, hogy a transzportjelenségekben csak egyfajta töltéshordozók, pontosabban szólva, egyfajta lyukak vesznek részt. Ezen négy szórási mechanizmus alapján számolt egyfajta mozgékonyaság mind abszolút értékében, mind pedig a hőmérséklet függvényében történő változásában általában kielégítően jól közelíti meg a mért mozgékonyaság adatokat, nem szükséges további szórási mechanizmusokat /piezoelektromos szórás, völgyközi szórás, kristályhibákon történő szóródás/ figyelembe venni, mivel jelentőségük és súlyuk nagyon kicsi. Ez utóbbiak jelentősége általában csak különleges körülmények között nő meg, pl. ionokkal vagy neutronokkal bombázott kristályok, magas hőmérséklet stb. Ilyen extrém körülmények között, nevezetesen besugárzás következtében roncsolódott kristályok vizsgálata során vezették be a tértöltéseken történő szóródás /"space charge scattering"/ fogalmát is [5], amelyet igyekeztek alkalmazni a GaP-ban mért mozgékonyaság magyarázatára is.

Ezen, a négy legjelentősebb szórási mechanizmusra épülő analízis alkalmazása a szokásos GaP esetében is. A szokásos analízis azonban egy további lényeges egyszerűsítő feltételezést tartalmaz:  $r=t$ , a Hall-faktort  $l$ -nek szokás tekinteni. Jelen munkában ezt az analízist elvégeztük a szokásos módon,  $r=l$  egyenlőséget feltételezve, majd ezen túlmenve, de még a hagyományos közelítésen belül, elsőként mutatjuk be a Hall-faktor megfelelő értékeinek  $r \neq l$  figyelembevételével történt analízis eredményeit is.

A számolások során az alábbi összefüggéseket használtuk. /A vonatkozó összefüggéseket általános alakjukban áttekintettük [1]-ben, jelen dolgozatban - az egyszerűség kedvéért -



csak az állandók behelyettesítése után nyert alakjukat mutatjuk be./

1. eset: r=1.

Az akusztikus fononok által determinált mozgékonyság:

$$\mu_{AC}(1) = 4,92 \cdot 10^7 T^{-3/2} (m_h^*/m_o)^{-5/2} E_1^{-2} \quad /1/$$

A poláros optikai fononokon történő szóródás determinálta mozgékonyság:

$$\mu_{PO}(1) = 2,18 T^{1/2} (m_h^*/m_o)^{-3/2} \left[ \exp\left(\frac{\theta}{T}\right) - 1 \right] G(z) \quad /2/$$

Ionizált szennyezőkön történő szóródás esetén:

$$\mu_I(1) = 4,05 \cdot 10^{17} T^{3/2} (m_h^*/m_o)^{-1/2} N_I^{-1} \left[ \ln(1+b) - \frac{b}{1+b} \right]^{-1} \quad /3a/$$

$$b = 1,43 \cdot 10^{15} T^2 (m_h^*/m_o) n^{-1} \quad /3b/$$

$$N_I = 2N_D + p \quad /3c/$$

$$n = p + (p + N_D) \left[ 1 - (p + N_D)/N_A \right] \quad /3d/$$

Semleges szennyezőkön történő szóródás esetén:

$$\mu_N(1) = 1,29 \cdot 10^{21} (m_h^*/m_o) N_N^{-1} \quad /4a/$$

$$N_N = N_A - N_D - p \quad /4b/$$

ahol  $T$  az abszolút hőmérséklet;  $m_h^*$  a lyukak effektív tömege;  $m_o$  az elektron nyugalmi tömege;  $E_1$  a deformációs potenciál;  $\theta$  a Debye-hőmérséklet;  $G/z/$  egy, a  $\theta/T$  viszonytól függő szám, a számolások során értékeit [6]-ból vettük át;  $N_A$ ,  $N_D$  és  $p$  az akceptorok, a donorok és a lyukak koncentrációja, sorrendben. A numerikus együtthatókban szereplő GaP-ra vonatkozó állandók értékeit és kiválasztásuk indokolását [7]-ben és [1]-ben megadtuk.  $\theta = 580$  K [8].  $E_1$  értékére különböző források



különböző értékeket jelölnek meg, igen tág határok között. Az 1-ső és a 2-ik esetben értékét 18 eV-nak vettük, elsősorban saját becsléseink alapján [1,7,9]; a lyukak effektív tömegét pedig  $0,4 m_0$ -nak.

A különféle szórási mechanizmusok által meghatározott mozgékonyságokat a szokásos módon a Matthiessen-szabály alkalmazásával összegeztük:  $\mu_{\Sigma}^{-1}(1) = \sum_i \mu_i^{-1}(1)$ . (D.L.Rode megmutatta, hogy a szabály alkalmazása egyes hőmérsékleti tartományokban számottevő hibát is okozhat az összegezett mozgékonyság értékében [10], de a jelen analízishez pontossága kielégítő./

2. eset:  $r \neq 1$ .

Mivel az /1/-/4/ összefüggések tulajdonképpen a drift mozgékonytságot /  $\mu_d$  / írják le, a Hall-hatás mérése útján meghatározott mozgékonytság /  $\mu_H$  /, a kísérletileg kapott mozgékonyság ettől eltér:  $\mu_H = r \mu_d$ .  $r$  általában nem egyenlő eggyel, így a számolt és a mért mozgékonytság összehasonlítását pontosabban végezhetjük el  $r$  tényleges értékének figyelembevételével. 2. esetünkben ezt tesszük meg, így

$$\mu_i(2) = r_i \mu_i(1) \quad /5/$$

ahol - közelítőleg -  $r_{AC} = 1,18$ ;  $r_I = 1,93$ ;  $r_N = 1$  [11].  $r_{PO}$  függ a hőmérséklettől és értékeit [6]-ból vettük át.

A mozgékonyságok összegezését a Matthiessen-szabály alapján, Rode nyomán [8] a

$$\mu_{\Sigma}^{-1}(2) = r \sum \mu_{\Sigma}^{-1}(1) = \sum_i r_i^{-1} \mu_i^{-1}(1) \quad /6/$$

összefüggés alapján végeztük el. Az összegezett mozgékonyságok ismeretében meghatároztuk az 1-ső és a 2-ik eset alapján kapható eredő Hall faktort,  $r_{\Sigma 1-2}$ -t is:

$$r_{\Sigma 1-2} = \frac{\mu_{\Sigma}(2)}{\mu_{\Sigma}(1)} \quad /7/$$



### III. A két-lyuk modell

Ismeretes, hogy a GaP-nál, hasonlóan a többi A<sup>III</sup>B<sup>V</sup> típusú vegyület-félvezetőhöz, a vegyértéksáv három alsávot tartalmaz. Ezek közül kettő a Brillouin-zóna közepén elfajult, a harmadik pedig e kettőtől - a spin-pálya kölcsönhatás következtében - elszakadt. A GaP sávszerkezetének ezen sajátossága szükségessé teszi, hogy a transzportjelenségek értelmezésénél, pontosabb analízis esetén eltérjünk az egy-lyuk modelltől, amely a hagyományos és kényelmes közelítés. Mivel a harmadik alsáv távolsága a másik kettőtől jelentős ( $\sim 82$  meV, [12, 13]), így kis térerősségek mellett lejátszódó transzportjelenségeknél ennek jelenléte és szerepe teljesen elhanyagolható, elegendő csak kétféle lyuk jelenlétével számolni.

Kétféle töltéshordozó jelenléte elsősorban azt jelenti, hogy a kísérletek során kapott eredmények valamiféle átlagolt értéknek felelnek meg. Legyen  $m_1$ ;  $p_1$  és  $\mu_1$  a nehéz lyukakat jellemző effektív tömeg, koncentráció és mozgékonyság,  $m_2$ ;  $p_2$  és  $\mu_2$  - ugyanazok a könnyű lyukak esetén. A Hall-állandót, a Hall-faktor elhanyagolásával, a következő összefüggés fogja leírni [12]:

$$R_H = \frac{p_1 \mu_1^2 + p_2 \mu_2^2}{e(p_1 \mu_1 + p_2 \mu_2)^2} \quad /8/$$

a mozgékonytságot pedig, amelyet a  $\mu_H = R_H \sigma$  összefüggés alapján kapunk:

$$\mu_H = \frac{p_1 \mu_1 + p_2 \mu_2}{p_1 + p_2} \quad /9/$$

a szabad töltéshordozók koncentrációja pedig:  $p' = p_1 + p_2$ .

A gyakorlatban a transzportjelenségek leírásánál használt effektív tömeg, így pl. az  $R/T^{-1}$ / összefüggés analízise során [14], vagy az (1)-(4) összefüggésekben egy átlagos effektív tömeget képvisel [12]:

$$m_h^* = \sqrt{m_1 m_2} \quad /10/$$



ha elfogadjuk azt a feltételezést, hogy a sávok parabolikusak; az átlagos relaxációs idő mindkét fajta lyukra azonos, vagyis  $\mu_2 = (m_1/m_2) \mu_1$ ; a különböző lyukak koncentrációja arányos  $m_1^{3/2}$ -nél, illetve  $m_2^{3/2}$ -nél, vagyis  $p_1/p_2 \sim (m_1/m_2)^{3/2}$  [12, 13]. Ekkor a fenti összefüggések alapján meghatározhatjuk a Hall-állandóból a

$$p = \frac{1}{e R_H} \quad /11/$$

összefüggés segítségével kapott  $p$  és a fentiekben jelzett  $p'$  összegezett lyukkonzentráció viszonyát is:

$$\frac{p}{p'} = \frac{(m_1^{1/2} + m_2^{1/2})^2}{(m_1^{3/2} + m_2^{3/2})(m_1^{-1/2} + m_2^{-1/2})} \quad /12/$$

A kétféle lyuk effektív tömege  $0,877 m_0$ , illetve  $0,157 m_0$  [12, 15]. Ezen adatok behelyettesítésével /10/-ből/ kapjuk, hogy  $m_h^* = 0,37 m_0$ . Ez az érték megfelel az 1-ső, ill. 2-ik eset tárgyalása során általunk is alkalmazott effektív tömegnek. A  $p/p'$  hányados értéke (12)-ből számolva  $0,564$ , vagyis a valódi töltéshordozó koncentráció  $1,77$ -szer nagyobb az egy-lyuk közelítéssel a Hall-állandóból számolt értéknel.

### 3. eset: $r = 1$ .

Kétféle lyuk jelenléte, természetesen, megváltoztatja a szórási mechanizmusok figyelembevételének módját is az eredő mozgékonyág meghatározásánál.

Induljunk ki a /9/ egyenletből, a parabolikus sávok feltételezése alapján használjuk fel a  $p_1/p_2 \sim (m_1/m_2)^{3/2}$  arányosságot, valamint tételezzük fel, hogy a szóródás mindkét töltéshordozó esetén azonos módon játszódik le, így a mozgékonyágok hányadosa arányos lesz az effektív tömegek hányadosának a vonatkozó szórásmechanizmus szerinti hatványával; vagyis a /2/ - /4/ egyenletek alapján:



$$\mu_{2PO} / \mu_{1PO} \sim \left( m_2 / m_1 \right)^{-3/2}$$

$$\mu_{2I} / \mu_{1I} \sim \left( m_2 / m_1 \right)^{-1/2}$$

$$\mu_{2N} / \mu_{1N} \sim \left( m_2 / m_1 \right)$$

Vezessük még be a  $\gamma = \frac{m_1}{m_2}$  ( $\gamma > 1$ ) jelölést és ekkor az eredő mozgékonyosság kifejezhető a nehezebb lyukak /2/-/4/ szerint számolt mozgékonyasága és egy  $f_i / \gamma$  függvény segítségével:

$$\mu_i(\gamma) = f_i(\gamma) \mu_{1i}(1) \quad /13/$$

ahol

$$f_{PO}(\gamma) = \frac{2 \gamma^{3/2}}{1 + \gamma^{3/2}}$$

$$f_I(\gamma) = \frac{\gamma^{1/2} + \gamma^{3/2}}{1 + \gamma^{3/2}}$$

$$f_N(\gamma) = \frac{\gamma^{-1} + \gamma^{3/2}}{1 + \gamma^{3/2}}$$

/Az  $f_i / \gamma$  összefüggések meghatározásakor használt - az adicióra vonatkozó - egyszerűsítő feltételezés  $f_{PO} / \gamma$  esetén előfordul J.D.Wiley-nél is [16]. Az ionizált szennyezők esetén D.M.Brown és R.Bray vizsgálatai szerint [17] ez a közelítés elfogadható;  $f_N / \gamma$  esetén az előző kettő analógiája alapján jártunk el.  $f_I / \gamma$  meghatározásakor eltekintettünk attól, hogy az effektív tömeget  $b$  is tartalmazza, mivel  $m^*$  jelentősége és hatása nagyon kicsi  $b$ -n keresztül./

Az akusztikus fononok szóró hatását ebben a modellben másként vesszük figyelembe. J.D.Wiley és M.DiDomenico megmutatták, hogy a lyukak mozgékonyságának hőmérsékletfüggésében magasabb hőmérsékleteken  $T > 200$  K/ az elméleti és a kísérleti eredmények között rendszeresen tapasztalt ellentmondást fel



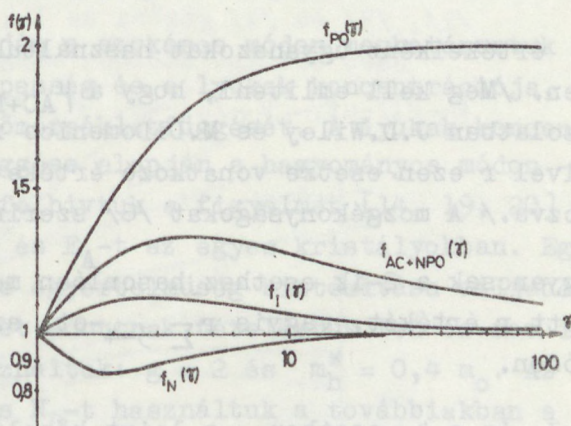
lehet oldani a nem poláros optikai fononokon történő szóródás figyelembevételével [15]. A nem poláros optikai fononokon történő szóródás mozgékony-ság-korlátozó hatását - E.M. Conwell nyomán [18]- az akusztikus fononok által meghatározott relaxációs időn keresztül számították ki [15]. Együttal figyelembe vették a kétféle lyuk jelenlétét is és így a mozgékony-ság:

$$\mu_{AC+NPO}^{(3)} = \left( \frac{\tau + \tau^{3/2}}{1 + \tau^{3/2}} \right) S(\theta, \eta, T) \mu_{LAC}^{(1)} \quad /14/$$

ahol  $S$  egy a  $\theta$ -tól,  $\eta$ -tól és  $T$ -től függő bonyolult integrál, amely a nem poláros optikai fononok szóró hatását veszi figyelembe. Teljes és közelítő alakja, illetve néhány értéke grafikus formában [15]-ben található meg.  $S(\theta, \eta, T) > 1$ , ha  $T/\theta > 0,1$ , tehát a gyakorlatban mindig.  $\eta = (E_{AC}/E_{NPO})^2$ , ahol  $E_{AC}$  az akusztikus és  $E_{NPO}$  a nem poláros optikai fononokra vonatkozó deformációs potenciál. A számolásoknál /mind a 3, mind a 4. esetben/  $\eta = 4$  értéket használtunk [15] nyomán. Egyidejűleg szükségessé vált

$E_{AC}$  értékének felülvizsgálata is. Korábbi számításaink alapján  $E_{AC} = 6,1$  eV-ot használtunk [7].

Az  $f_i/\tau$  függvények szerepének érzékeltetésére szolgál az 1. ábra, amelyen az  $f/\tau$  értékeket ábrázoltuk  $m_1/m_2$  függvényében 1 és 100 között, bár  $\tau$  reális értékeinek tartománya ennél szűkebb.



1. ábra

Az  $f/\tau$  függvények függése  $\tau = \frac{1}{m_2}$  től. A görbék maximumon /illetve  $f_N/\tau$  esetében minimumon/ mennek keresztül

J.D.Wiley és M.DiDomenico már [15]-ben utaltak arra, hogy az  $A^{III}B^V$  típusú félvezetőkben a poláros optikai fononokon történő lyukszóródás figyelembevételénél nem jogos, ill. számot-



tevő hibát okoz a /2/ képlet alkalmazása. A későbbiekben Wiley megmutatta, hogy az  $A^{III}B^V$ -ök p-típusú vegyértéksávjai esetén /2/-höz képest a mozgékonyosság egy 2-es faktorról nő [16], így tehát az alkalmazandó összefüggés teljes alakja:

$$\mu_{PO}(3) = 2 \left( \frac{2 r^{3/2}}{1 + r^{3/2}} \right) \mu_{LPO}(1) \quad /15/$$

A 3. esetben tehát a /12/-/15/ képletek alapján számoltuk a mozgékonyságokat, ismét  $r=1$ . Az összegezést a Matthiessen-szabály szerint végeztük el.

#### 4. eset: $r \neq 1$ .

A pontosabb számolásokhoz most sem nélkülözhető a Hall-faktor megfelelő figyelembevétele. A 4. esetben ezt tesszük meg a második esethez hasonlóan, csak most a két-lyuk közelítésen belül:

$$\mu_i(4) = r_i \mu_i(3)$$

$r$  értékeiként ugyanazokat használtuk, amelyeket a 2-ik esetben. /Meg kell említeni, hogy a  $\mu_{AC+NPO}$  mozgékonyossággal kapcsolatban J.D.Wiley és M.DiDomenico  $r = 1$ -et használt [15], mivel  $r$  ezen esetre vonatkozó értéke nincs pontosan meghatározva./ A mozgékonyságokat /6/ szerint összegeztük.

Ugyancsak a 2-ik esethez hasonlóan meghatároztuk az összegezett  $r$  értékét, vagyis  $r \sum 3-4$ -et, az ismerttetthez hasonló módon.

A 3. és a 4. esetben - a leirt közelítés módja miatt - nyilvánvalóan hibát okoz, de az egyszerűség kedvéért ezekben az esetekben is az egy-lyuk modell alkalmazásával kapott  $N_A$ ,  $N_D$  és  $p$  értékeket használtuk fel az ionizált és a semleges szennyezőkön történő szóródás figyelembevételével számolt mozgékonyságok meghatározásához.



#### IV. Kísérleti eredmények

Az előzőekben ismertetett számolásokat Zn-kel adalékolt p-típusú GaP kristályokon végeztük el. A kristályokat Ga olvadékból 5 at.% P és 0,01-0,001 at. % Zn hozzáadásával, zárt ampullában, lassú hűtéssel növesztettük. /Részletesebben megtalálható [9]-ben./ A kapott kristályokból csiszolással választottunk le minták készítésére alkalmas, viszonylag homogén, ikerhatároktól mentes, egykristályos lapkákat. Az elektromos mérésekhez szükséges ohmos kontaktusokat Zn tartalmú golyócskák beötvözésével állítottuk elő. Ezekhez elektromos kivezetésekként  $\varnothing$  60  $\mu\text{m}$ -es Au huzaldarabkákat forrasztottunk.

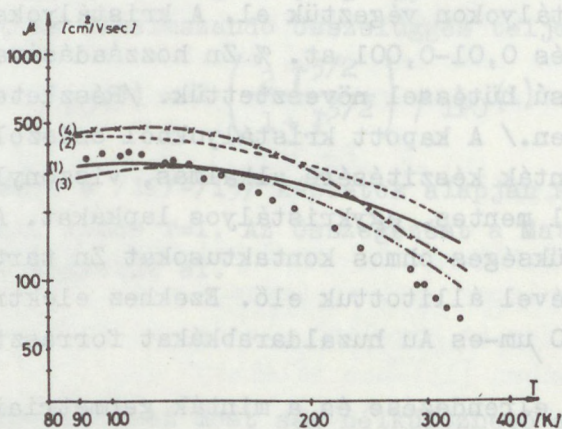
A kontaktusok elrendezése és a minták geometriai jellemzői elsősorban Van Der Pauw méréseket tettek lehetővé. A méréseket a 80-340 K-es hőmérsékleti tartományban végeztük egyenáramú kompenzációs módszerrel. A hőmérséklet beállítását biztosító kriosztát jellemzőit részletesebben ismertettük [19]-ben.

A mérési eredmények alapján a szokásos módon meghatároztuk a Hall-állandó, a vezetőképesség és a lyukak koncentrációja, valamint mozgékonyága hőmérsékletfüggését. A lyukak koncentrációjának hőmérsékletfüggése alapján a hagyományos módon - bár ennek veszélyeire felhívtuk a figyelmet [14, 19, 20] -, meghatároztuk  $N_A$ -t,  $N_D$ -t és  $E_A$ -t az egyes kristályokban. Egyszerűsítésként és nagyobb egyértelműség biztosítása céljából  $g$ -t és az effektív tömeget adottnak tételeztük fel és nem illető paraméterként használtuk:  $g = 2$  és  $m_h^* = 0,4 m_0$ . Az így meghatározott  $N_A$ -t és  $N_D$ -t használtuk a továbbiakban a /3/, /4/, /5/ és /13/ formulák alapján történő számolásokban.

A 2. és a 3. ábrán ábrázoltuk két kristály esetében a mért mozgékonyág és a négyféle eset alapján számolt mozgékonyág hőmérsékletfüggését, a 4. ábrán egy kristály esetén csak az első és a negyedik eset szerinti közelítéssel vetettük össze a kísérleti eredményeket. A számolt mozgékonyágoknál minden esetben csak az összegezett mozgékonyágot,  $\mu_{\Sigma}$ -t ábrázoltuk.



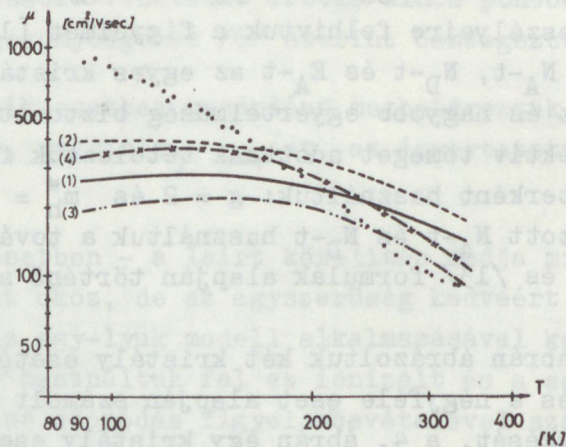
Az 5. ábrán bemutatjuk a Hall-faktorok,  $r_{\Sigma 1-2}$  és  $r_{\Sigma 3-4}$  hőmérsékletfüggését két kristály esetében.



2. ábra

A mozgékonyaság függése a hőmérséklettől a 46/1-es mintában. A körök jelzik a mért értékeket, az /1/, /2/, /3/ és /4/ görbék az 1., a 2., a 3. és a 4. eset szerint számolt mozgékonyaságukat:

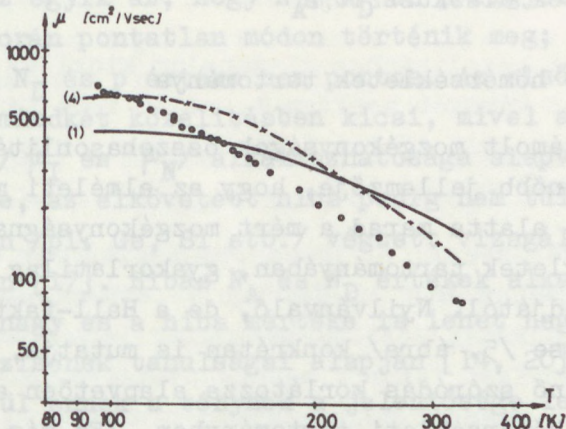
$\mu_{\Sigma 1/}$ -et,  $\mu_{\Sigma 2/}$ -öt,  $\mu_{\Sigma 3/}$ -at és  $\mu_{\Sigma 4/}$ -et.



3. ábra

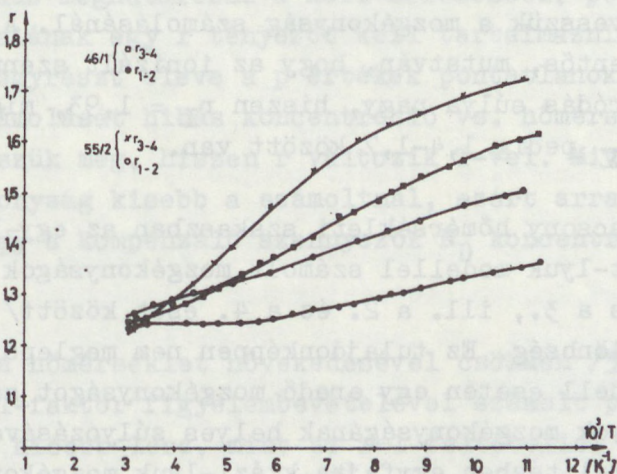
A mozgékonyaság függése a hőmérséklettől az 55/2-es mintában. A jelölések a 2. ábra szerint.





4. ábra

A mozgékonyság függése a hőmérséklettől az 55/1-es mintában. Jelölések a 2. ábra szerint.



5. ábra

A kétféle közelítésben számolt összegezett Hall-faktor,  $r_{\Sigma}$  változása a hőmérséklettel a 46/1-es és az 55/2-es minta esetében.



## V. Az eredmények diszkussziója

### a/ Az alacsony hőmérsékletek tartománya

A mért és a számolt mozgékonyságok összehasonlításának első és legszembetűnőbb jellemzője, hogy az elméleti mozgékonyság - jellemzően - alatta marad a mért mozgékonyásnak az alacsony hőmérsékletek tartományában, gyakorlatilag függetlenül a közelítés módjától. Nyilvánvaló, de a Hall-faktor értékének hőfokfüggése /5. ábra/ konkrétan is mutatja, hogy a szennyezőkön történő szóródás korlátozza alapvetően a mozgékony-ságot ebben a hőmérsékleti tartományban. /Ez még konkrétan látszik az egyes mozgékonyságok külön-külön történő ábrázolása esetén, amint azt megtettük [1]-ben./ Az elméleti és a kísérleti mozgékonyságok közötti különbség lényegesen csökken a 2. és a 4. eset szerinti közelítésben, amikor - a szokásos első közelítéstől eltérően - a Hall-faktor megfelelő értékeit figyelembe vesszük a mozgékonyság számolásánál. A közeledés mértéke jelentős, mutatván, hogy az ionizált szennyezőkön történő szóródás súlya nagy, hiszen  $r_I = 1,93$ , míg a többi  $r \leq 1,2$ ;  $r_{\Sigma}$  pedig 1,4-1,7 között van.

Ebben az alacsony hőmérsékleti szakaszban az egy-lyuk modellel és a két-lyuk modellel számolt mozgékonyságok között /tehát az 1. és a 3., ill. a 2. és a 4. eset között/ nem túl jelentős a különbség. Ez tulajdonképpen nem meglepő, hiszen a két-lyuk modell esetén egy eredő mozgékony-ságot számolunk ki a kétféle lyuk mozgékony-ságának helyes súlyozásával, míg az egy-lyuk közelítésben egyfajta kvázi-lyuk mozgékony-ságát számoljuk ki egy virtuális effektív tömeg alkalmazásával és ez az effektív tömeg alig tér el a kétféle lyuk effektív tömegének átlagától, /10/ alapján. Ezt az állítást kevéssé befolyásolja az a tény, hogy a két-lyuk modell esetén tulajdonképpen nem lenne szabad az eredetileg kapott  $N_A$  és  $N_D$  értékeket használni.

Az elméleti és a kísérleti mozgékony-ság közötti eltérést /csak  $\mu_{\Sigma}$  /2/ és  $\mu_{\Sigma}$  /4/-re gondolva/ alapvetően két tényező



okozhatja. Az egyik az, hogy  $N_A$ ,  $N_D$  és  $p$  figyelembevétel a számolások során pontatlan módon történik meg; a másik pedig az, hogy  $N_A$ ,  $N_D$  és  $p$  értéke nem pontos. Az első lehetőség valószínűsége mindkét közelítésben kicsi, mivel a használt összefüggések  $\mu_I$  és  $\mu_N$  alkalmazhatósága alapvetően nem vonható kétségbe, az elkövetett hiba pedig nem túl jelentős, a más anyagokon /pl. Ge, Si stb./ végzett vizsgálatok tapasztalatai alapján [17]. Hibás  $N_A$  és  $N_D$  értékek alkalmazásának valószínűsége nagy és a hiba mértéke is lehet nagy a  $p/T^{-1}$  görbék analízisének tanulságai alapján [14, 20]. A két-lyuk modellen belül ennek a ténynek a jelentősége lehet még nagyobb. Azt, hogy hibás  $N_D$ ,  $N_A$  és  $p$  értékeket használunk, a  $p/T^{-1}$  görbék analízisének módján kívül  $r$  hibás számbavétele is okozza. Az 5. ábra szerint  $r$  a teljes hőmérséklet tartományban jelentősen eltér egy-től, különösen alacsony hőmérsékleten. Ennek ellenére  $p$ -t, majd a  $p/T^{-1}$  görbét is a [11] alapján szokás meghatározni a Hall-mérésekből, pedig az egyenlet jobboldalának egy  $r$  tényezőt kell tartalmaznia. Ez kettős módon hat: egyrészt eleve a  $p$  értékek pontatlanok, másrészt  $N_A$  és  $N_D$  számolását hibás koncentráció vs. hőmérséklet görbe alapján tesszük meg, hiszen  $r$  változik  $T$ -vel. Mivel az elméleti mozgékonyág kisebb a számoltnál, ezért arra kell gondolnunk, hogy a kompenzáló szennyezők  $N_D$  koncentrációját túlbecsüljük.

Mivel  $r_{\Sigma}$  a hőmérséklet növekedésével csökken /5. ábra/, ezért a Hall-faktor figyelembevételével számolt  $p/T^{-1}$  görbék meredeksége kisebb lesz, mint az  $r=1$  feltétellel számoltaké, vagyis az így meghatározott  $p/T^{-1}$  görbék analízisének kisebb  $E_A$  aktivációs energiát kell szolgáltatnia. Mivel pedig  $r_{\Sigma} > 1$ , így  $p$ -nek alacsony hőmérsékleten is nagyobb /számtottevően nagyobb/ kell adódnia, ez pedig - általában - kisebb  $N_D$ -nek felel meg, ami összhangban van az előző bekezdésben említett tapasztalattal. /A két-lyuk modell esetén ugyanez a gondolatmenet lényegesen kevésbé nyilvánvalóan követhető végig, mivel több, részben egymással ellentétes hatású tényezőt kell figyelembe venni./



b/ A magasabb hőmérsékletek tartománya

Mivel  $r_{\Sigma}$  mindkét közelítésben viszonylag kicsi és alig tér egymástól, hiszen mindkét esetben  $r_{AC} = 1,18$  felé tart, így ennek szerepével nem kell többet foglalkoznunk, mint amennyire ezt már az a/ pontban megtettük.

Az 1. és a 2. eset szerint, viszonylag magas hőmérsékleten  $/T > 200K/$  a mozgékonytságot elsősorban az akusztikus fononokon történő szóródásnak kell korlátoznia, de nem sokkal kisebb a poláros optikai fononok mozgékonytság-korlátozó szerepe sem. Ugyanakkor a számolt mozgékonytságok változása a hőmérséklettel még jellegében sem olyan, mint amilyen a mért mozgékonytság hőmérsékletfüggése és abszolút értékében - különösen akkor, ha még a Hall-faktort is figyelembe vesszük - számottevően meghaladják a kísérleti értékeket  $/\mu_{\Sigma}(1)$  és  $\mu_{\Sigma}(2)$  a 2., 3. és 4. ábrán/. Ez utóbbin csak úgy lehetne változtatni, ha  $E_1$ -et, mint illesztő paramétert, nagyobbra választanók. Ezt azonban nem lehet megtenni, mivel  $E_1 > 20$  esetén az irodalomból ismert legnagyobb mért mozgékonytság [2] 100 K környékén már nagyobb lenne, mint az  $/l/$  összefüggéssel az akusztikus fononokra számolt mozgékonytság. /Ezt a kérdést a jelen dolgozatban nem részleteztük, de az állítás helyességé [1] és [2] alapján is megítélhető./ Ha mégis lehetne  $E_1$  változtatásával az abszolút értékeken változtatni, a hőmérsékletfüggés jellege nem lehetne jobban közelíthető, hiszen  $\mu_{AC} \sim T^{-3/2}$ , ugyanakkor a mért legnagyobb mozgékonytságok esetén  $\mu \sim T^{-(2,2-2,3)}$  [2,15]. A két-lyuk modell alapján számolt  $\mu_{\Sigma}/3/$  és  $\mu_{\Sigma}/4/$  jellegében jól leírja a mért mozgékonytság hőmérsékletfüggését és abszolút értékében sem haladja túlzottan meg. Ez a modell tehát lényegesen jobb közelítésben van a kísérleti eredményekkel, ami azt jelenti, hogy magasabb hőmérsékleten a mozgékonytságot alapvetően az akusztikus és a nem poláros optikai fononokon történő szóródás szabja meg viszonylag erősen adalékolt kristályokban is  $/N_A > 3 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}/$  a poláros optikai fononok szóró hatásának jelentősége lényegesen kisebb csakúgy, mint - nyilvánvalóan - az ionizált és a sem-



leges szennyezőké. Ez teljes összhangban van a nagyobb tisztaságú kristályokon megállapítottakkal [15]. /Az egyezés a használt paraméterek értékeinek elfogadhatóságára is utal./

A fentiek alapján, a további vizsgálatok szempontjából a következő lényegesebb megállapításokat tehetjük:

1. a közelítés módjától függetlenül is figyelembe kell venni a Hall-faktor értékét /legalább az 5. ábrán bemutatott, nyilvánvalóan közelítő jellegű adatokat/ és így revideálni a  $p/T^{-1}$  görbéket,
2. az újra számolt  $p/T^{-1}$  görbék alapján újra kell számolni  $E_A$ -t,  $N_A$ -t és  $N_D$ -t, ill. precízebbé kell tenni a vonatkozó analízist,
3. a két-lyuk modellel számolt mozgékonyság jobb közelítését adja a kísérleti eredményeknek, így elsősorban ezen modell alapján kell a vizsgálatokat folytatni, ugyanakkor pontosítani kell az alkalmazott módszert és paramétereket.

#### I r o d a l o m

- [1] Somogyi Károly: MŰFI Közlemények 0-14 /1974/ 65.
- [2] H.C.Casey, F.Ermanis, K.B.Wolfstirn: J.Appl.Phys. 40 /1969/ 2945.
- [3] M.M.Cohen, F.D.Bedard: J.Appl.Phys. 39 /1968/ 75.
- [4] Saját eredményeinken kívül pl. L.I.Kolesznyik, T.A.Poljanszkaja, G.A.Kaljuzsnaja személyes közlése alapján.
- [5] L.R.Weisberg: J.Appl.Phys. 33 /1962/ 1817.
- [6] C.Hammar, B.Magnusson: Physica Scripta 6 /1972/ 206.
- [7] K.Somogyi, T.A.Poljanszakaja: Közlés alatt.
- [8] D.A.Kleinmann, W.G.Spitzer: Phys.Rev. 118 /1960/ 110.
- [9] Bertóti I., Somogyi K.: Híradástechnika 21 /1970/ 133.



- [10] D.L.Rode, S.Knight: Phys.Rev. B. 3 /1971/ 2534.
- [11] pl. R.A.Smith: Semiconductors, University Press, Cambridge, 1959.
- [12] O.G.Lorimor: J.Appl.Phys. 41 /1970/ 5035.
- [13] J.D.Wiley, M.DiDomenico, Jr.: Phys.Rev. B. 3 /1971/ 375.
- [14] K.Somogyi: Phys.Stat.Sol. /a/ 20 /1973/ K127.
- [15] J.D.Weley, M.DiDomenico, Jr.: Phys.Rev. B. 2 /1970/ 427.
- [16] J.D.Wiley: Phys.Rev. B. 4 /1971/ 2485.
- [17] D.M.Brown, R.Bray: Phys.Rev. 127 /1962/ 1593.
- [18] E.M.Conwell: J.Phys.Chem.Solids 8 /1959/ 236.
- [19] Somogyi Károly, Pődör Bálint: közlés alatt.
- [20] K.Somogyi: MÜFI Közlemények 0-9 /1973/ 75.
- [21] K.Somogyi: MÜFI Közlemények 0-13 /1974/ 27.



# GaAs-RE KÉSZÍTETT GUNN DIÓDÁK OHMOS KONTAKTUSAINAK MÉRÉSI PROBLÉMÁJA

MOJZES Imre

## MEASUREMENT TECHNIQUES OF GaAs-OHMIC CONTACTS

A critical review on the measurement methods of GaAs ohmic contacts is given. The construction of a sample holder for "angle dependent geometrical magneto-resistance contact measurement method" is discussed.

Az egyes félvezető eszközök más-más követelményeket támasztanak a bennük alkalmazott kontaktusokkal szemben. Az ezeknek a követelményeknek megfelelő kontaktus eszköz-fizikai megfontolások alapján végzett technológiai kutatás eredménye. Az eszköz-szabta feltételeket kielégítő kontaktusnak azt a kontaktust nevezzük, melynek elektromos, mechanikai élettartam és stabilitási tulajdonságai megfelelnek az eszköz fizikai tulajdonságainak és kompatibilis az eszköz elkészítése során alkalmazott műveletekkel.

A kontaktus tulajdonságait a következő tényezők határozzák meg:

1. az alkalmazott fém-félvezető rendszer termikus és metallográfiai tulajdonságai,
2. a félvezető felületének előkészítése,
3. a fémezés felvitelének körülményei,
4. a fémezés utáni műveletek,
5. a fém-félvezető között levő barrier magassága,
6. a félvezetőben levő szennyeződés,



7. a fém-félvezető átmenetet elválasztó felület geometriai tulajdonságai /egyenletesség, görbület stb./.

Ezen tényezők befolyásolása a technológiai kutatás feladata, mely a megfelelően választott mérés technikai módszer segítségével a kontaktussal szemben támasztott követelményeknek a lehető legjobban megfelelő fémrendszert és technológiát eredményez.

A jó fémkontaktusok kiválasztása különösen azoknál az eszközöknél fontos, ahol viszonylag nagy áram folyik át a soros kontaktus ellenálláson. A Gunn-eszközök esetében is a soros kontaktus ellenálláson keletkező kis teljesítmény tovább növeli a kristály egyébként is jelentős hőterhelését.

A Gunn dióda elektromosan szimmetrikus elem. A diódában levő kontaktusoknak az alábbi három követelménynek kell megfelelni: [1]

1. A teljes kontaktus ellenállásnak a lehető legkisebbnek kell lennie.
2. A kontaktus I-V karakterisztikájának az origóra szimmetrikusnak kell lennie.
3. Megfelelő nagyfrekvenciás tulajdonságokkal kell rendelkeznie.

ad 1. A soros kontaktusellenállás rontja az eszköz hatásfokát, növeli a hőterhelést, csökkenti az élettartamot.

ad 2. Ha a fém-félvezető rendszer I-V karakterisztikája szimmetrikus, egy rendszerből elkészíthető az anód és katód oldali kontaktus.

ad 3. ATAMAN és mts. mérései megmutatták, hogy a fémrendszer kiválasztása befolyásolja az eszköz zajtényezőjét is. A legzajosabbnak az AgInGe fémrendszert találták. A zajtényező arany hozzáadásával a felére csökkenthető [2].



A technológiai kutatásban használható kontaktus minősítési módszereknél az alábbi követelményeknek kell megfelelni:

1. Lehetőleg magán a mérendő eszközön legyen kivitelezhető, tehát ne igényeljen külön próbadarabot.
2. Megvalósítása legyen egyszerű, könnyen elsajátítható.
3. A mérés pontossága nagy legyen.
4. A mérés adataiból lehetőleg következtetni lehessen a kontaktus tulajdonságait befolyásoló tényezők hatására.

A fenti négy követelménynek maradéktalanul megfelelő, minden eszköz-konstrukcióra alkalmas mérési módszert az irodalomban nem ismertettek.

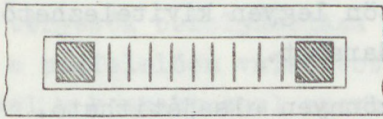
Az ismert kontaktus ellenállás mérési eljárásokat három csoportra oszthatjuk:

1. Tömb anyagra készített kontaktusok ellenállásának vizsgálatára szolgáló módszer.
2. Szigetelő alapra növesztett rétegen kialakított kontaktusok vizsgálatára alkalmas módszer.
3. Vezető alapra növesztett rétegeken kialakított kontaktusok vizsgálatára alkalmas módszer. /Az áram az  $n-n^+$  rétegen folyik át./
4. Tömb anyagok kontaktusainak vizsgálata geometriai módszerek segítségével történik. Speciális, általában három elektródát tartalmazó rendszereket készítenek. A kontaktus-ellenállás a következő feltételek teljesülése esetén határozható meg:

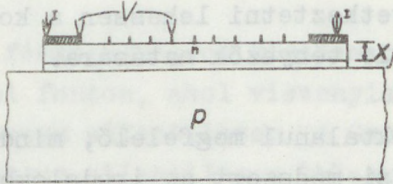
1. Az  $R = V_{21}/I_{21}$  és  $R^1 = V_{21}/I_{31}$  kiszámítható legyen  $V_{21}$  - az első és második elektróda között levő feszültség,  $I_{21}$  az első és második;  $I_{31}$  az első és harmadik kontaktuson átfolyó áram.
2. A kontaktus egész felszíne homogén.
3. A tömb fajlagos ellenállása ismert és adott.



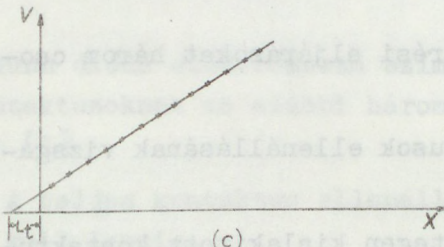
A mérések SHOCKLEY módszere szerint is elvégezhetők. Itt két kontaktus között feszültség-szondával felveszik a potenciáloszlást [4].



(a)



(b)



(c)

1. ábra

A kontaktus ellenállás

$$R_c = R_s L_t^2$$

ahol  $R_s$  a minta tömbellenállása,  $L_t$  kísérletileg meghatározott állandó /1.ábra/. A módszer kivitelezése nehézkes.

Az ilyen ún. geometriai mérésekről [4,5] SZOKOLOV bebizonyította, hogy ha a fenti feltételek közül valamelyik nem teljesül, a mérés hibája 100% is lehet.

Négy elektróda segítségével is meghatározható tömb anyagra készített kontaktus ellenállása

[6]. A kontaktusok elrendezése

a 2. ábrán látható.

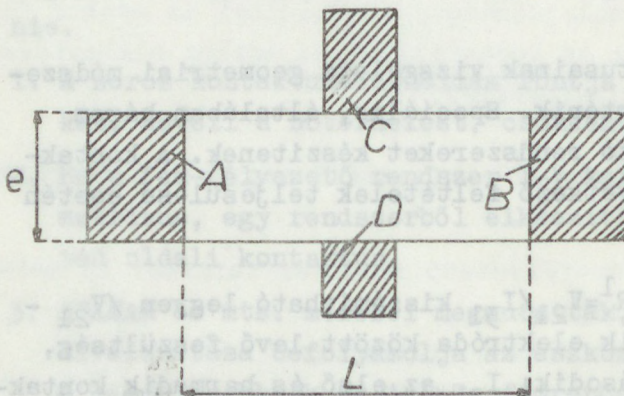
A mért ellenállások

$$R_{AB} = \frac{\rho L}{eh} + \frac{\rho c}{eh} \quad /2/$$

$$R_{CD} = \frac{\rho L}{h} \frac{1}{\frac{x}{e} + 0,30} + \frac{\rho c}{xh}$$

ahol  $\rho_L$  és  $\rho_c$  a tömbi és kontaktus ellenállások. A 0,30-as állandót kísérletileg határozták meg. A mérés pontosságát akkor,

ha az  $R_{CD}$  nem nagyon söntöli  $R_{AB}$ -t, a szerzők 5%-ban adják meg. A módszer továbbfejlesztett változatával nagyterü



2. ábra



viselkedés is vizsgálható, ez azonban alkalmas módon készített ideális kontaktussal ellátott próbadarabot igényel.

2. Szigetelő alpra növesztett eszközök planár elrendezésűek. Ilyen eszközök kontaktusainak vizsgálatát BERGER munkája foglalja össze [7]. A módszert alkalmazzák GaAs FET-tranzisztorok vizsgálatára is [8].

3. Vezető alapon levő diódák /ún. szendvics-szerkezetek/ kontaktusainak minősítését legegyszerűbben az I-V karakterisztika segítségével végezhetjük. Ebben az esetben ismertnek tetelezzük fel az aktív réteg vastagságát és a GaAs letörési feszültségét /3,5 kV/cm/. Ez a módszer csak becslést ad a soros kontaktus ellenállás értékéről, mivel a szennyezés eloszlás és a vastagság, valamint a kontaktusfém beötvöződésének egyenetlenségei pontos mérést nem tesznek lehetővé.

Ha az eszköz geometriai adatai ismertek és az aktív réteg mozgékonyosságát független mérésből ismerjük, akkor mérve az eredő ellenállást, a kontaktus ellenállás kiszámítható.

Kész eszközön pontosabb mérést végezhetünk BLOOD módszere szerint [9]. Itt  $n^+$  alapon kialakított  $n$ -réteg mozgékonyosságát mérik, innen kapható meg a kontaktus ellenállás.

Másik módszer  $n-n^+$  rétegeken kialakított kontaktusok ellenállása vizsgálatára COX és STRACK módszere [10]. Ha a szubsztrát oldalt teljes felületén ohmos kontaktus borítja és az aktív oldalon levő kontaktus kör alakú, a dióda két kivezetése között mért ellenállás

$$R_T = \frac{\rho}{d\pi} \arctan \frac{4}{d/t} + \frac{4R_c}{\pi d^2} + R_o$$

ahol  $t$  - az aktív réteg vastagsága,

$d$  - az aktív rétegen levő kontaktus átmérője,

$R_o$  - a szubsztrát és a szubsztrát oldali kontaktus ellenállása,

$R_c$  - az aktív rétegen levő kontaktus ellenállása.



Azonos fémrendszerek és kontaktálási körülmények esetén mindig igaz:

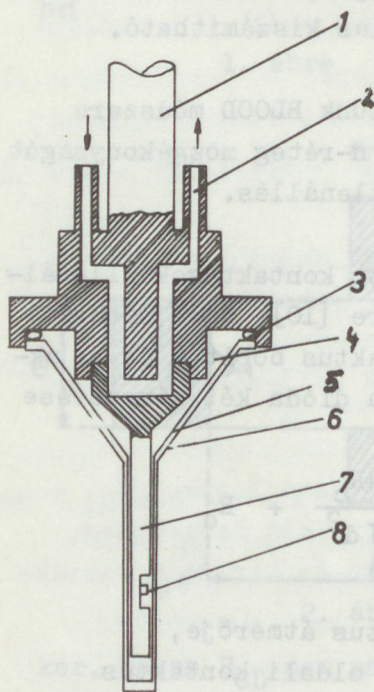
$$R_o \ll R_c$$

Különböző átmérőjű korong alakú kontaktusok ellenállásának méréséből a fajlagos kontaktus ellenállás meghatározható. A módszer külön próbadarabot igényel. A pontosság a geometriai mérések pontosságától függ.

Szendvics szerkezetű diódák minősíthetők mágneses ellenállás változás segítségével is nagy mágneses térben [11]. A mért ellenállás olyan félvezetőkből készült eszközöknél, ahol a galvanomágneses állandók nem függenek a kristály orientációjától:

$$R_m = R_o \frac{A/H/}{1 + B/H/ \cos^2 \varphi} + R_c$$

ahol  $R_o$  a minta ellenállása  $H=0$ -nál,  $R_c$  a kontaktus ellenállás,  $A/H/$  és  $B/H/$  olyan függvények, melyek csak a  $H$  nagyságától függenek, de annak irányától nem. A mérés kész eszközön



3. ábra

végezhető, kivitelezési pontossága nagy. Megfelelő, négyvezetékes mérőrendszerrel mérve a kontaktus ellenállás 1%-os pontossággal meghatározható, akár már mart, akár marás előtti dióda-struktúrán. Ismerve a soros kontaktus-ellenállás pontos értékét, elvégezve a szokásos kisterű GMR mérést, a kész eszköz aktív rétegében levő töltéshordozó mozgékonyosság is nagy pontossággal meghatározható.

A mérés elvégzésére szolgáló általunk készített mintatartó vázlatos rajza a 3. ábrán látható. A mintatartó körszimmetrikus, a forgásszög  $0,2^\circ$  pontossággal mérhető.



Az 1 tartó merev tartást biztosít. A 2 csőrendszeren keresztül kering a hűtőfolyadék, ez biztosítja egy ultratermosztát segítségével a hőfokstabilitást. A hűtés miatt a minta a 4 vákuumtérben helyezkedik el, a 3 gyűrű biztosítja a tömitést. Az 5-tel jelölt helyen kis fűtőtest van, ezt hőfokszabályozóról tápláljuk. A 6 kupak biztosítja a minta védelmét. A 7 nyakrész cserélhető, ez lehetővé teszi különböző kialakítású minták befogását. A 8 helyen van a minta. Egészen a mintáig négy vezeték megy, így a mérés hibája kicsi.

Összegezve megállapítható, hogy a geometriai kontaktus ellenállás mérési módszerek kielégítő eredményt nem adnak. Fizikai mérések segítségével a kontaktus jól vizsgálható, hőfokfüggés, I-V-karakterisztika segítségével tisztázható a kontaktus jellege, a vezetés mechanizmusa.

#### I r o d a l o m

- [1] C.R.Paola: SSE, 13, 1189 /1970/.
- [2] A.Ataman et al.: AEÜ, 25, 396 /1971/.
- [3] Szokolov Ju.F., Elenkrig B.B.: Sov.Solid State Phys. 7, No.3, 627.
- [4] A.Y.C. Yu.: SSE, 13, 239 /1970/.
- [5] R.M.G.Bolton: Electron.Lett. 5, 662 /1969/.
- [6] J.P.Nougier, M.Rolland: SSE, 16, 1399 /1973/.
- [7] H.H.Berger: SSE, 15, 145 /1972/.
- [8] W.Kellner, ESSDERC 1974, Nottingham.
- [9] P.Blood: Acta Electronica, 15, No.1, 33 /1972/.
- [10] R.H.Cox, H.Strack: SSE, 10, 1213 /1967/.
- [11] L.Gutai, I.Mojzes: ESSDERC 1974, Nottingham.







SZÉLESSÁVÚ FÉLVEZETŐKBEN LEVŐ MÉLY SZINTEK  
BETÖLTÖTTségÉNEK HŐMÉRSEKLETfüGGÉSE  
FOTÓGERJESZTÉS ESETÉN

Dr. MARKÓ Imre

TEMPERATURE DEPENDENCES OF DEEP LEVEL FILLING  
BY MEANS OF PHOTOEXCITATION IN THE WIDE  
GaP SEMICONDUCTORS

This paper gives an analysis for the temperature dependence of the filling of trapping levels and recombination centres. It was found that the filling of the trap levels did not depend, while the filling of the recombination centres depended on the photoexcitation mechanism. A model is proposed to explain the increase of the filling of recombination centres when the temperature increases in the case of extrinsic photoexcitation from a shallow acceptor level.

Mint ismeretes, a termostimulált folyamatok /TL, TSC, TSCAP/ méréséből igen sok információt nyerhetünk a szigetelő, félvezető és félszigetelő anyagok tilos sávjaiban levő lokális mély energiaszintekről, amelyek döntően befolyásolhatják a legkülönbözőbb elektronikai és optikai eszközök működését, és amelyek ismerete, ellenőrzése és kézbentartása biztosíthatja csak a jobb minőségű eszközök létrehozását. Különösen fontos a különböző mély centrumok koncentrációjának meghatározása. A termostimulált áramok /TSC/ és a termolumineszcencia /TL/ méréseknél a TSC és a TL görbék alatti területből következtethetünk a mély centrumok koncentrációjára. Az irodalomban több utalás található [1-3] arra, hogy a TL és a TSC görbék alakja és a görbék alatti terület függ a gerjesztési körül-



ményektől. Bizonyos anyagokban fotokémiai hatásokkal magyarázhatók a mérési eredmények [2], míg más anyagokban kimutatták, hogy bizonyos centrumok körül potenciálbarrier alakulhat ki és ez befolyásolja a szint betöltődését [3]. Jelen dolgozatban azt szeretnénk megmutatni, hogy az előző mechanizmusoktól eltérő módon is változhat a TSC /TL/ görbe alatti terület a T gerjesztési hőmérséklet változtatásával.

Vizsgáljuk meg a klasszikus egyszintes csapdamodell betöltöttségének hőmérsékletfüggését. Az egyszerűség kedvéért vizsgáljunk meg egy elektron csapdát. A csapdába befogott elektronok számának változását minden idő-pillanatban az alábbi egyenlet írja le [4]:

$$\dot{n}_t = n C_{np_t}^t - n_t N_c C_n^t \exp(-E_t/kT) \quad /1/$$

ahol  $n$  - a vezetési sávban levő elektronok száma,

$n_t$  - a csapdába befogott elektronok száma,

$p_t$  - a csapdában levő szabad helyek száma,

$C_n^t$  - a csapdának a vezetési sávra vonatkoztatott befogási állandója, amely a befogási hatáskeresztmetszet és az elektronok termikus sebességének a szorzata,

$N_c$  - a vezetési sávban levő állapotok száma,

$E_t$  - a csapdaszint távolsága a vezetési sáv aljától,

$k$  - a Boltzmann állandó és

$T$  - az abszolút hőmérséklet.

A csapdaállapotok számát  $N_t$ -t az alábbi egyenlet adja meg:

$$N_t = n_t + p_t \quad /2/$$

Stacioner esetben az /1/ bal oldala zérus, így /2/ figyelembevételével és az "s" index bevezetésével felírhatjuk a csapda betöltöttségét.

$$\frac{n_{ts}}{N_t} = \frac{1}{1 + \frac{N_c}{n} \exp(-E_t/kT)} \quad /3/$$



/3/-ból világosan kiolvasható a csapda betöltöttségének hőmérsékletfüggése. Ha az  $n \cdot \exp(E_t/kT) \gg N_c$ , akkor a csapda gyakorlatilag teljesen betöltődik. A hőmérséklet emelésével monoton csökken a betöltöttség. Csapdaszintek vizsgálatához tehát minél alacsonyabb gerjesztési hőmérsékletet alkalmazunk, annál jobban közelít a /3/ bal oldala az egyhez. Figyelemre méltó, hogy a csapda betöltöttsége nem függ a gerjesztés mechanizmusától, nem érzékeny arra, hogy honnan gerjesztjük a nem-egyensúlyi elektronokat a vezetési sávba.

Megváltozik a helyzet, ha a vezetési sávból befogott elektron termikus kiszabadulásának a valószínűsége  $N_c C_n^t \exp(-E_t/kT)$  kisebb, mint a vegyérték sávból történő lyukbefogás valószínűsége:  $p C_p^t$ . Itt  $p$  a vegyérték sávban levő lyukak száma,  $C_p^t$  a szintnek a vegyérték sávra vonatkoztatott befogási állandója, amely a befogási hatáskeresztmetszet és a lyukak termikus sebességének szorzata. Ebben az esetben a szintet "rekombinációs centrum"-nak nevezik, és a betöltöttséget a

$$\dot{n}_i = n C_n^i p_i - p C_p^i n_i \quad /4/$$

$$N_i = n_i + p_i \quad /5/$$

egyenletekből fejezhetjük ki. Az "i" index az i-k rekombinációs centrumot jelöli. Stacioner esetben a betöltöttség:

$$\frac{n_{is}}{N_i} = \frac{1}{1 + \frac{p C_p^i}{n C_n^i}} \quad /6/$$

alakban írható fel [6].

Analóg módon írható fel egy olyan rekombinációs centrum betöltöttsége /lyukakkal/, amely magasabb hőmérsékleten akceptor típusú volt /tehát csak a vegyérték sávval kommunikált/:

$$\frac{p_{is}}{N_i} = \frac{1}{1 + \frac{n C_n^i}{p C_p^i}} \quad /7/$$



/6/ és /7/ egyenletekből látható, hogy rekombinációs centrumok esetén a betöltöttség erősen függ a nem-egyensúlyi töltéshordozók létrehozásának módjától.

Intrinsic gerjesztés esetén, például - amikor a gerjesztő fény mozgékony elektron - lyuk párokat hoz létre - a betöltöttség nem függ a gerjesztés hőmérsékletétől.

Extrinsic - vagy szennyező szintről történő - gerjesztés esetén a gerjesztő fény mozgékony elektronokat és kötött lyukakat hoz létre, vagy fordítva. Ebben az esetben sem a /3/, sem a /6/ és /7/ képletek nem alkalmazhatók, mert az a szint, amelyről a gerjesztés történik, véges koncentrációjú. Így, míg az egyik típusú töltéshordozó számát az intrinsic koncentráció határozza meg, a másik típusú töltéshordozók száma az idővel kezdetben növekvő, majd egy maximum után csökkenő függvény szerint változik és így stationer állapotról nem lehet beszélni.

Vizsgáljuk meg az extrinsic gerjesztés egy érdekes részese-tét, amikor a gerjesztés egy sekély akceptor szintről történik. "a" indexszel jelölve a sekély akceptor szintet, a folyamatot - /4/ és /5/ egyenletekkel kiegészítve - az alábbi differenciál egyenletrendszer írja le:

$$\dot{n} = G - nC_{n}^i p_i \quad /8/$$

$$\dot{p}_a = G + pC_{p}^a n_a - p_a N_v C_p^a \exp(-E_a/kT) \quad /9/$$

$$\dot{p} = p_a N_v C_p^a \exp(-E_a/kT) - pC_{p}^i n_i \quad /10/$$

ahol  $G$  - az egységnyi idő alatt gerjesztett vezetési elektronok száma,

$N_v$  - a vezetési sávban levő állapotok száma és

$E_a$  - a sekély akceptor szint távolsága a vegyérték sáv tetejétől.

Természetesen a sekély szintre is érvényes a /2/ egyenlet.



Azonnal látható, hogy a hőmérséklettel nagyon erősen változik a p/n arány, ugyanis míg az elektronokat kívülről, a hőmérséklettől függetlenül gerjesztjük, a szabad lyukak termikusan szabadulnak ki a sekély csapdából, és ez a folyamat exponenciálisan függ a hőmérséklettől.

/7/ meghatározásához tehát szükség van a p/n hányados hőmérsékletfüggésének meghatározására. Stacioner esetben a /4/, /8/, /9/ és /10/ egyenletek bal oldalai zérusok, így a kapott algebrai egyenletrendszerből a /2/ és /5/ kiegészítő egyenleteken keresztül kifejezhető p és n az anyagban szereplő lokális energiaszintek paraméterein és a hőmérsékleten keresztül.

Általában azonban a sekély szint paramétereit nem határozhatók meg közvetlenül a TSC és TL mérésekből, ezért célszerűnek látszik más független mérési eredményeket felhasználni n és p meghatározására. Ilyen mérés lehet a gerjesztés közbeni stacioner fotoáram mérése.

$$I_{fs} = q \mu_n n + \mu_p p \frac{U}{d} \quad /11/$$

ahol  $q$  - az elemi töltés,

$\mu_n$  és  $\mu_p$  - az elektronok és a lyukak mozgékonyasága,

$U$  - a mintán eső feszültség,

$d$  - a minta hossza.

A /4/ és /8/ egyenletekből /5/ segítségével kapunk egy összefüggést n és p között:

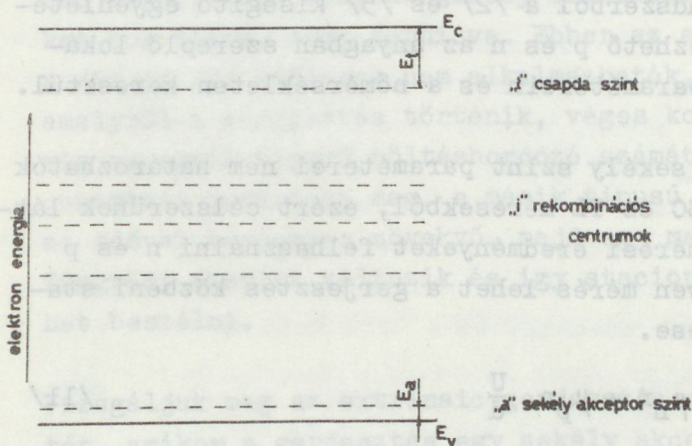
$$G = \left[ \frac{1}{N_i C_n^i} + \frac{1}{N_i C_p^i} \right]^{-1} \quad /12/$$

/11/ és /12/ lehetőséget ad n és p kifejezésére a fotoáram és a mély centrumok paraméterein keresztül. /Ez a módszer lehetővé teszi a TSC és TL módszerrel nem tanulmányozható sekély centrum paramétereinek meghatározását a fotóáram mérésekkel kiegészített TSC mérésekből./



A /8/ - /10/ egyenletek analiziséből megállapítható, hogy a gerjesztési hőmérséklet növekedésével  $n$  nem változik, a  $p$  viszont exponenciálisan növekszik - egészen addig, amíg a sekély szintről történő termikus lyukkipárolgás sebessége eléri a fényvel történő elektrongerjesztés sebességét. Ennél a kritikus  $T_k$  hőmérsékletnél magasabb hőmérsékleteknél a  $p/n$  arány - akár csak az intrinsic gerjesztés esetén - nem változik.

Külön érdemes felfigyelni arra a tényre, hogy mivel a külön-



böző centrumoknál a  $C_n^i/C_p^i$  arány különböző, /7/ szerint a betöltöttség különböző mértékben változik a gerjesztési hőmérséklet növelésével, de minden centrum egyazon hőmérsékletnél éri el a maximális telítettségét.

1. ábra

Az "a", "i" és "t" centrumok elhelyezkedése a tiltott sávban

$E_c$  - a vezetési sáv alja,

$E_v$  - a vegyértéksáv teteje

Általában nagyon nehéz olyan mintát készíteni, amely-

ben csak csapda, vagy csak rekombinációs centrumok vannak. Ezért érdemes megvizsgálni, hogy mi történik egy olyan mintában, amelyben a sekély akceptor centrumon és rekombinációs centrumokon kívül egy elektron csapda is van, amelynek akkora az  $E_t$  aktivációs energiája, hogy a csapda csak  $T_k$ -nál nagyobb hőmérsékleteken ionizálódik. Ebben az esetben a folyamat leírásánál a /8/ egyenlet az alábbiak szerint módosul:

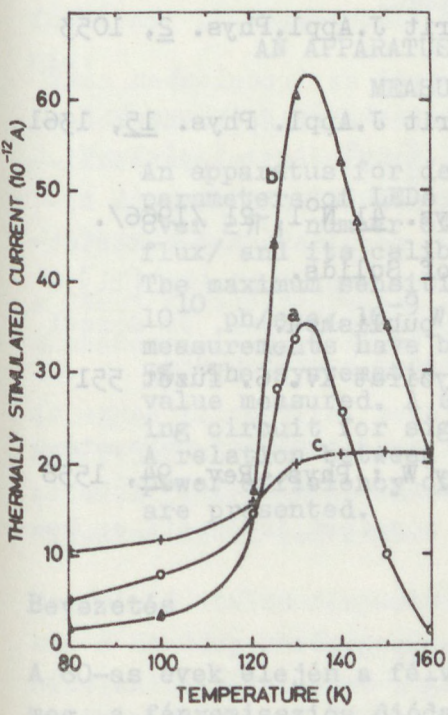
$$\dot{n} = G + n_t N_c C_n^t \exp\left(-\frac{E_t}{kT}\right) - n \left[ C_n^i p_i + C_n^t p_t \right] \quad /13/$$

/13/ második és negyedik tagját csak  $T_k$ -nál nagyobb hőmérsékleteknél kell figyelembe venni, amikor /10/ jobb oldalának



első tagja egyenlő G-vel. Így látható, hogy  $T_k$ -nál alacsonyabb hőmérsékleteknél T növelésével n változatlan marad, de p növekszik, míg  $T_k$ -nál magasabb hőmérsékleteken T növelésével n növekszik és p marad változatlan. Tehát /7/ alapján egy - a gerjesztés hőmérsékletén - rekombinációs centrum betöltöttsége /lyukakkal/ a gerjesztési hőmérséklet növelésével növekszik, majd  $T_k$ -nál magasabb hőmérsékleteknél csökken.

Itt szeretnénk megjegyezni, hogy félszigetelő GaAs TSC vizsgálata közben kísérletileg is sikerült kimutatni [5] a betöltöttség ilyen jellegű változását a gerjesztési hőmérséklet függvényében.



2. ábra  
Félszigetelő /O<sub>2</sub>-vel adalékolt/ GaAs minta három különböző szinthez tartozó TSC görbe csúcsáramának változása a gerjesztési hőmérséklet függvényében / [5]-ből átvett ábra/

/7/ hőmérséklet szerinti deriváltjából lehetőség nyílik  $T_k$  meghatározására. A maximumfeltétel felírható

$$n \frac{dp}{dT} - p \frac{dn}{dT} = 0 \quad /14/$$

alakban. /4/, /8/, /9/, /10/ és /14/ egyenletekből a

$$T_k = \frac{E_a}{k \left[ \ln N_v C_p^a + \ln \left( \frac{G}{n} - \frac{G}{n} - \sum \rho_{is} C_n^i + \sum n_{is} C_p^i - N_a C_p^a \right) - \ln p C_p^a - \ln \left( \sum \rho_{is} C_n^i - \sum n_{is} C_p^i - \frac{G}{n} \right) \right]} \quad /15/$$

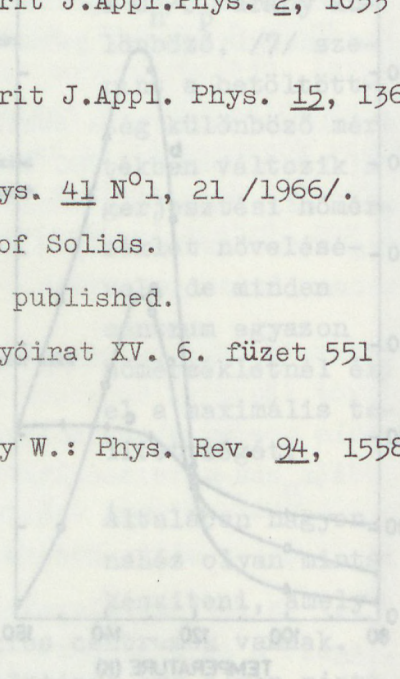


adódik. A /15/-ből meghatározott  $T_k$  érték a már említett [5] dolgozatban ismertetett GaAs mintán végzett mérési eredményekkel jó egyezést mutat.

Végül köszönetet mondok Dr.Sviszt Pálnak és Dr.Pataki Györgynek az értékes tanácsaikért és a hasznos diszkusszióikért.

### I r o d a l o m

- [1] Cowell T.A.T. and Woods J.: Brit J.Appl.Phys. 2, 1053 /1969/.
- [2] Woods J. and Nicholas K.H.: Brit J.Appl. Phys. 15, 1361 /1964/.
- [3] Bube R.H. et al.: J. Appl. Phys. 41 N<sup>o</sup>1, 21 /1966/.
- [4] Bube R.H.: Photoconductivity of Solids.
- [5] Markó I. and Sviszt P.: to be published.
- [6] Pataki G.: Magyar Fizikai Folyóirat XV. 6. füzet 551 /1967/.
- [7] Van Roosbrock W. and Schockley W.: Phys. Rev. 94, 1558 /1954/.





FÉNYEMISSZIÓS DIÓDÁK FOTORADIOMETRIAI  
JELLEMZŐINEK VIZSGÁLATA

TÓTH Béla

AN APPARATUS FOR PHOTORADIOMETRIC  
MEASUREMENTS OF LEDs

An apparatus for determining the photoradiometric parameters of LEDs /luminous intensity, luminous flux over  $2\pi$ , number of emitted photons per sec, radiant flux/ and its calibration procedure is described. The maximum sensitivities are 0.1 mcd,  $10^{-3}$  mlm,  $10^{10}$  ph/sec,  $10^{-9}$  W, correspondingly. The results of measurements have been found to be reproducible within 5%. The systematic error does not exceed 30% of the value measured. A spectrometer with continuous dividing circuit for signal correction is described, too. A relation between external quantum efficiency and power efficiency of LEDs is given. Experimental data are presented.

Bevezetés

A 60-as évek elején a félvezető technikában új eszköz jelent meg, a fényemissziós dióda /FED/<sup>\*</sup>. Ez tulajdonképpen egy nem-egyensúlyi állapotban levő p-n-átmenet, amely fényt állít elő. A fotovoltaikus effektussal ellentétes folyamattal van dolgunk, ugyanis a FED esetében a villamos energia közvetlenül fényenergiává alakul át. A FED előnyös tulajdonsága, hogy üzemeltetéséhez csak volt nagyságrendű feszültség szükséges, ami az integrált áramkörökkel való együttes alkalmazásra nyújt módot. Ennek megfelelően felhasználása - főleg fotode-

\* Az angolszász irodalomban a LED rövidítés használatos.



tektorokkal kombinálva - igen széles körben lehetséges. Az alkalmazási területeket megközelítőleg a következőképpen csoportosíthatjuk: mikroelektronika és számítógéptechnika; távközlési rendszerek; fotodetektorok etalonizálása és hitelesítése; lasertechnikai alkalmazások.

A fényemissziós diódák spektrometriai, illetve fotoradiometriai paramétereinek ismerete mind a fizikai folyamatok vizsgálatánál, mind a gyakorlati alkalmazáshoz történő minősítés szempontjából alapvető fontosságú.

Az egyes paraméterek mérési módszereiről az irodalomban csak elszórtan található adatok. Legtöbbször a külső kvantumhatásfok meghatározásával foglalkoznak [1-7], ami méréstechnikailag a legkevésbé problematikus. A közvetlenül mérhető fotoradiometriai adatok közlésekor elvi megoldást nem ismertettek [8-10]. Bergh és Dean monográfiában összefoglalta [11] a FED eszközök összes fotoradiometriai paramétereit, de mérési módszert nem közölnek egyetlen paraméter esetében sem.

A jelen munka a FED eszközök főbb fotoradiometriai paramétereinek /fényerősség, fényáram, fotonszám, kisugárzott fényteljesítmény/ méréséhez kidolgozott módszert ismerteti és bemutat néhány mérési eredményt.

## 1. FED eszközök fotoradiometriai vizsgálata

A FED eszközök minősítésénél a legfontosabb fotoradiometriai paramétereket két csoportra lehet osztani. Egyrészt az emberi szem érzékenységét is figyelembe vevő paraméterekre: ilyen a kandelában mért fényerősség és a lumenben mért fényáram; másrészt csak a FED által kisugárzott fényre jellemző paraméterekre: ilyen a W-ban mért kisugárzott fényteljesítmény, valamint a fotonszám, amely a sugárzás intenzitását az 1 mp alatt kibocsátott fotonok számával jellemzi.

A fentiek alapján látható, hogy a fényerősség és a fényáram méréséhez olyan detektort kell használni, amelynek érzékeny-



sége a különböző színű fényekre az átlagos emberi szem érzékenységének felel meg. A kisugárzott fényteljesítmény méréséhez viszont az adott hullámhossz-tartományban állandó érzékenységű detektor szükséges. Az általunk használt fotodetektorok p-i-n típusú Si-fényelemek, amelyeket szinszűrőkkel láttak el, hogy érzékenységük az adott hullámhossz-tartományban a kívánalmaknak feleljen meg.

A különböző fotoradiometriai paraméterek meghatározásánál a mért fizikai mennyiség minden esetben az érzékelőn átfolyó fotoáram. Az árammérőnek három követelményt kell kielégítenie:

1. A fényelemek rövidzárási áramának mérése.
2. Megfelelő érzékenység, esetünkben  $3 \cdot 10^{-9}$  A.
3. A linearitás biztosítása az érzékelő lineáris mérési tartományán belül.

A fenti követelményeknek megfelelő árammérőt Németh K. és munkatársai dolgozták ki [12].

Az egyes fotometriai mennyiségek méréséhez a célnak megfelelő mérőfejet kell kiképezni, az árammérőn az egyes mennyiségek hitelesítésére és mérésére szolgáló áramköri elem beiktatását átkapcsolással végezzük.

Megfelelő etalon fényemissziós dióda hiánya miatt problematikus a mérőfej-mérőműszeregység hitelesítése. Jelen esetben a hitelesítésnél ismert sugárzási eloszlású volfrámszálas izzólámpát alkalmaztunk. Különböző paraméterek mérésére szolgáló mérőfejek kiképezését és hitelesítését az 1.1., 1.2., 1.3., ill. 1.4. pontokban ismertetjük.

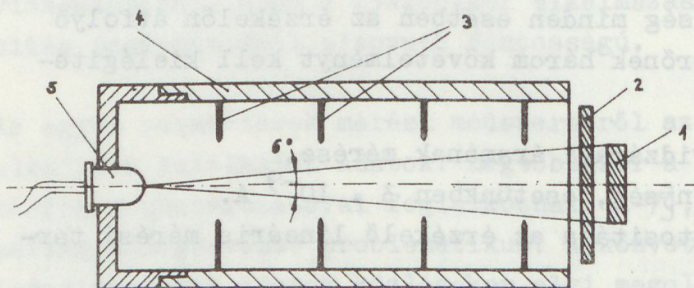
#### 1.1 A fényerősség mérés és hitelesítése

A fotoradiometriai jellemzők közül a fényerősség mérése okozza a legtöbb problémát, mivel ebben az esetben a FED fényének csak töredék részét szabad hasznosítani, azaz a fotodetektorra csak kicsiny térszögből /kb.  $6^{\circ}$ -os nyílásszögű kúpból/ ér-



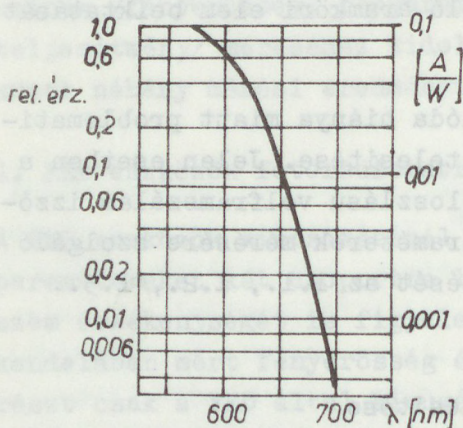
kezhet fény. Figyelembe véve, hogy a FED fényerőssége a fő megfigyelési irányban a működési körülményektől és típustól függően  $/0,1-15/ \cdot 10^{-3}$  kandela között változik, valamint azt, hogy a  $0,02 \mu\text{A}/\text{lux}$  érzékenységű detektor  $10^{-9}$  A érzékenységű árammérőhöz csatlakozik, ki lehet számítani, hogy a fényerősség mérésénél a FED és a detektor között kb. 10 cm távolságot kell biztosítani.

Mérőfej: A fényrekeszekkel felszerelt tubus a hozzácsatlakozó PIN-10 RP



1. ábra

Mérőfej fényerősség méréséhez  
 1 - Si fényelem; 2 - színszűrő;  
 3 - fényrekeszek; 4 - tubus;  
 5 - FED



2. ábra

A PIN-10 RP tip. szűrővel ellátott UDT gyártmányú Si fényelem szinképi érzékenységeloszlása

tipusú detektorral és feketített mintatartóval /1. ábra/. A detektor érzékenységének szinképi eloszlása az /580-720/ nm tartományban  $\pm 5\%$  pontossággal a CIE láthatósági görbének felel meg /2. ábra/.

A mérőfej hitelesítésénél alkalmazott elrendezést vázlatosan a 3. ábra mutatja be. A fényútba RG 2 tip. színszűrőt helyeztünk be, hogy csak a  $\lambda \geq 640$  nm hullámhosszúságú fényrel dolgozzunk.

A hitelesítés menete:

a/ OSRAM V ( $\lambda$ ) Si fényelemmel megmértük az etalon fényforrás fényerősségét. Erre  $F_1 = 8,53$  kandela érték adódott.



b/ A mintatartó nélküli mérőfejet az árnyékoló lap után a fényútba helyeztük és kiszámítottuk a Si fényelem aktív rétegeére eső  $\Delta\phi_1$  fényáram értékét a következő összefüggésből:

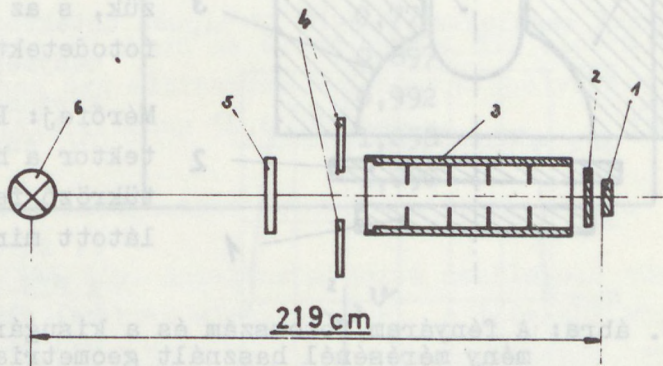
$$\Delta\phi_1 = F_1 \Delta\Omega_1, \text{ ahol } \Delta\Omega_1 \equiv \frac{\Delta S}{r_1^2} \quad /1/$$

Itt  $\Delta\Omega_1$  - az a térszög, amely alatt a pontszerű fényforrás helyéből a detektor aktív felülete látszik;  $\Delta S$  - a detektor aktív felülete;  $r_1$  - a fényforrás és az aktív felület közötti távolság. Esetünkben  $\Delta S = 10^{-4} \text{ m}^2$ ,  $r_1 = 2,19 \text{ m}$ ,  $F_1 = 8,53 \text{ cd}$ . Ezeket /1/-be behelyettesítve kapjuk:  $\Delta\phi_1 = 1,78 \cdot 10^{-4} \text{ lumen}$ .

3. ábra

A fényerősség meghatározására szolgáló mérőfej hitelesítésénél alkalmazott elrendezés

- 1 - Si fényelem;
- 2 - színszűrő;
- 3 - tubus;
- 4 - árnyékoló lap;
- 5 - RG 2 tip.szín-szűrő;
- 6 - etalon lámpa



c/ Kiszámítottuk annak a fényforrásnak a fényerősségét, amely 109 mm távolságból /ezután a vizsgálandó FED-t az aktív Si rétegtől mindig ekkora távolságra fogjuk elhelyezni a mintatartóban/ ugyanazt a fényáramot hozná létre a teljes Si rétegen, mint a b/ pontban kapott érték. Tehát fennáll, hogy

$$F_1 = \frac{\Delta S}{r_1^2} = F_2 \frac{\Delta S}{r_2^2} \quad \text{ill.} \quad F_2 = F_1 \cdot \left( \frac{r_2}{r_1} \right)^2 \quad /2/$$

Esetünkben  $r_2 = 0,109 \text{ m}$ , és /2/-be behelyettesítve kapjuk:

$$F_2 = 2,11 \cdot 10^{-2} \text{ cd} = 21,1 \text{ mcd}$$

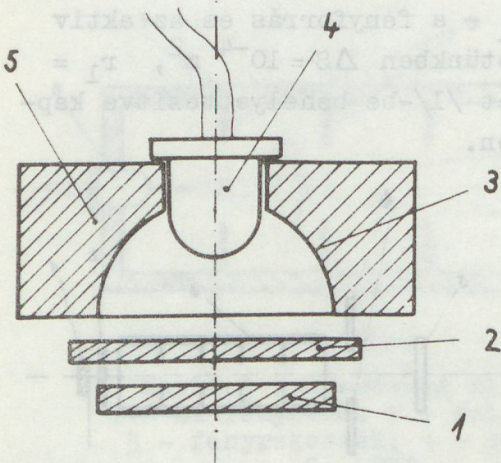
d/ Az árammérő erősítését úgy állítottuk be ebben az üzemmódban, hogy a leolvasott fényerősség értéke megegyezik a c/



pontban kiszámított értékkel, miközben a Si fényelem aktív rétegének teljes felületére  $1,78 \cdot 10^{-4}$  lumen fényáram esik.

## 1.2 A fényáram mérés és hitelesítése

A fényerősség mérés kivételével az összes többi paraméter mérésénél arra törekszünk, hogy a FED által a féltérbe kisugárzott fényt a lehető legnagyobb effektivitással hasznosítsuk. Így a FED eszközt mérésénél nem sokkal nagyobb tükröző falú üregbe helyezük, s az üreget nagyméretű fotodetektorral zárjuk be.



Mérőfej: PIN-10 RP tip. detektor a hozzá csatlakozó tükröző felületű üreggel el látott mintatartóval /4.ábra/.

4. ábra: A fényáram, fotonszám és a kisugárzott fényteljesítmény mérésénél használt geometriai elrendezés.

1 - Si fényelem; 2 - színszűrő; 3 - tükröző felületű üreg; 4 - FED; 5 - Al tömb

A hitelesítés menete:

a/ Goniométeres és fényerősség mérés segítségével meghatároztuk egy FED féltérbe kisugárzott fényáramát  $\phi$  a következő összefüggés felhasználásával:

$$\phi = \sum_{i=1}^9 \langle I_i(\psi) \rangle_{\psi} \cdot R_i \cdot \frac{I}{I_0} \quad /3/$$

ahol  $\langle I_i(\psi) \rangle_{\psi}$  - a fényerősség önkényes egységekben mért értéke a különböző  $\psi$  szögekre átlagolva egy adott  $\psi$  szög esetében,

$R_i$  - zónaállandó /1. táblázat/,



$I_0$  - a FED fényerősségének önkényes egységekben mért értéke a fő megfigyelési irányban /  $\varphi = 0, \nu = 0$ , 1. 5. ábra/,

$I$  - a FED fényerősségének abszolút értéke a fő megfigyelési irányban.

Goniométeres mérésnél használt zónaállandók

1. táblázat

Zóna ( $\nu$ )	Zónaállandó
$0^\circ - 10^\circ$	0,096
$10^\circ - 20^\circ$	0,284
$20^\circ - 30^\circ$	0,463
$30^\circ - 40^\circ$	0,629
$40^\circ - 50^\circ$	0,774
$50^\circ - 60^\circ$	0,897
$60^\circ - 70^\circ$	0,992
$70^\circ - 80^\circ$	1,058
$80^\circ - 90^\circ$	1,090

### 5. ábra

A FED és a goniométer érzékelőjének egymáshoz viszonyított helyzete

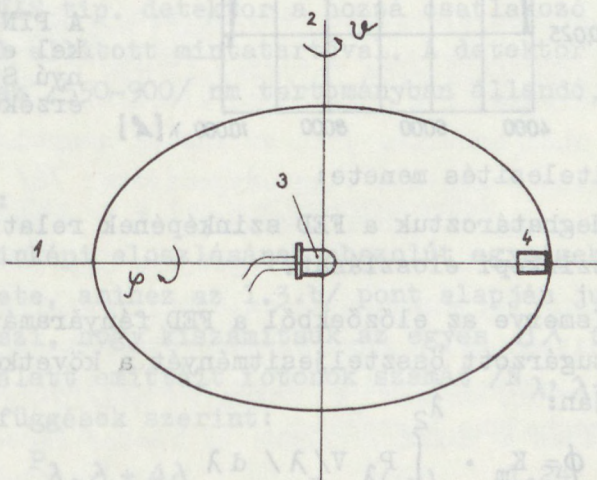
1 - vízszintes tengely,

2 - függőleges tengely,

3 - FED, amely csak vízszintes tengely körül forog /  $\varphi$  /,

4 - érzékelő, amely csak függőleges tengely körül forog /  $\nu$  /.

Az ábrán feltüntetett helyzetben az érzékelő a fő megfigyelési irányban helyezkedik el, ekkor  $\varphi = 0, \nu = 0$ .



Ily módon a  $\phi$  kiszámításához a féltér 162 pontjában önkényes egységekben, majd egyetlen pontban kandela egységben



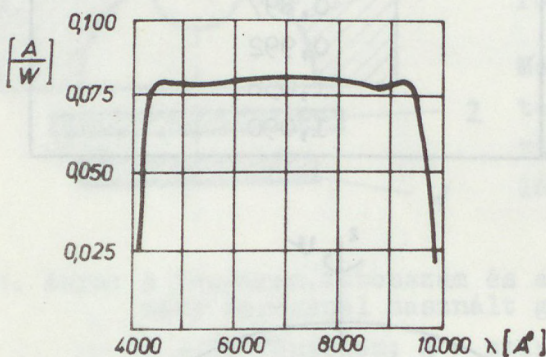
mértük a fényerősséget. Ezután megfelelően átlagolva /3/-ből a  $\phi = 2,06 \cdot 10^{-3}$  lumen értéket kaptuk. Ekkor a vörös FED-en 20,0 mA egyenáram folyik 1,56 V feszültségnél. Megjegyezzük, hogy a FED mindig ilyen körülmények között üzemel.

b/ Elhelyezve a FED-t a fényárammérő fejben és biztosítva az előírt üzemelést, az árammérő erősítését úgy állítottuk be ebben az üzemmódban, hogy a leolvasott fényáram érték  $2,06 \cdot 10^{-3}$  lm legyen.

### 1.3 A kisugárzott fényteljesítmény mérése és hitelesítése

Mérőfej: A tükröző felületű üreggel ellátott mintatartó és a hozzá csatlakozó PIN-10 DF típusú detektor, amelynek érzékenysége a /450-950/ nm tartományban állandó

/6. ábra/.



6. ábra

A PIN-10 DF tip. szűrőkel ellátott UDT gyártmányú Si fényelem szinképi érzékenységeszlása

A hitelesítés menete:

a/ Meghatároztuk a FED szinképének relatív egységekben mért szinképi eloszlását.

b/ Ismerve az előzőekből a FED fényáramát, kiszámítottuk a kisugárzott összteljesítményét a következő összefüggés alapján:

$$\phi = K_m \cdot \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} P_\lambda V / \lambda / d\lambda \quad /4/$$

ahol  $K_m$  - 680 lumen/watt, a maximális spektrális fényhasznosítás;

$P_\lambda$  - a FED által kibocsátott fényteljesítmény W/nm-ben mérve a  $1/\lambda, \lambda + \Delta\lambda$  hullámhossz tartományban;



$\lambda_1, \lambda_2$  - az a/ pontban mért fényemissziós sáv széleinek megfelelő hullámhosszak;

$V(\lambda)$  - a láthatósági görbe.

/4/-ben a  $P_\lambda$  abszolút értékén kívül minden más paraméter ismert. Viszont ismerjük a  $P_\lambda$  függvény relativ egységekben mért értékeit, amely nem más, mint az a/ pontban mért szinkép. Ez módot ad a következő eljárásra: A  $P_\lambda$  görbe alatti területet 1 W-ra normáljuk, majd grafikus integrálással kiszámítjuk a /4/-ben szereplő integrált. Legyen ez az érték  $P_0$  watt. Ekkor a  $\phi = K_m \cdot P_0 \cdot X$  egyenlőségből kapott X számérték adja a FED kisugárzott fényteljesítményét W-ban. Esetünkben erre 50,8  $\mu$ W értéket kaptunk.

c/ Az árammérő erősítését ebben az üzemmódban a FED előirt üzemeltetése közben úgy állítottuk be, hogy a leolvasott kisugárzott fényteljesítmény 50,8  $\mu$ W legyen.

#### 1.4 A másodpercenként kisugárzott fotonok számának mérése

Mérőfej: PIN-10 CAL/VIS tip. detektor a hozzá csatlakozó tükröző felületü üreggel ellátott mintatartóval. A detektor külső kvantumhatásfoka az /550-900/ nm tartományban állandó, értéke /49 $\pm$ 2/ %.

A hitelesítés menete:

a/ A FED sugárzás szinképi eloszlásának abszolút egységekben /W/nm/ való ismerete, amihez az 1.3.b/ pont alapján jutunk, lehetővé teszi, hogy kiszámítsuk az egyes  $\Delta\lambda$  tartományokban 1 mp alatt emittált fotonok számát / $N_{\lambda, \lambda+\Delta\lambda}$ / a következő összefüggések szerint:

$$N_{\lambda, \lambda+\Delta\lambda} = \frac{P_{\lambda, \lambda+\Delta\lambda}}{E_\lambda}, \quad E_\lambda \text{ (eV)} = \frac{1,24}{\lambda/\mu\text{m}}$$

ahol  $P_{\lambda, \lambda+\Delta\lambda} = P_\lambda \Delta\lambda$ ;  $E_\lambda$  - egyetlen foton energiája, amelyet a célnak megfelelően Joule-ra kell átszámítani.

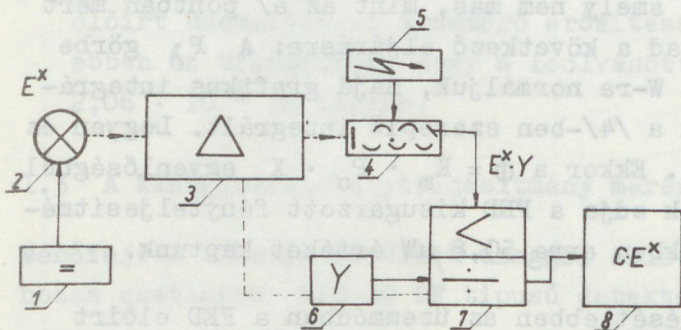
Ezután összegezve az összes  $\Delta\lambda$  tartományban, ahol a sugárzás intenzitása 0-tól különbözik, kapjuk a FED által



- 1 mp alatt kisugárzott fotonok számát, azaz az  $N$  foton-számot. Esetünkben  $N = 1,70 \cdot 10^{14}$  foton/mp.

b/ Az árammérő erősítését ebben az üzemmódban úgy állítottuk be, hogy a leolvasott érték a számítottal egyezik.

2. A FED eszközök szinképi teljesítményeloszlásának meghatározása



7. ábra

A szinképi teljesítményeloszlás mérésénél használt berendezés tömbvázlata

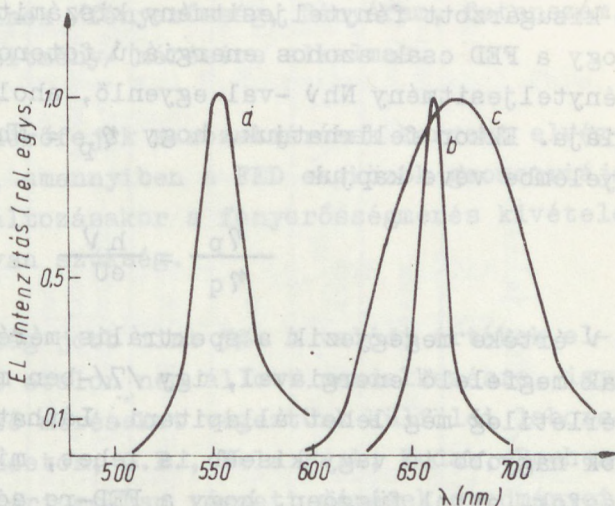
A fényemissziós diódák sugárzásának szinképi eloszlása a legfontosabb optikai paraméterek közé tartozik. Ezen eloszlás mérésére létrehozott berendezés tömbvázlatát a 7. ábrán tüntetük fel. Az ismeretlen szinképi

teljesítményeloszlású fényforrásból /2/ a sugárzás prizmás monokromátorba jut, a kilépő fénycsugár fotoelektronsokszorozó érzékeli. A sokszorozó kimeneti jele a /7/ blokkba érkezik, ahol erősítés után az analóg hányadosképzőbe kerül. Ugyanide érkezik a függvénygenerátor /6/ által előállított feszültség, amelynek segítségével a sokszorozó kimeneti jelet analóg osztással korrigáljuk. Így jutunk az  $E^x$  valódi szinképi teljesítményeloszláshoz, amelyet kompenzográfal /8/ regisztrálunk. A függvénygenerátornak és a hányadosképzőnek a monokromátorral szinkronban való futását az egységes mechanikai meghajtás biztosítja.

A függvénygenerátor beállításához elvileg a monokromátor és a fotoelektronsokszorozó átviteli függvényének ismerete szükséges. Ez megfelelő mérésekkel megállapítható és számítások után a függvénygenerátor erre a függvényre beállítható. A gyakorlatban azonban egyszerűbb és pontosabb a következő eljárás



rás. Ismert szinképi teljesítményeloszlású etalont /pl. 19 PTB 64 tip. volfrámszalag lámpát/ helyezve a monokromátor belépő rése elé addig változtatjuk a függvénygenerátorral előállítható függvényt, amíg a relatív egységekben regisztrált értékek megegyeznek az eloszlási hőmérséklettel definiált relatív szinképi eloszlással. Rendszerint két vagy három beállítás elegendő a megfelelő pontosság /5%/ eléréséhez. A függvénygenerátort



Eppeldauer Gy. tervezte [13]. Alkalmazása és beállítása

Schanda J. munkájában

közölt módszer szerint történt [14].

A 8. ábrán különböző típusú FED eszközökről készített szinképeket mutatunk be.

8. ábra  
Különböző alapanyagú FED eszközökről készített szinképek  
a - GaP:N; b - GaAsP; c - GaP:Zn,O

### 3. A külső kvantumhatásfok és a teljesítményhatásfok közötti kapcsolatról

A fotoradiometriai mérések lehetőséget nyújtanak a hatásfok értékek meghatározására. Haladjon át az időegység alatt a FED-en  $U$  volt egyenfeszültség hatására  $N_e$  darab elektron, s ekközben a FED  $N$  fotont bocsát ki magából. Ekkor a külső kvantumhatásfok definíció szerint:

$$\eta_q = \frac{\text{emittált fotonok száma/mp}}{\text{áthaladó elektronok száma/mp}} = \frac{N}{N_e} \quad /5/$$

A teljesítményhatásfok definíciója pedig:

$$\eta_p = \frac{\text{kisugárzott fényteljesítmény}}{\text{betáplált villamos teljesítmény}} \quad /6/$$



A betáplált villamos teljesítmény egyenlő  $eN_e U$ -val, mivel az átfolyó áram  $I = eN_e$ .

A kisugárzott fénytelsítmény kiszámításánál feltételezzük, hogy a FED csak azonos energiájú fotonokat sugároz. Ekkor a fénytelsítmény  $Nh\nu$  -val egyenlő, ahol  $h\nu$  - egy foton energiája. Ekkor felírhatjuk, hogy  $\eta_p = Nh\nu / eN_e U$ , és /7/-öt figyelembe véve kapjuk

$$\frac{\eta_p}{\eta_q} = \frac{h\nu}{eU} \quad /7/$$

$h\nu$  értéke megegyezik a spektrális mérések során mért  $\lambda_{\max}$ -nak megfelelő energiával, így /7/-ben minden paramétert kísérletileg meg lehet állapítani. Látható, hogy kvantumhatásfok nagyobb is vagy kisebb is lehet, mint a teljesítményhatásfok, attól függően, hogy a FED-re adott  $U$  feszültség értéke nagyobb vagy kisebb az elektrolumineszcens átmenetnek megfelelő potenciálkülönbségnél ( $h\nu/e$ ).

Fenti feltételezésünk igazolására méréseket végeztünk GaAsP alapanyagú FED mintákon. Az eredményeket a 2. táblázatban foglaltuk össze. A kísérletileg mért értékek a számítottakkal igen jó egyezést mutatnak.

A különböző GaAsP alapú FED-eken mért hatásfokok és elméletileg számított értékek összehasonlítása

2. táblázat

$\eta_p / \eta_q$ /mért/	1,84/U alapján számított
0,43	0,44
0,38	0,37
0,55	0,54
0,87	0,97
0,58	0,62
0,76	0,84
1,14	1,14
1,00	1,02
1,06	1,10
1,12	1,12



## Összefoglalás

Fentiekben ismertetett mérési eljárás FED eszközök fotoradiometriai paramétereinek /fényerősség, fényáram, fotonszám, kisugárzott fényteljesítmény/ mérésére alkalmas.

A gyorsan cserélhető mérőfejek sorozatmérések korrekt elvégzését teszik lehetővé, amennyiben a FED eszközök geometriája azonos. A geometria változásakor a fényerősségmérés kivételével új hitelesítésre van szükség.

A reprodukciós pontosság jobb mint 5%. A valódi értékek ellenőrzésére elsődleges etalon nem állott rendelkezésre, így néhány diódán ellenőrző méréseket végeztünk külföldi laboratóriumokban /RCA, Princeton; G.E., Nela Park; Kodak, Rochester/. Az egyes laboratóriumokban végzett mérések eredményei mintegy 30%-os szórást mutatnak. Saját méréseink a szóráshatáron belüli eredményeket adnak, ami azt bizonyítja, hogy mind a mérési összeállítás, mind a hitelesítés kielégítő pontosságú. Az abszolút, illetve relatív mérési pontosság viszonylag nagy eltérését a hitelesítés során adódó szisztematikus hibák okozzák, amelyek elsősorban az etalonként használt fényforrás szinképi teljesítményeloszlásának és geometriájának a FED eszközök ugyanezen paramétereitől való eltérésekből adódnak. A fotoradiométer jellemző üzemelési adatait a 3. táblázatban foglaltuk össze.

Az eddig mintegy 200 mintán végzett mérési eredményeket és az összehasonlító mérések eredményeit értékelve megállapíthatjuk, hogy a FED eszközök fotometriai és spektrometriai jellemzőinek mérésére kidolgozott módszer alkalmas ezen paraméterek gyors, átlagos pontosságnak megfelelő, jól reprodukálható mérésére.



A FED-ek mérésére szolgáló fotoradiométer főbb jellemzői

3. táblázat

Mérendő mennyiség	Fényerősség	Fényáram	Fotonszám	Fény- teljesítmény
Mérési tartomány	$/3 \cdot 10^{-3} - 10 / \text{cd}$	$/3 \cdot 10^{-5} - 10^{-1} / \text{lm}$	$/3 \cdot 10^{11} - 10^{15} / \text{mp}^{-1}$	$/3 \cdot 10^{-8} - 10^{-4} / \text{W}$
Maximális érzé- kenység	$10^{-4} \text{ cd}$	$10^{-6} \text{ lm}$	$10^{10} \text{ mp}^{-1}$	$10^{-9} \text{ W}$
Pontosság /Mérő- fej + mérőműszer/	Reprodukciós pontosság 5%			
Érzékelő szinképi érzékenysége	5%-on belül a CIE láthatósági görbével egyezik az /580-720/ nm tartományban	A Si érzékenység- eloszlásának felel meg		5%-on belül ek- vienergetikus
Az érzékelő látószöge	$6^{\circ}$	$66^{\circ}$	$66^{\circ}$	$66^{\circ}$
Érzékelő, aktív felület	Szilícium $1 \text{ cm}^2$	Szilícium $1 \text{ cm}^2$	Szilícium $1 \text{ cm}^2$	Szilícium $1 \text{ cm}^2$



## I r o d a l o m

- [1] M.R.Lorenz: Transaction of the Metallurgical Society of AIME, 245, 539 /1969/.
- [2] A.H.Hercog, W.O.Groves and M.G.Craford: J.Appl.Phys. 40, 1830 /1969/
- [3] R.D.Grotti and L.D.Major: Electro-Optical Systems Design, 2, 7 /1970/.
- [4] J.M.Ralston: Rev.Sci.Instrum., 43, 876 /1972/.
- [5] R.Z.Bachrach: Rev.Sci.Instrum., 43, 734 /1972/.
- [6] R.Z.Bachrach, W.B.Joyce and R.W.Dixon: J.Appl.Phys. 44, 5458 /1973/.
- [7] R.N.Bhargava and R.C.Mürau: J.Appl.Phys. 45, 3541 /1974/.
- [8] GaAs Lite Catalog, Monsanto Company, Spring 1973.
- [9] LED Product Selector Guide, Dialight Company, April 1974.
- [10] G.Lidgard, R.Nicklin and P.B.Hart: J.Phys.D: Appl.Phys. 6, L75 /1973/.
- [11] A.A.Bergh and P.J.Dean: Proc. IEEE 60, 156 /1972/.
- [12] Németh K. és munkatársai: MTA MFKI Közleményei, ugyan-  
ebben a füzetben.
- [13] Eppeldauer Gy. szóbeli közlés.
- [14] Schanda J.: MTA MFKI Közleményei, 0-6, pp. 1-76 /1973/.







MÉRŐBERENDEZÉS GUNN-DIÓDÁK IMPULZUS  
ÉS FOLYAMATOS ÜZEMŰ MÉRÉSÉRE

LÁNC József, MOJZES Imre

INSTRUMENT FOR PULSED AND CONTINUOUS  
MEASURING OF GUNN-DIODES

The measuring equipment described here, have been constructed for testing Gunn-diodes and chips, as well. The instrument consists of a manipulator, wave-guide-system, RAMP generator, linear amplifier-stage, current sensing and limiting unit, integrating pre-amplifier, differenciator and X-Y recorder.

The pulsed and continuous I-V characteristics and the voltage-dependence of the dynamic conductance can be investigated and the working conditions can be adjusted by the help of the instrument.

1. A mérés célja

A jelen munkában ismertetett mérőberendezés Gunn-diódák és chipek vizsgálatára szolgál. Alkalmas ezen eszközök impulzus és folyamatos üzemű mérésére. Segítségével felvehető az impulzus és folyamatos üzemű I-V-karakterisztika, beállítható a maximális teljesítményleadás szempontjából legkedvezőbb munkapont, meghatározható a dinamikus vezetés feszültségfüggése.

A negatív differenciális ellenállással bíró anyagokban mikro-hullámu rezgések keltésének elvi lehetőségét RIDLEY és WATKINS mutatták ki [1]. Ezt GUNN kísérletileg 1963-ban igazolta [2]. A GUNN által megfigyelt működési mód egy azok közül, mely a negatív differenciális ellenállással rendelkező

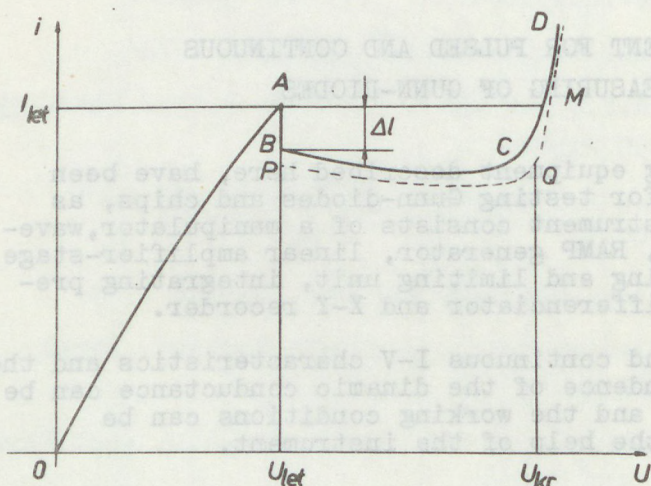


anyagú félvezető eszközökben realizálódhat. Ezek az eszközök igazán jól az 5 - 20 GHz tartományban működnek, néhány száz milliwatt teljesítményt szolgáltatnak, alacsony /10-20 dB/ zajtényező mellett. Ha az eszközben a domén-képződést megakadályozzuk, az szélessávú, kisjelű mikrohullámu erősítőként viselkedik.

Gunn eszköz elvileg minden olyan félvezető anyagból készíthető, melyben a negatív differenciális ellenállás jelensége megvalósul /InP, InAs, GaAs/. Jelenleg csaknem kizárólag n-

tipusú GaAs eszközök kaphatók.

A Gunn-eszköz két ohmos kontaktus között elhelyezkedő aktiv rétegből áll. Az eszköz elektromosan szimmetrikus, a használt "katód", "anód" és "dióda" elnevezés képletes, mivel az eszközben p-n átmenet nincs.



1. ábra

Az 1. ábrán a GUNN által adott I-V karakterisztika látható [3]. /OABCD-egyenáramú; OAPQ nagyfrekvenciás./ Az AM szint akkor realizálódik, ha nincs domén, PQ ha a domén létrejön. A diódára adható legnagyobb feszültség  $U_{KR}$ , felette az eszközben átütési folyamatok kezdődnek. A Gunn-jelenség nagyjelelű instabilitás, azaz a rezgések rögtön nagy amplitudóval kezdődnek. Ezért a letörési feszültségnél az áram  $\Delta I$ -nyi értéket változik. Az alacsonyfrekvenciás I-V karakterisztika a nagyfrekvenciás és a domén hiányában kialakuló karakterisztika között helyezkedik el, konkrét menete a mérőkör és az eszköz kölcsönhatásától függ.



Gunn-eszközök mérésekor amplitudó modulált nagyfrekvenciás rezgések is keletkeznek [4]. A keletkező rezgések frekvenciája néhányszor tíz MHz. CARROL szerint a moduláció feltétele az, hogy az eszköz ellenállását meghaladó differenciális ellenállású domén keletkezzen [5]. A mérőrendszer gerjedésének megakadályozására a diódával párhuzamosan RC-tagot kapcsolnak [6].

A mérőberendezésnek tehát biztosítani kell a negatív differenciális ellenállás reprodukálható, torzításmentes mérését. A mérőrendszer mechanikai felépítése lehetővé teszi chip és tokozott eszköz mérését. A mérőberendezés közvetlenül a tápvonalra csatlakoztatható.

Chipek mérésére egy tüvel ellátott manipulátor szolgál. A chip polirozott vörösréztömbön helyezkedik el, a mérőtű /ez a másik kontaktus/ anyaga szintén vörösréz, a kristályhoz illeszkedő része laposra csiszolt és polirozott. A manipulátor biztosítja a tű beállítását és rögzítését. A tű nyomása szabályozható. A mérőtű függőleges síkban is elfordítható és rögzíthető. Megvezetése olyan, hogy biztosítani tudja 100  $\mu$  x 100  $\mu$  x 50  $\mu$ -os chipek mérését is. A tű mozgása során a függőlegestől való eltérése minimális /a hegyénél mérve kb. 20  $\mu$ /, így a felső fémkontaktust a tű csak nyomja, de nem nyírja.

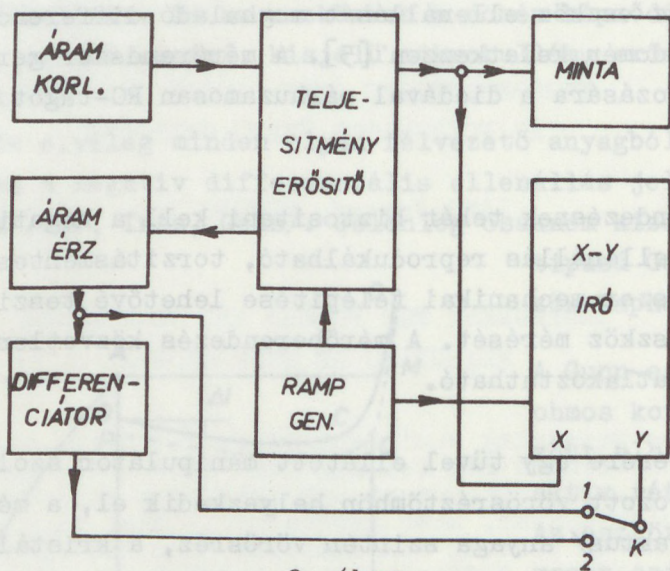
## 2. A mérőberendezés

Ebben a részben a folyamatos és impulzus üzemi mérőberendezések leírását adjuk. A berendezések egyes blokkjainak részletes kapcsolási leírása túlnőne e cikk keretein, ezért a kevésbé érdekes részeket /pl. tápegységek, kijelző áramkörök/ csak jelzésszerűen adjuk meg, a fontosabb egységek pedig olyan vázlatos kapcsolási rajzokkal szerepelnek, amelyek alapján a lényegesebb áramköri megoldásaik megérthetők.



## 2.1 A folyamatos üzemi mérőberendezés

A berendezés blokkképe a 2. ábrán látható.



2. ábra

A K kapcsoló 1 állásában az I-V karakterisztikát rajzolhatjuk fel, 2 állásában pedig a minta dinamikus vezetését vehetjük fel a feszültség függvényében.

A ramp generátor állítható sebességű, lineárisan változó feszültséget állít elő, amely a teljesítményerősítőt hajtja meg. Ennek kimenő jele  $\pm 15$  V között bárhol indítható és megállítható. A teljesítményerősítő kimenete feszültséggenerátor, nagyon kis kimenő impedanciával, terhelhetősége 4A. Ez nagyáramú minták meghajtását is lehetővé teszi. A minták és az erősítő védelmét egyaránt szolgálja a több fokozatban állítható határáramú, nagy pontosságú áramkorlát. Az áramérzékelő egység kimenő feszültsége a mintán átfolyó árammal arányos. Az érzékelő ellenállás 5 fokozatban váltható 0,1 ohm-tól 2 ohm-ig. Mind az áramkorlátozó, mind az áramérzékelő egység érzékelő ellenállását a teljesítményerősítő visszacsatoló hurokján belül helyeztük el, így a kimeneti ellenálláshoz hurokerősítéssel elosztott értékük járul hozzá.



A differenciáló egység a bemenetére adott feszültség idő szerinti deriváltjával arányos kimenő feszültséget állít elő.

Az X-Y író X bemenetére a minta feszültségét vezetjük.

Az I-V karakterisztika felrajzolásánál az X-Y író Y bemenetére az áramérzékelő  $U_i$  kimeneti feszültsége kerül:

$$U_{y1} = U_i = I \cdot R_e \cdot A_i \quad /1/$$

ahol  $I$  - a minta árama,

$R_e$  - a beállított érzékelő ellenállás,

$A_i$  - az áramérzékelő fesz. erősítése.

A dinamikus vezetés felrajzolásának alapja:

$$\frac{dI}{dV} = \frac{dI}{dt} \cdot \frac{dt}{dV} \quad /2/$$

Az X-Y író Y bemenete most a differenciátor  $U_d$  kimenő feszültségét kapja:

$$U_{y2} = U_d = T_D \cdot \frac{dU_i}{dt} \quad /3/$$

ahol  $T_D$  - a differenciálási időállandó.

Az /1/ és /2/ összefüggések figyelembevételével /3/ a következő alakra hozható:

$$U_{y2} = U_d = \frac{dI}{dV} \cdot \frac{dV}{dt} \cdot T_D \cdot R_e \cdot A_i \quad /4/$$

Ha a minta feszültségére igaz:  $\frac{dV}{dt} = \text{áll}$ , akkor

$U_{y2}$  a dinamikus vezetéssel arányos. A /4/ kifejezés alapján látható, hogy a  $V$  feszültség linearitási hibája a vezetés karakterisztikában közvetlenül megjelenik. Ez megköveteli egyrészt az állandó rampsebességet, másrészt a kis kimeneti ellenállású minta táplálást, mert ellenkező esetben a kimeneti ellenálláson eső feszültség nem lineáris minták esetén /mint most is/ szintén rontja  $V$  linearitását.

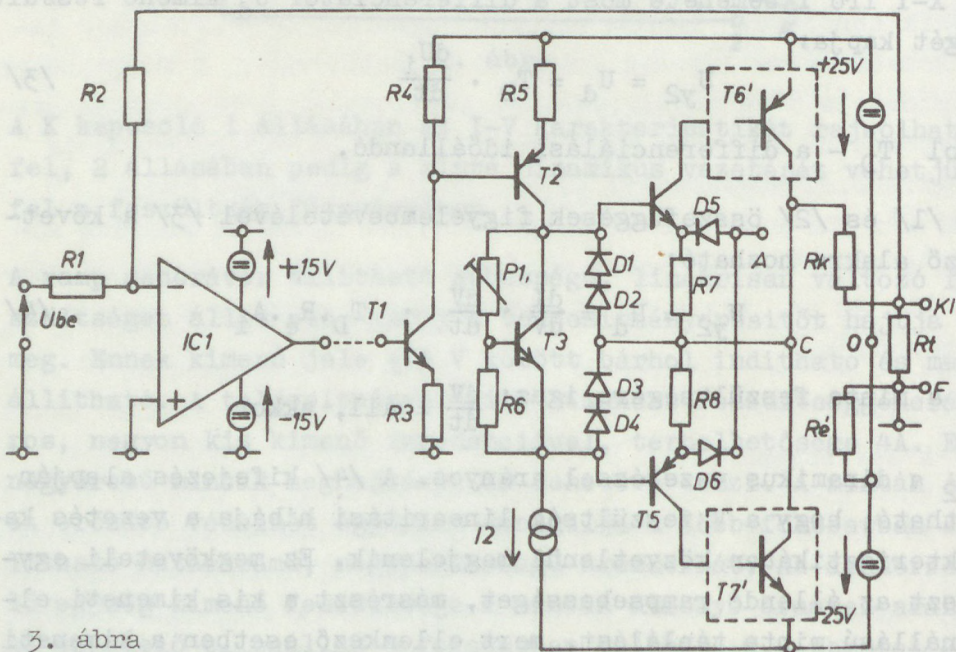


## A ramp generátor

A ramp generátor részletesebb leírása egy régebbi közleményben már megjelent [7]. Indulási és megállási feszültség szintje  $\pm 10$  V között bármilyen értékre beállítható. A jelbességet 7 fokozatban állítva a teljesítményerősítő kimenetén 0,01 V/sec-től 1V/sec-ig változó sebességű feszültséget nyerhetünk. A feszültség nyomógombbal indítható, és a beállított megállási szintnél automatikusan leáll. A ramp generátor komparátor egységéről jelet csatlakoztathatunk az X-Y író toll-emelő szerkezetére, ekkor az írószerkezet automatikusan csak a fűrészjel futása alatt regisztrál.

## A teljesítményerősítő

A vázlatos kapcsolási rajz a 3. ábrán látható.



3. ábra

Az IC 1 műveleti erősítő a T1 tranzisztoron keresztül meghajtja a T2 tranzisztort, melynek "munkaellenállása" az I2 áramgenerátor, így erősítése igen nagy. A T3, P1, R6 áramkör beállítható feszültségű dióda-tranzisztor, mellyel T4 és T5



nyugalmi előfeszítését szabályozhatjuk. A T6' és T7' jelölésű egység két párhuzamos teljesítmény tranzisztorból és meghajtóból álló Darlington-kapcsolás, amely még egyéb áramköri elemeket is tartalmaz. A végfokozatot egy kisáramu, az F kimeneti hidegpontra csatlakozó  $\pm 15$  V-os, stabilizált és egy nagyáramu, az O belső hidegpontra csatlakozó  $\pm 25$  V-os stabilizálatlan kettős tápegység táplálja. A két hidegpont között helyezkedik el az  $R_e$  áramérzékelő ellenállás. Az áramkorlát  $R_K$  érzékelő ellenállása a kimeneti ágban van. A feszültség-erősítést a negatív párhuzamos feszültség visszacsatolást létesítő R1, R2 ellenállásokkal  $A_u = -3$ -ra állítjuk be, mivel  $U_{be}$  egyéb megfontolásból  $\pm 5$  V. A hurokerősítés rendkívül nagy  $\sim 10^7$ , de a kör megfelelő kompenzációval stabillá tehető, mivel a sáv szélesség a lassú jelek miatt kicsi lehet.

Bár a végfokozat kollektor kimenetű, a kimeneti ellenállás  $R_{Ki} < 1$  m ohm a nagy hurokerősítés következtében  $R_K$  és  $R_e$  is a visszacsatoló hurkon belül van/.

Az áramkorlátozást a kapcsolás A pontjára vezetett feszültség hozza létre. Pozitív kimenő jel esetén, A-ra megfelelő nagyságú pozitív feszültséget adva, a T4 tranzisztort az emittéren keresztül lezárjuk, mivel bázis-feszültségét a C ponthoz képest T3, D3 és D4 korlátozza. A lezáráshoz szükséges feszültség:

$$U_A = U_{T3} + U_{D3} + U_{D4} + U_{D5} - U_{BE/T4} \approx +3V \quad /5/$$

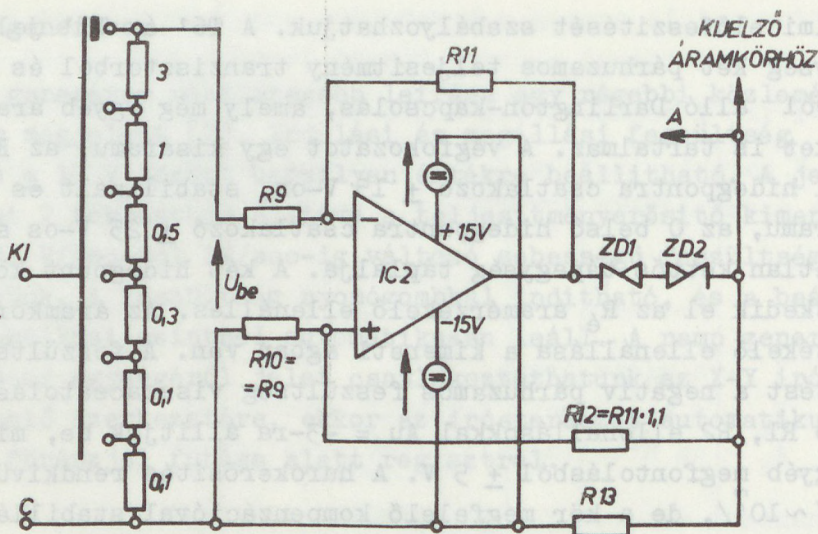
Hasonlóan a másik irányban  $U_A \approx -3V$

A D5, D6 diódák a korlátozó feszültséget választják le az éppen nem vezető tranzisztorról.

Az áramkorlátozó egység

Az áramkorláttal szembeni követelmények: pontosság, éles korlátozás mindkét polaritású áramra. Rajza a 4. ábrán látható.





4. ábra

Az  $R_K$  ellenállás un. Airton-sönt kiképzésű, és az  $S_1$  fokozatkapcsolóval 6 fokozatban állítható 0,1 ohmtól 5 ohm-ig. A fenti kiképzés előnye, hogy az áramot egy helyen kapcsolja és nem kell külön definíciós kapcsokat váltani az érzékeléshez. Az érzékelt feszültség az IC2-bemenetére kerül. Amíg a ZD diódák zárva vannak, addig az erősítés:

$$A_K = \frac{R_{11}}{R_9} \quad /6/$$

Amikor az IC kimeneti feszültsége eléri a Zener-dióda nyitó feszültségét, a negatív visszacsatolásnál 10%-kal kisebb pozitív visszacsatolás is fellép  $R_{12}$ -n keresztül, így az  $A_K$  erősítés megtízszereződik. Az  $U_A$  korlátozó feszültség fellépésekor a bemeneti feszültség:

$$U_{bek} = \frac{U_Z}{A_K} + \frac{U_A}{10A_K} \quad /7/$$

ahol  $U_Z$  - a Zener-dióda záró és nyitó irányú feszültségének összege.

Hogy a Zener-dióda feszültsége a korlátozásnál határozott legyen, az  $R_{13}$  ellenállással lezárjuk a kimenetet, amelyen ilyenkor mA nagyságrendű áram folyik. Mindkét irányban azo-



nos szintű korlátozáshoz ZD1 és ZD2 egymáshoz válogatott Zenerek.

A pozitív visszacsatolás éles áramkorlátozást biztosít: a korlátozás megkezdése után már csak kb. 1% áramváltozás jön létre. Másik előnye, hogy /7/ alapján  $U_A$  az  $U_{bek}$  feszültségben kis súllyal szerepel, ami azért előnyös, mivel  $U_A$  jelentősen függ a korlát-áramtól és a hőmérséklettől is.

Egy beállított  $R_K$  ellenálláson belül a korlát-áram finomabb állítását az  $R_9 = R_{10}$  ellenállások váltásával végezzük. Így végül a korlát-áram 50 mA és 4A között 24 fokozatban állítható a berendezésben.

$U_{bek}$   $R_9 = R_{10}$ -től függően 250 mV ..... 500 mV.

Mivel az áramkorlátozó feszültséget a C ponthoz képest kell előállítani, aminek feszültsége a teljesítményerősítő F földjéhez képest  $\pm 15$  V-ra lehet,  $I_{C2-t}$  független  $\pm 15$  V-os stabilizált tápegység táplálja, melynek közös pontját a C pontra kapcsoljuk.

Az áramérzékelő egység.

Kapcsolása az 5. ábrán látható.

Az  $R_e$  ellenállás hasonló kialakítású, mint  $R_K$ , S2-vel 5 fokozatban váltható 0,1 ohm-tól 2 ohm-ig. Az IC 3 műveleti erősítő differencia kialakítású, hogy az F földhöz képest észlelt  $U_i$  kimeneti feszültség ne hogy a kontaktus ellenállásán eső feszültséget is tartalmazza. Az erősítés

$$A_i = \frac{R_{16}}{R_{14}} = 10 \quad /8/$$

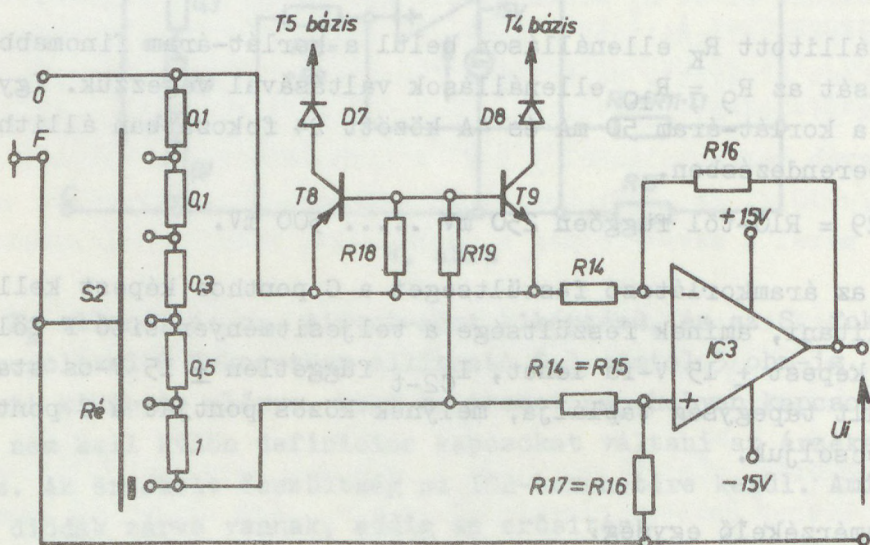
Az  $R_e$ -n megengedett maximális feszültség 0,5 V. Hogy az esetleges helytelen beállítás esetén elkerüljük az  $R_e$  ellenállás túlterhelését, a T8, T9, D7, D8, R18, R19 elemekből álló áramkör korlátozza a végfokozat áramát, ha az  $R_e$ -n fellépő feszültség eléri a 0,8 V-ot.

IC3 az IC1-et tápláló forrásból kapja a tápfeszültséget.



A differenciátor

A differenciátor bővebb leírása is megtalálható [7]-ben. A  $T_d$  differenciálási időállandó 50 sec és 5 sec között átkapcsolható. Az áramkör 5 fokozatú szűrővel rendelkezik, a zajok csökkentésére. Jelen mérésben a zaj viszonylag kicsi, így a legkisebb szűrő időállandók használhatók.



5. ábra

## 2.2 Az impulzus üzemi mérőberendezés

Az impulzus üzemi berendezés felépítése áramkörileg jelentősen egyszerűbb. Blokksémája a 6. ábrán látható.

Az impulzus generátor feszültségét a mérendő minta és az áramérzékelő ellenállás soros kapcsolására vezetjük. A minta impulzusait a feszültségérzékelő erősítő, az áramérzékelő ellenállás impulzusait az áramérzékelő erősítő integrálja, és átlagát erősíti. Kimenő jelüket az X-Y íróra vezetve felvehetjük a minta I-V karakterisztikáját olyan nagy áramoknál is, amelyeknél folyamatos üzemben a minta tönkremenne.

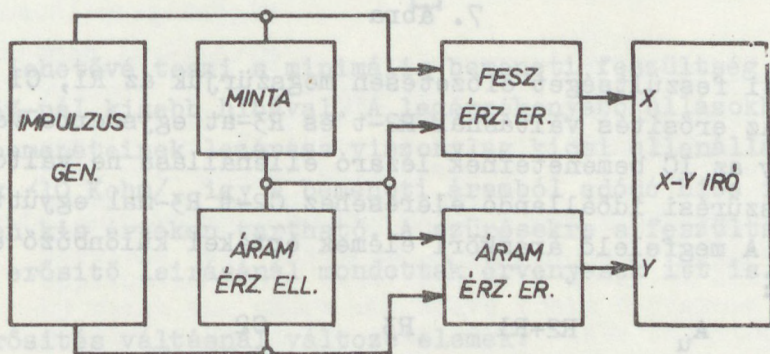
Mindkét erősítő differencia kialakítású. Ezért a feszültségérzékelő erősítő kimenő jelében az áramérzékelő ellenálláson



eső feszültség nem okoz hibát. Az áramérzékelő erősítő differencia kialakítása is szükséges, hogy az érzékelő ellenállás hozzávezetésein fellépő jelentős feszültségekből eredő hibát elkerüljük. Ha integráló erősítő bemenetére impulzus sorozatot adunk, annak kimenő jele:

$$U_{Ki} = A_o \cdot U_{cs} \cdot \frac{t}{T} \quad /9/$$

ahol  $A_o$  - az egyenfeszültség erősítés,  
 $U_{cs}$  - az impulzusok csúcshősszűrsége,  
 $t$  - az impulzus szélessége,  
 $T$  - a periódus idő.



6. ábra

A mérések során  $U_{cs}$  3V - 50V közötti érték, míg a kitöltési tényező  $1 - 10^{-3}$  között változott. Ezért mindkét erősítő erősítését  $\sim 10^4$  átfogással kell tudni változtatni.

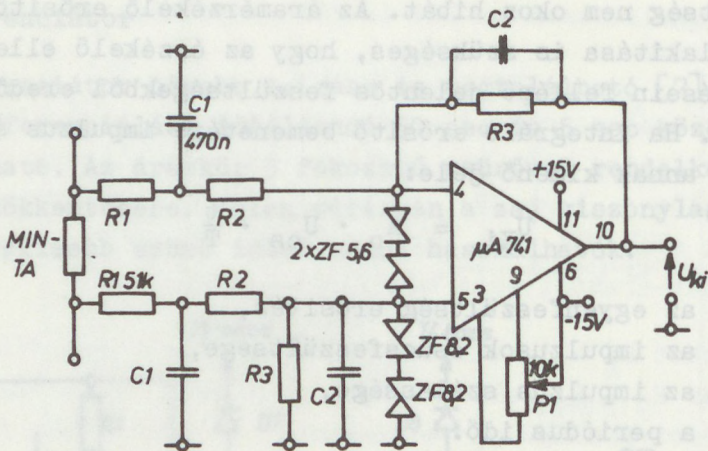
Az érzékelő ellenállást úgy kell beállítani, hogy feszültsége ne haladja meg az impulzus generátor feszültségének 10%-át.

A feszültség érzékelő erősítő

Kapcsolási rajza a 7. ábrán látható. Az  $U_{cs}$  feszültségre és  $\frac{t}{T}$  kitöltési tényezőre fentebb elhangzottakból következik, hogy bemeneti fesz. tartománya 3 mV és 50 V között van.

Az erősítőt  $\mu A$  741 integrált áramkörből alakítjuk ki.





7. ábra

A bemeneti feszültséget előzetesen megsűrjűk az R1, C1 elemekkel. Az erősítés váltásnál R2-t és R3-at egyszerre váltjuk, hogy az IC bemeneteinek lezáró ellenállása ne változzék. Állandó szűréségi időállandó eléréséhez C2-t R3-mal együtt kell váltani. A megfelelő áramköri elemek értékei különböző erősítéseknél:

$A_u$	R2+R1	R3	C2
0,01	10 M	100 K	1 $\mu$ F
0,1	1 M	100 K	1 $\mu$ F
1	200 K	200 K	470 nF
10	100 K	1 M	100 nF
100	100 K	10 M	10 nF

Az időállandó  $\tau = 0,1$  sec.

A kapcsolást a P1 potenciométerrel a legnagyobb erősítésű állásban kell nullázni a bemenetét rövidre zárva.

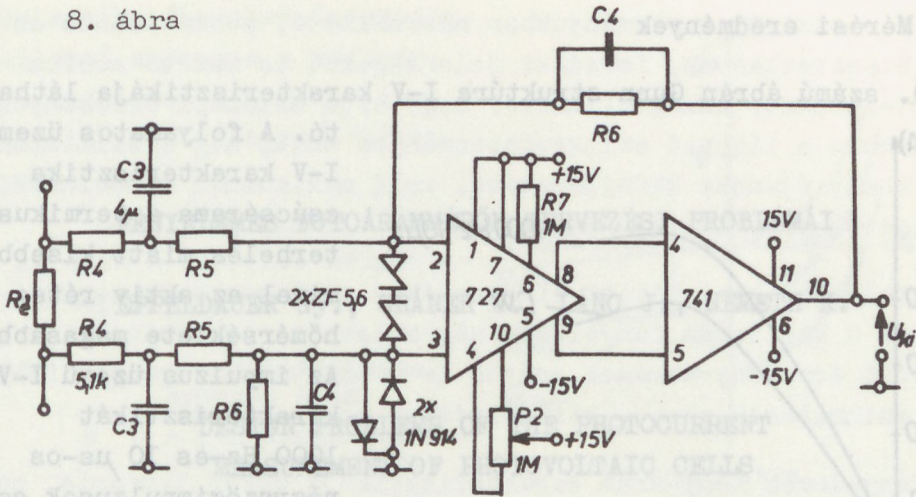
A Zener diódák az áramkör védelmét szolgálják.

Az áramérzékelő erősítő

Az áramérzékelő által érzékelt jel max. 5V, min. 300  $\mu$ V. Az igen kicsi érzékelendő feszültség miatt az erősítőt  $\mu$ A 727 és  $\mu$ A 741 összekapcsolásával alakítjuk ki /8. ábra/. Az  $\mu$ A 727 0,6  $\mu$ V/grad. feszültségdriftje laboratóriumi körülmények kö-



8. ábra



zött lehetővé teszi a minimális bemeneti feszültség erősítését 1%-nál kisebb hibával. A legérzékenyebb állásokban a  $\mu A$  727 bemeneteinek lezárása viszonylag kicsi ellenállással történik /10 Kohm/, így a bemeneti áramból adódó hiba is megfelelően kis értéken tartható. A szűrésekre a feszültség-érzékelő erősítő leírásánál mondottak érvényesek itt is.

Az erősítés váltásnál változó elemek:

$A_i$	$R_4+R_5$	$R_6$	$C_4$
0,1	1M	100K	1 $\mu F$
1	100K	100K	1 $\mu F$
10	10K	100K	1 $\mu F$
100	10K	1M	100 nF
1000	10K	10M	10 nF

Az időállandó  $\tau = 0,1$  sec.

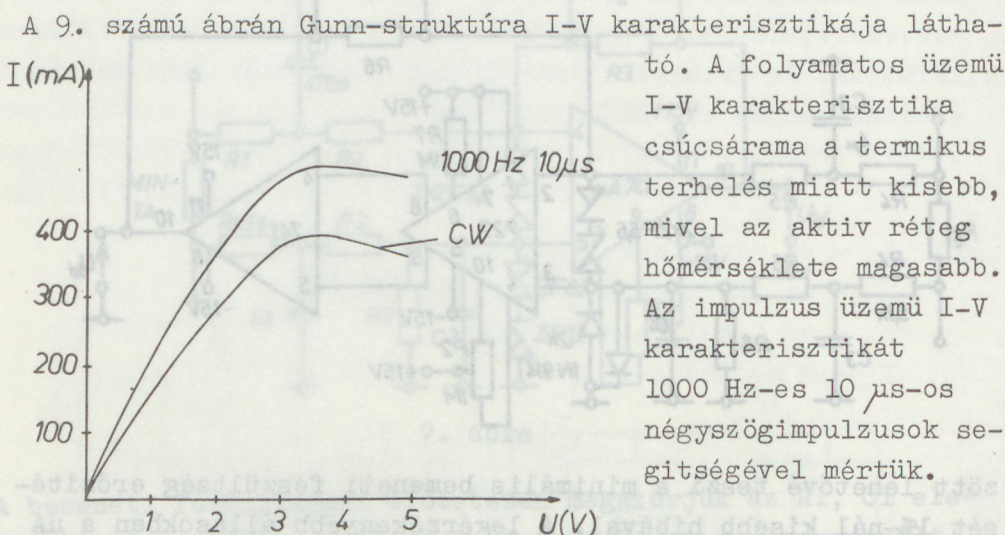
A kapcsolás P2-vel nullázható /célszerűen a legérzékenyebb állásban/.

A  $C_5$  kondenzátor a stabilitást biztosítja. A diódák itt is az áramkör védelmét szolgálják.

Az  $R_e$  áramérzékelő ellenállást célszerű a folyamatos üzemmódú berendezésnél látott módon kialakítani. Beállítható értékei: 0,1 ohm - 5 ohm, 6 fokozatban.



### 3. Mérési eredmények



9. ábra

Köszönetet mondunk Sebestyén Tibornak a berendezés létrehozása során adott hasznos tanácsaiért.

### I r o d a l o m

- [1] B.K.Ridely, T.B.Watkins: Proc. Phys. Soc. /London/ 78, 293 /1961/.
- [2] J.B.Gunn: Sol.State Comm. 1, 88 /1963/.
- [3] J.B.Gunn: IBM J 10, No 4, 310 /1966/.
- [4] S.V.Jaskolsky, T.K.Ishii: El.Lett., 3, No 1, 12 /1967/.
- [5] J.E.Carrol: Radio a.Electron Eng. 34, No 1, 17 /1967/.
- [6] I.Mojzes: MFKI Közlemények, 0-14, 108 /1974/.
- [7] Lánc J., Preisner J.: MFKI Közlemények, 0-9, 83 /1973/.



## FÉNYELEMEK FOTOÁRAMMÉRŐK TERVEZÉSI PROBLÉMÁI

EPPELDAUER Gy., GRÁNER J., LÁNC J., NÉMETH K.

### DESIGN PROBLEMS OF THE PHOTOCURRENT MEASUREMENT OF PHOTOVOLTAIC CELLS

The problems of the photocurrent measurement of photovoltaic cells are examined. The short circuit current measurement is performed by the help of operational amplifiers. In order to produce detector circuits of high performance, cell characteristics omitted in data books were measured and the zero stability of the measuring circuits as well as the high frequency problems were examined. A design method and many applications are described with detailed circuitries by which the users can solve their different problems simply by using the most appropriate solution.

#### 1. Bevezetés

Napjaink egyre szélesebb körben alkalmazott fényérzékelői a fényelemek. A különböző igényű fényindikálási, vezérlési, jel- vagy energiaátalakítási stb. felhasználásokon kívül a fény- és szinmérési területén is kiterjedten alkalmazzák a fényelemeket. Közkeletűségük oka, hogy igen előnyös optikai- villamos jellemzőkkel rendelkeznek. Ezeket az előnyös tulajdonságokat egyszerű elektronikus áramkörök felhasználásával is jól lehet hasznosítani, ha ismerjük a fényelemek azon jellemzőit, amelyek a kapcsolódó áramkörök tervezéséhez szükségesek. E tulajdonságok ismeretében lehet a felhasználás igényeinek legmegfelelőbb detektor-áramkört megtervezni.

A gyakorlatban a szelén és szilícium fényelemek terjedtek el. Az utóbbiak egyre inkább kiszorítják a lassúbb és csak kis



fényintenzitás-tartományokban használható, pontatlanabb és megbizhatatlanabb, fáradási jelenségeket is mutató szelén fénylemezeket, annak ellenére, hogy azok szinképi érzékenység maximuma a látható szinképtartományba esik, míg a sziliciumé - néhány újonnan kifejlesztett, zöld maximummal rendelkező típustól eltekintve - az infravörös tartományban van.

Megfelelően kialakított elektronikus mérőáramkörök segítségével a szilicium fénylemek még a látható tartományban megkívánt érzékeny mérések esetén is - amilyen az igényes fény- és színmérések zöme - kiszorítják a szelén eszközöket.

A fénylemek fény-áram karakterisztikája akkor lineáris, ha a rövidzárási áramot mérjük. Kézi működtetésű áramkompenzátor használatakor a rövidzár feltétel csak állandó fényintenzitás mérése esetén biztosítható, a kiegyenlítés dinamikusán nem valósítható meg.

Műveleti erősítők alkalmazásával, melyek napjainkban elterjedtek, olcsók és mégis nagy teljesítőképességűek, ismert módon automatikus áramkompenzátor hozható létre, mely képes a fénylemek fotoáramát dinamikus rövidzárban mérni. Fénylemek és műveleti erősítők felhasználásával, megfelelő kapcsolástechnikai megoldások alkalmazásával kis költség mellett igen nagy teljesítőképességű fotoárammérők is létrehozhatók.

Mivel a fényérzékelők katalógusai pontos fotoárammérők tervezéséhez nem tartalmaznak elegendő fénylelem-jellemzőt, szükségessé vált a hiányzó adatok méréssel való felvétele. A fénylelem-jellemzők birtokában a dolgozat a fénylemekkel és műveleti erősítőkkel felépített detektor körök egyenáramú és nagyfrekvenciás kérdéseit tárgyalja, majd alkalmazási példákat ad.

## 2. A fénylemek alkalmazástechnikai szempontból lényeges tulajdonságai

Fénylemekre jellemző feszültség-áram karakterisztikák az 1. ábrán láthatók. Itt a megvilágítás a paraméter. A karak-



terisztika fényelem-üzem módra jellemző szakasza a pozitív feszültség és a negatív áram tengely által határolt síknegyedbe esik.

A 2. ábra a fényelem helyettesítő képét mutatja [1].

- Itt:  $I_L$  - a megvilágítással arányos áram  
 $D$  - a p-n átmenetet helyettesítő dióda  
 $R_p$  - párhuzamos szivárgási ellenállás  
 $R_s$  - a félvezető réteg soros ellenállása.

Az  $R_t$  terhelőellenálláson megjelenő  $U$  feszültség és  $I$  áram közötti kapcsolat:

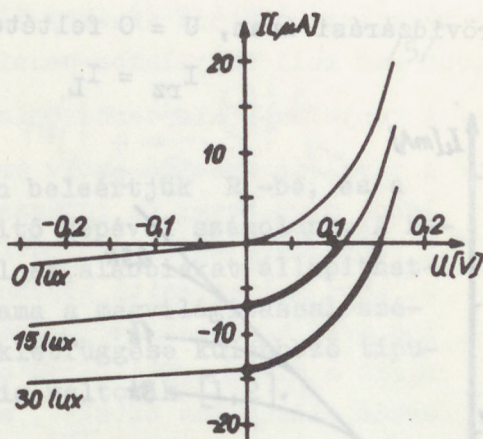
$$I = I_L - I_0 \cdot \left( e^{\frac{q U - R_s \cdot I}{A \cdot k \cdot T}} - 1 \right) - \frac{U - R_s \cdot I}{R_p} \quad /1/$$

- ahol:  $I_0$  - a dióda telítési visszárama  
 $q$  - az elektron töltése  
 $k$  - Boltzmann-állandó  
 $T$  - abszolút hőmérséklet  
 $A$  - a p-n átmenetre jellemző állandó /ideális diódára 1/

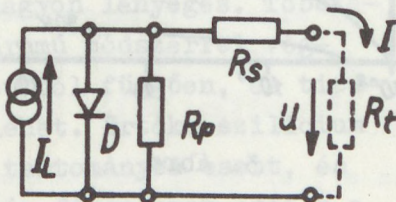
Az  $R_s$  ellenállás értéke néhány milliohm-tól ohm nagyságrendig terjed. Kis megvilágítások esetén a soros ellenálláson eső feszültség  $/R_s \cdot I/$  elhanyagolhatóan kicsiny.

Ekkor az /1/ összefüggés egyszerűsödik:

$$I = I_L - I_0 \left( e^{\frac{q \cdot U}{A \cdot k \cdot T}} - 1 \right) - \frac{U}{R_p} \quad /2/$$



1. ábra

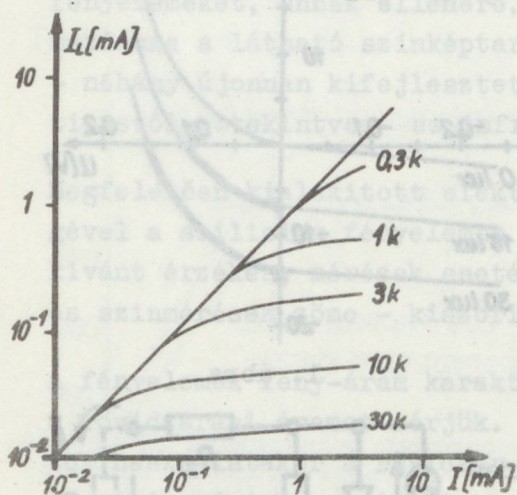


2. ábra



A rövidzárási áram,  $U = 0$  feltételből:

$$I_{RZ} = I_L \quad /3/$$

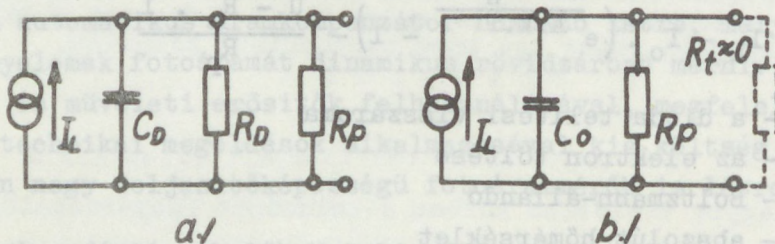


3. ábra

tehát arányos a megvilágítással. Ha  $R_t$  nem egyenlő nullával,  $U = R_t \cdot I$  véges feszültség, így  $I_L$  és  $I$  között a kapcsolat nem lineáris. A linearitási hiba  $R_t$  növelésével nő /3.ábra/. Adott  $R_t$  értéknél a nem-linearitás különböző fényelemekre eltérő nagyságú.

Az áramköri tervezés szempontjából a 2. ábra helyettesítő képén a D diódát a p-n átmenet kapacitásával

$/C_D/$  és dinamikus ellenállásával  $/R_D/$  helyettesíthetjük /4.a



4. ábra

ábra/. Ezek a paraméterek természetesen az  $U$  feszültség függvényei:

$$C_D = f_1 / U / \quad /4/$$

$$R_D = f_2 / U /$$

Az  $f_1$  és  $f_2$  függvényeknek csak az  $U = 0$  pontban fellépő értékei lényegesek, mivel az előbb elmondottak alapján ezt a feltételt teljesíteni kell a jó mérőkapcsolásnak.



$$R_D \Big|_{U=0} = R_0$$

/5/

$$C_D \Big|_{U=0} = C_0$$

Az  $R_0$  ellenállást a továbbiakban beleértjük  $R_p$ -be, és a 4.b ábra egyszerűsített helyettesítő képével számolunk. A helyettesítő kép elemeinek értékéről az alábbiakat állapíthatjuk meg. Az áramgenerátor  $I_L$  árama a megvilágítással széles tartományban arányos. Hőmérsékletfüggése különböző típusoknál 0,1 %/grad-tól 0,8 %/grad-ig változik [1,2].

A párhuzamos ellenállás  $R_p$  értéke és értékének megváltozása az egyenáramú tervezés szempontjából nagyon lényeges. Többféle fényelemen egyenáramú és váltakozóáramú módszerrel végzett méréseink szerint  $R_p$  értéke tipustól függően, és típuson belül is nagyságrendekkel eltérő lehet. Értéke szilícium fényelemek esetén az 1 kohm - 800 kohm tartományba esett, és a megvilágítástól független volt. Szelén fényelemek esetén a sötétben mért  $R_p$  ellenállás növekvő megvilágítással csökkent. Az  $R_p$  ellenállás hőmérsékletfüggése is jelentős, Si fényelemnél közelítőleg 3 %/grad-ot mértek [3].

A  $C_0$  kapacitás értéke a katalógus adatok és méréseink szerint is típusonként más, de azonos típusú fényelemeknél kis eltéréssel megegyező. Nagysága általában a fényelem méretétől függ és tartománya néhány tized nF-től néhány száz nF-ig terjed. A kapacitás értéke Si fényelemeknél méréseink szerint a megvilágítástól független, míg Se fényelemeknél növekvő megvilágítással a kapacitás értéke nő.

### 3. Mérőkörök tervezése

A fényelemhez csatlakozó áramkör az érzékelőből csak nagyon kis teljesítményt vehet fel, mivel igen kis áramok mérésére is szükség van nagyon kis feszültségesés mellett. Ez a követelmény előnyösen műveleti erősítők alkalmazásával teljesíthető.



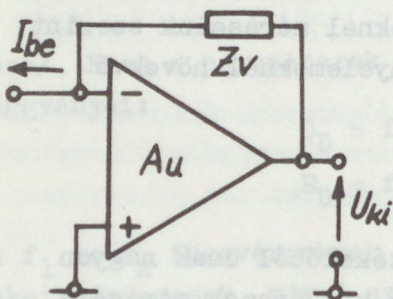
A műveleti erősítő áramkör tervezésénél a következő szempontokat kell figyelembe venni:

- a/ A fényelemet kis terhelő impedanciával kell lezárni.
- b/ A műveleti erősítő aktív áramkör, így figyelemmel kell lenni arra, hogy ne juttasson a fényelemre feszültséget. A fényelemre kerülő külső feszültség ugyanis előfeszíti a 2. ábra helyettesítő képének D diódáját, az ezen átfolyó áram hőmérsékletfüggése pedig mérési hibát okoz. Másrészt a dióda nyitóirányú előfeszítése csökkenti az  $R_p$  eredő ellenállás értékét, ami - mint később látni fogjuk - kedvezőtlen.
- c/ Az erősítő nullponthibái és zaja lehetőleg ne okozzanak a mérésben hibát.
- d/ Biztosítani kell, hogy a mérőkör gerjedésmentes legyen.

Az a/, b/ és c/ követelményekkel a 3.1 pontban, a d/ követelménnyel a 3.2 pontban foglalkoztunk. Végül a 3.3 pontban néhány gyakorlati kapcsolást adunk meg.

### 3.1 Egyenáramú tervezési szempontok

Kis bemeneti feszültségesésű áramerősítőt nagygyorsítású, párhuzamos feszültség-visszacsatolással ellátott műveleti erősítővel állíthatunk elő [4]. Ennek egyszerű alapkapcsolása az



5. ábra

5. ábrán látható. A jelforrás áramára a transzfer impedancia, ha a műveleti erősítő kimeneti ellenállása sokkal kisebb, mint  $Z_v$ :

$$\frac{U_{ki}}{I_{be}} = -Z_v \quad /6/$$

A jelforrást lezáró bemeneti impedancia:

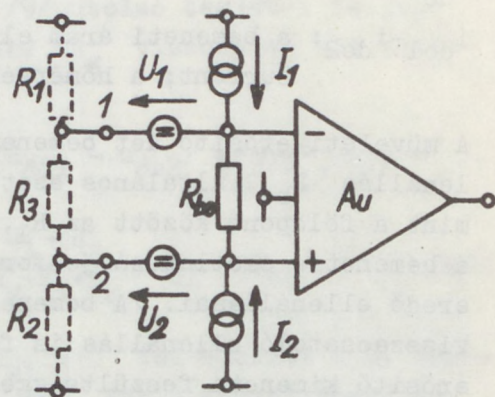
$$Z'_{be} = R_{be} \times \frac{Z_v}{1 + A_u} \quad /7/$$

ahol  $A_u$  - az erősítő nyílthurkú erősítése.



Az egyenáramú hibák vizsgálatát a 6. ábra áramköre alapján végezhetjük el. Mivel a műveleti erősítő mindig szimmetrikus bemenetű, külön szükséges feltüntetni a két bemeneten a nullpont-eltolódást helyettesítő feszültség- és áramgenerátorokat.

A feltüntetett  $I_1$ ,  $I_2$ ,  $U_1$ ,  $U_2$  generátorok mindegyike két összetevőből áll:



6. ábra

$$U_1 = U_{m1} + u_{do1}$$

$$U_2 = U_{m2} + u_{do2}$$

$$I_1 = I_{m1} + i_{do1}$$

$$I_2 = I_{m2} + i_{do2}$$

/8/

Itt az  $u_{do}$  illetve  $i_{do}$  a bemenetre vonatkoztatott nullpontvándorlási feszültség-, illetve áramgenerátorok. Az  $U_m$  és  $I_m$  az erősítő bemeneti munkaponti feszültségeit illetve áramait jelentik. Ezek változatlanok, de feltüntetésükre egyrészt a fényelemre kerülő feszültség számításához szükség van, másrészt ezekből is származik nullpontvándorlás, ha a generátor-ellenállás változik.

A műveleti erősítők katalógusai a fenti generátorokból rendszerint a következőket adják meg:

$U_{m1} - U_{m2}$  : bemeneti nullponteltolódási /offset/ feszültség,

$u_{do1} - u_{do2}$  : bemeneti nullpontvándorlási /drift/ feszültség /a hőmérséklet- és a tápfeszültség-változás következtében fellépő összetevőkből áll/,

$I_m$  : bemeneti áram /bias current/,

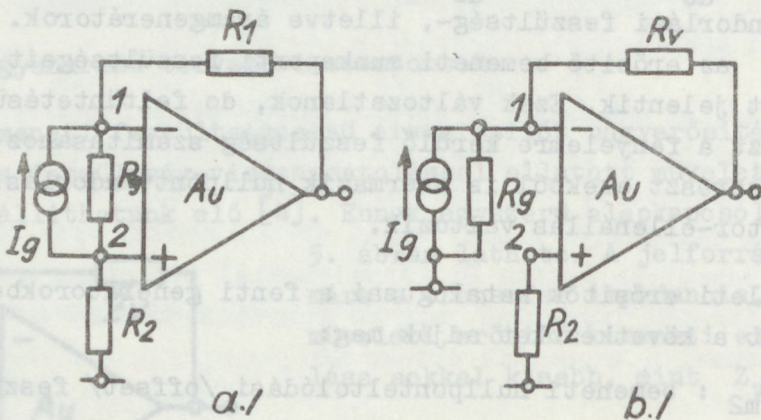
$I_{m1} - I_{m2}$  : bemeneti áramok eltérése /offset current/,



$i_{do}$  : bemeneti áram változás /a hőmérséklet függvénye/,  
 $i_{do1} - i_{do2}$ : a bemeneti áram eltérés megváltozása /drift current; a hőmérséklet függvénye/.

A műveleti erősítő két bemenete között mérhető bemeneti ellenállás  $R_{be}$ . Általános esetben az 1 és 2 bemenetek, valamint a földpont között az  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  ellenállások vannak. Ezek a bemenetre csatlakozó jelforrás, és a visszacsatoló hálózat eredő ellenállásai. /A bemeneti generátorok szempontjából a visszacsatoló ellenállás is földponton van, mivel a műveleti erősítő kimenete feszültséggenerátornak tekinthető./

Az alkalmazható kapcsolás kétféle lehet, ezeket a 7. ábra tünteti fel. A hibagenerátorokat célszerű eredőben egyetlen, a fényelemmel párhuzamos áramgenerátorral helyettesíteni / $I_g$ /. Ekkor ugyanis a nullpontvándorlást jellemző áramgenerátor közvetlenül összehasonlítható a jelgenerátorral. Meghatározzuk a továbbiakban az eredő munkaponti generátor összetevőinek helyes kiegyenlítését is.



7. ábra

A 7.a. ábra kapcsolásán a fényelem a két bemenet közé kapcsolódik,  $R_3 = R_g$  /a fényelem belső ellenállása/.

A 6. ábra alapján a munkaponti áramgenerátor árama:

$$I_{gm} = \frac{I_{m1}R_1 - I_{m2}R_2}{R_1 + R_2} + \frac{U_{m1} - U_{m2}}{R_g \times R_1 + R_2} \quad /9/$$



A nullpontvándorlást jelentő áramgenerátor áramába beleszámítjuk az  $R_g$  változása miatt /9/ utolsó tagjából fellépő áramot is. A generátoráram értéke  $R_g$  viszonylag kis változásainál:

$$i_{gd} = \frac{i_{do1} \cdot R_1 - i_{do2} \cdot R_2}{R_1 + R_2} + \frac{u_{do1} - u_{do2}}{R_g \cdot \frac{1}{R_1 + R_2}} + \frac{1}{R_g \cdot \frac{1}{R_1 + R_2}} \cdot \frac{\Delta R_g}{R_g} \cdot \frac{R_1 + R_2}{R_g + R_1 + R_2} \cdot \frac{U_{m1} - U_{m2}}{R_g} \quad /10/$$

A fényelemre jutó feszültség  $U_{ki} = 0$  feltételnél a 6. ábrából könnyen számíthatóan:  $U_{m1} - U_{m2}$ . Ezt a feszültséget az erősítő belső offset kompenzációjával kiegyenlíthetjük a fényelemet rövidrezárva. Ekkor a /10/ kifejezésben  $i_{gd}$   $R_g$ -től függő tagja is kiesik. A /9/ és /10/ összefüggés első tagja  $R_1 = R_2 = R$  esetén a legkisebb. Ekkor:

$$I_{gm} = \frac{I_{m1} - I_{m2}}{2} \quad /11/$$

$$i_{gd} = \frac{i_{do1} - i_{do2}}{2} + \frac{u_{do1} - u_{do2}}{R_g \cdot 2R} \quad /12/$$

A 7.a ábrán látható kapcsolásban /11/ kiegyenlítése adott  $R_1$ ,  $R_2$  ellenállásoknál az  $R_2$  talppontjára vezetett megfelelő előjelű és értékű feszültséggel történhet. Előnye a kapcsolásnak, hogy  $R_g$  megváltozása nem növeli az  $i_{gd}$  áramhibát.

A 7.b ábrán a fényelem a műveleti erősítő negatív bemenete és a földpont közé kapcsolódik. A 6. ábrával összehasonlítva ez esetben:  $R_3 = 0$ ,  $R_1 = R_g \cdot R_v$ , ahol  $R_v$  a visszacsatoló ellenállás. Kiszámítva a hibagenerátorok helyettesítő áramgenerátorait:

$$I_{gm} = I_{m1} + \frac{U_{m1} - U_{m2} - I_{m2} \cdot R_2}{R_g \cdot R_v} \quad /13/$$



$$i_{gd} = i_{do1} - i_{do2} \frac{R_2}{R_g \times R_V} + /u_{do1} - u_{do2}/ \frac{1}{R_g \times R_V} + \frac{1}{R_g \times R_V} /U_{m1} - U_{m2} - I_{m2} \cdot R_2/ \cdot \frac{\Delta R_g}{R_g} \cdot \frac{R_V}{R_g + R_V} \quad /14/$$

A fényelemre jutó feszültség  $U_{ki} = 0$  feltételnél a 6. ábra alapján:  $U_{m1} - U_{m2} - I_{m2} \cdot R_2$ . Ezt a feszültséget a fényelemet rövidrezárva az erősítő belső offset kompenzációjával vagy a pozitív bemenetre vezetett feszültséggel kell kiegyenlíteni. Ez egyben /14/  $R_g$  változásából adódó utolsó tagját is elhanyagolhatóan kicsire csökkenti. A /13/ összefüggésben az  $I_{m1}$  tagot most az ellenállás értékektől függetlenül egyszerűen kiegyenlíthetjük a művelati erősítő negatív bemenetére vezetett  $I_k = -I_{m1}$  kompenzáló árammal, amit könnyű létrehozni, mivel a bemenetek feszültsége gyakorlatilag nem változik.

Ha az  $R_g$  ellenállás változása viszonylag kicsi, az  $R_2 = R_g \times R_V$  egyenlőséget is teljesítve /14/ a következőképpen egyszerűsödik:

$$i_{gd} = i_{do1} - i_{do2} + /u_{do1} - u_{do2}/ \frac{1}{R_g \times R_V} \quad /15/$$

A fenti módon az erősítóből származó zajok is számíthatók. Előszörban a kisméretű /flicker/ zaj lehet zavaró. A megfelelő kifejezésekben a drift generátorok helyett a zaj generátorokkal számolva a fényelem áramával közvetlenül összehasonlítható eredő zaj áramgenerátort kapunk.

A nullpontvándorlási áramok /10/, /12/ ill. /14/, /15/ kifejezéseiből látható, hogy  $R_g$  növelésével a driftfeszültségből származó rész csökken, így azonos érzékenységű fényelemek közül jobb a nagyobb belső ellenállású.

Az  $i_{gd}$  áram tényleges értékét a megfelelő kifejezésből a művelati erősítő katalógus adatai, a hőmérséklet változás, a tápfeszültség változás és  $R_g$  megváltozása alapján kiszámítva közvetlenül a mérendő fotoáram mérési hibáját kapjuk.



### 3.2 A mérőkörök stabilitása

Mivel a mérőköröket visszacsatolt műveleti erősítő segítségével alakítjuk ki, foglalkozni kell a gerjedékenységi kérdéssel. Gerjedés vizsgálat szempontjából a mérőkapcsolás negatív soros feszültség-visszacsatolással ellátott erősítő. A visszacsatolási tényező  $\beta$  a 8. ábra alapján:

$$\beta = \frac{Z_f}{Z_v + Z_f} \quad /16/$$

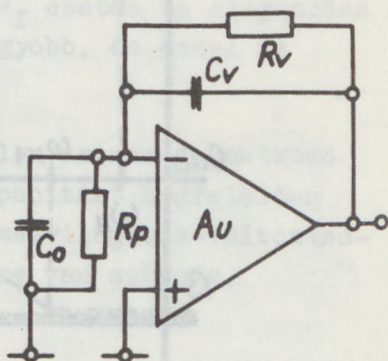
ahol  $Z_f$  a fényelem komplex belső impedanciája,  $Z_v$  pedig a visszacsatoló impedancia.

A gerjedékenységi vizsgálata a Bode-diagramok alapján történhet. Ismeretes, hogy a stabilitás feltétele az, hogy az  $A_u \cdot \beta$  hurokerősítés fáziskarakterisztikájának abszolút

értéke az amplitúdó karakterisztika 0 dB-es értékéhez tartozó frekvencián kisebb legyen  $180^\circ$ -nál. A biztonság kedvéért és azért, hogy a zárt hurkú erősítés frekvenciamenetében ne legyen nagy kiemelés, a  $180^\circ$ -os fázisforgatást csak megfelelő fázistartalékkal szabad megközelíteni. Az  $A_u$  erősítés és a  $\beta$  visszacsatolási tényező amplitúdó karakterisztikáját a 9. ábrán láthatjuk. A hurokerősítés a kettő szorzata, ennek amplitúdó karakterisztikája a két görbe összegzésével nyerhető.

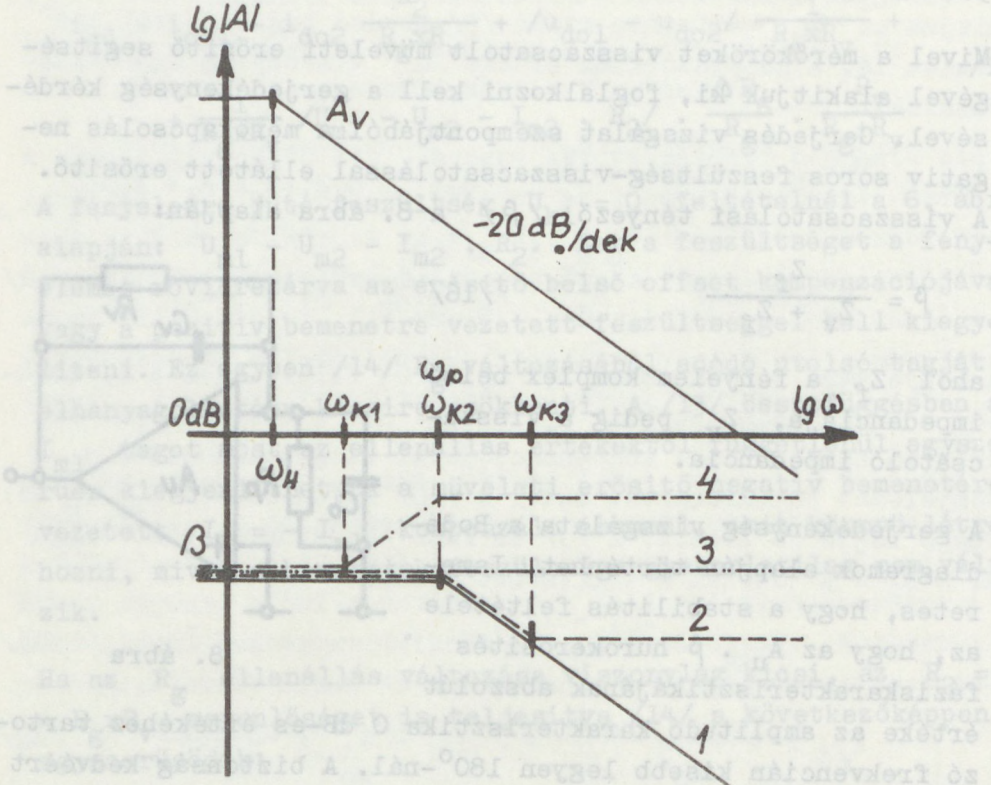
Jelen esetben az a legkedvezőbb, ha az  $A_u$  erősítés egy  $\omega_H$  határfrekvenciától az egységnyi erősítésig 20 dB/dek meredekséggel csökken, aminek max.  $-90^\circ$  fázistolás felel meg. Ezt egy domináns időállandóval egyes erősítőknél eleve biztosítják, más esetekben külső frekvenciakompenzáló elemekkel biztosítható.

A visszacsatolási tényező karakterisztikáját  $Z_v = R_v$  esetén az 1. görbe mutatja. Látható, hogy  $\omega_f$  frekvenciától ez is



8. ábra





9. ábra

20 dB/dek meredekséggel esik, tehát ehhez is  $-90^\circ$  fázisfordulás tartozik.

$$\omega_f = \frac{1}{R_p \cdot C_o} \quad /17/$$

Igy a hurokerősítés meredeksége  $\omega_f$  frekvencia felett 40 dB/dek,  $-180^\circ$  max. fázisforgatással, ami a gerjedés határán van. Ezért beiktatjuk a  $C_v$  kompenzáló kapacitást. Ez a  $\beta$  karakterisztikában újabb,  $\omega_k$  töréspontot eredményez:

$$\omega_k = \frac{1}{R_v \cdot C_v} \quad /18/$$

Ezzel  $\beta$  frekvenciafüggése a következő:

- $\omega_{k3} > \omega_f$  : 2 görbe
- $\omega_{k2} = \omega_f$  : 3 görbe
- $\omega_{k1} < \omega_f$  : 4 görbe



Ha az  $\omega_k \leq \omega_f$  feltételt valósítjuk meg, az  $A_u \cdot \beta$  hurok-erősítés meredeksége sehol nem nagyobb 20 dB/dek értéknél, ami 90°-os fázistolást és kiemelésmentes zárt hurkú erősítés amplitúdó karakterisztikát jelent. Ennek feltétele:

$$C_v \geq \frac{R_p \cdot C_o}{R_v} \quad /19/$$

/Megjegyezzük, hogy az erősítő  $\omega_k > \omega_f$  esetén is elegendően stabil lehet, továbbá sávzélessége nagyobb, de ezzel az esettel most nem foglalkozunk./

A  $C_v$  kapacitás beiktatásával a fényelem áramára vonatkozó erősítés sávzélessége  $\omega_k$ . A  $C_v$  kapacitást megfelelően megnövelve a mérőkapcsolás a gyorsabb megvilágítás-változásokat átlagolja, és sok esetben éppen erre van szükség.

### 3.3 Gyakorlati mérőkapcsolások

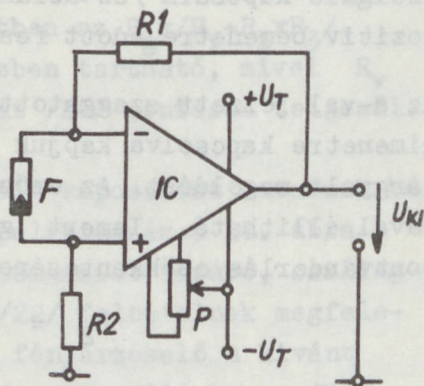
A 10. ábrán vázolt kapcsolásban a fényelemet a műveleti erősítő bemenetei közé kapcsoljuk, és

$R_1 = R_2$  választással biztosítjuk a bemenetek szimmetrikus lezárását. A kapcsolás transzfer impedanciája  $Z_v$ :

$$Z_v = - /R_1 + R_2/ \quad /20/$$

Igy a kimeneti feszültség:

$$U_{ki} = - I_{be} /R_1 + R_2/ \quad /21/$$



10. ábra

Mint a 3.1 pontban bemutattuk, a nullponteltérési /offset/ feszültséget a belső nullázással kiegyenlítve /10/ utolsó tagja nulla. Erősen változó  $R_g$  ellenállások esetén ez a kapcsolás a nullpontvándorlást okozó áramok /áramdrift/ szempontjából előnyösebb a 7.b ábra szerinti elrendezésnél, ami a /12/ és /14/ első tagjainak összehasonlításával belátható. A kapcsolásban a /11/ által megadott munkaponti áram kiegyenlítése történhet az  $R_2$  talp-







Ha azonban  $R_V \gg R_1 \times R_3$  és ezt a feltételt a fokozatváltásnál változtatott  $R_1-R_3$  osztó elemei minden esetben kielégítik:

$$Z_V \simeq R_V \frac{R_1}{R_1 + R_3} \quad /24/$$

A b megoldásban  $R_V$  állandó értéke mellett a bemenet lezárása  $R_g = \text{const.}$  esetén a fokozatváltástól függetlenül állandó, így a nullpontvándorlás szempontjából kedvező /22/ feltétel könnyen teljesíthető.

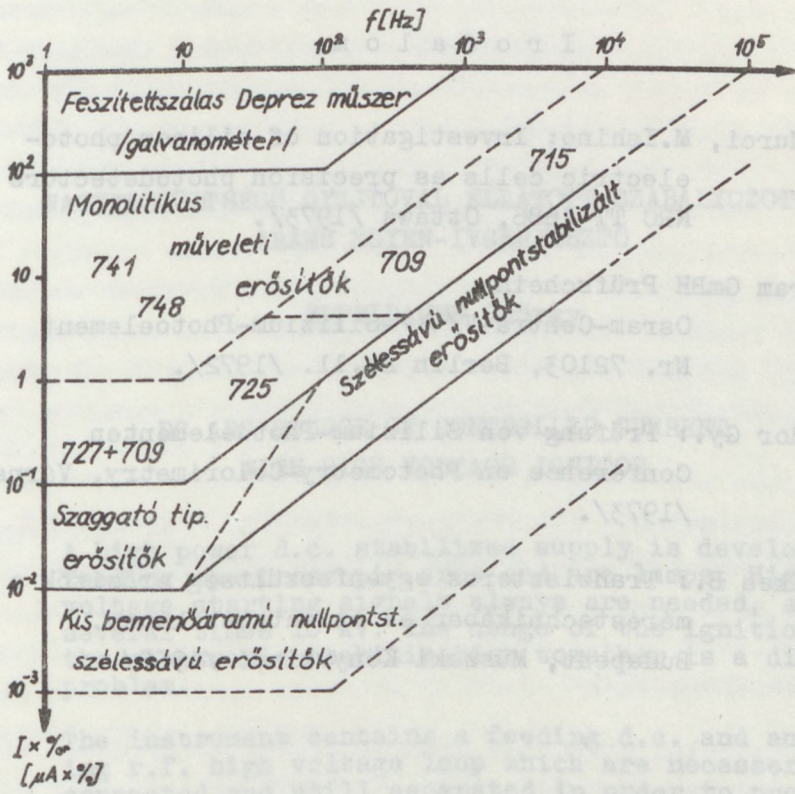
Nagyobb pontossági igény, illetve kisértékű  $R_V$  ellenállás esetén a c megoldás szerint  $R_V$  a kimenetre kapcsolt osztót követő egységnyi erősítésű erősítő /IC2/ igen kis impedanciájú kimenetére csatlakozik. IC2-vel szemben - ha a kimeneti osztó osztásarányát, tehát az érzékenységet több nagyságrenden keresztül változtatjuk - hasonlóak a követelmények, mint IC1 esetében. Az ábrán IC2 nullázását nem tüntettük fel. IC1 bemenetét az  $R_g \times R_V$  ellenállás zárja le, függetlenül az érzékenység váltástól, míg a b esetben az  $R_g \times R_V + R_1 \times R_3 /$ . A transzfer impedancia pontosan kézben tartható, mivel  $R_V$  nem terheli az  $R_1-R_3$  osztót, tehát /24/ pontosan teljesül.

A 12. ábrán a gyakorlatban jól bevált kapcsolást mutatunk be az értékek feltüntetésével. Az alapelrendezés a 11. ábra b változatának felel meg. A pozitív bemenetet lezáró, csillaggal jelölt ellenállást célszerű a /22/ feltételnek megfelelően  $R_g \times R_V$  értékre választani. A fényérzékelő a kívánt üzemmódtól függően /S1 kapcsoló/ fényelem állásban a földpontra, fotodióda üzemmódba pedig - 6 V-ra, illetve az erősítő invertáló bemenetére csatlakozik. Az S2 kapcsoló "nullázás" állásban az invertáló bemenetet kisértékű ellenálláson keresztül a földpontra köti. Ilyenkor az "U" zero feliratú helipottal az erősítő offset feszültsége kiegyenlíthető. Az S2 "mérés" állásában - a fényérzékelőt lesötétítve - az "I" zero helipottal a bemeneti áramot egyenlíthetjük ki /1. 3.1 pont/.









13. ábra

tott vonalak az elterjedt típusok, illetve a fajtán belüli változat alkalmazhatósági határai. A táblázatban található számok a Fairchild által gyártott műveleti erősítők /pl.  $\mu A$  741,  $\mu A$  748 stb./ típuszámait, amelyek helyett az azonos paraméterekkel rendelkező, más gyártmányú típusok is megfelelnek. Ezek az ismerttetett alkalmazási példákban a megfelelő frekvenciakompenzáló elemek beiktatásával áram-feszültség átalakítóként felhasználhatók.



## I r o d a l o m

- [1] N.Murci, M.Ishino: Investigation of silicon photoelectric cells as precision photodetectors  
NRC TT-1686, Ottawa /1973/.
- [2] Osram GmbH Prüfschein  
Osram-Centra-V/  $\lambda$  /-Silizium-Photoelement  
Nr. 72103, Berlin 24.11. /1972/.
- [3] Andor Gy.: Prüfung von Silizium-Photoelementen  
Conference on Photometry-Colorimetry, Várna  
/1973/.
- [4] Telkes B.: Tranzisztoros egyenfeszültség erősítők a mérés technikában és az automatikában.  
Budapest, Műszaki Könyvkiadó /1968/.



NAGYFESZÜLTSEGŰ GYUJTÓVAL ELLÁTOTT SZABÁLYOZOTT  
ÁRAMÚ EGYEN-ÍVGERJESZTŐ

EPPELDAUER György

DC ARC SOURCE OF CONTROLLED CURRENT  
WITH HIGH VOLTAGE IGNITOR

A high power d.c. stabilized supply is developed for feeding spectroscopic arcs and arc lamps. High voltage starting signals always are needed, sometimes several times 10 kV. The usage of the ignition and the electronic stabilization together is a difficult problem.

The instrument contains a feeding d.c. and an igniting r.f. high voltage loop which are necessarily connected and still separated in order to protect the elements of the instrument against a high voltage damage.

There are also different starting regulations described for igniting those arc lamps which need some extra conditions owing to their loading characteristics or their extra high current or voltage consumption.

The maximum error of the arc-current was less than 1%.

Bevezetés

Napjainkban a nagy tisztaságú anyagok alkalmazási köre nő. Ezekben nyomszennyezők koncentrációját egyenáramú ívgerjesztéses spektroszkópiával nagyobb érzékenységgel és pontossággal lehet meghatározni, mint szikragerjesztéssel. Ez felveti az ívgyújtás és íváram stabilizálás problémáját [1].

Kísérletileg megállapított tény, hogy a gerjesztési folyamat azonos elektródák alkalmazásakor állandó íváram esetén jól



reprodukálható. Az elektromos fény ívek áramerősség-vezetőképesség jelleggörbéje azonban szabályozás nélkül emelkedő tendenciájú: az íváram növekedésével a vezetőképesség nő, növekvő vezetőképesség azonban áramnövekedést eredményez. Következésképpen az ív önmagában instabil, külső íváram szabályozás nélkül az íváram időben növekszik. Megfelelően megválasztott külső előtétellenállás alkalmazásával az íváram bizonyos mértékig szabályozható. Az így elérhető áramstabilitás azonban nem teszi lehetővé kielégítő reprodukciós pontosságú spektroszkópiai mérések végzését. Megfelelő eredményt csak külső íváram szabályozási kör alkalmazásával lehet elérni.

Az ívgyújtás akkor megfelelő, ha az analitikai ív kialakulása előtt kipárolgás nem jön létre. Ez csak úgy teljesíthető, ha a gyújtást nem elektród összeérintéssel végezzük.

A tervezés szempontjai

A spektroszkópiai gyakorlat igényét minden szempontból kielégítő berendezéssel szembeni követelmények, melyek csak szabályozási kör alkalmazásával teljesíthetők, a következők: széles áramerősség szabályozási tartomány, egyszerű íváram beállítási lehetőséggel, kis szabályozási hiba a jó áramérték tartás és reprodukció érdekében, gyors szabályozás a gyors fluktuációk hatástalanítása és az ívkialvás megakadályozása érdekében, az ideális, hullámosságtól mentes egyenáramot jól megközelítő terhelő /ív/áram, elektród összeérintés nélküli nagyfeszültségű ívgyújtás és az ezzel járó nagyfeszültség elleni berendezés védelem, valamint többszörösen megbízható életvédelem.

A szabályozás gyorsasága, az íváram simitottsága, az érték-tartás pontossága és a szabályozási kör stabilitása egymásnak ellentmondó követelmények. Valamennyi igény megfelelő teljesítése csak optimum megoldással volt lehetséges.



A szabályozási kör kialakításánál figyelembe kellett venni azt is, hogy a berendezés nagyfeszültségű gyújtó áramköreinek a szabályozási körrel kapcsolódnia kell, gyújtáskor a szabályozási kör ne söntölje a gyújtó feszültséget és ugyanakkor a gyújtó feszültsége a szabályozási körbe csak megfelelő mértékben csillapítva kerüljön.

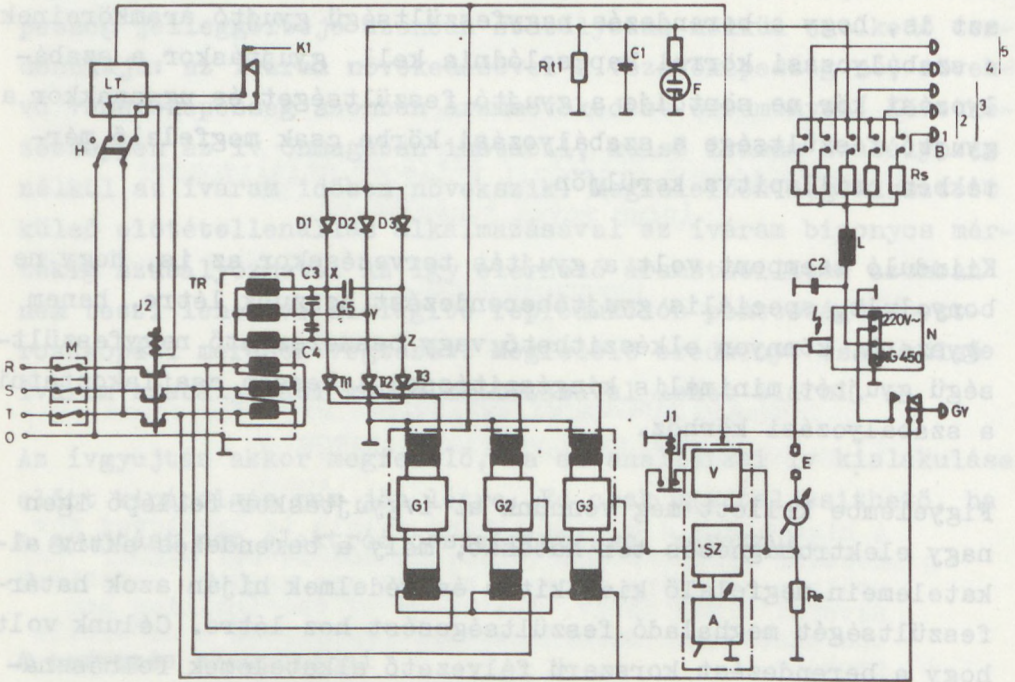
Kiinduló szempont volt a gyújtás tervezésekor az is, hogy ne bonyolult, speciális gyújtóberendezést hozzunk létre, hanem egyszerű, könnyen elkészíthető vagy beszerezhető nagyfeszültségű gyújtót minimális kiegészítéssel lehessen csatlakoztatni a szabályozási körhöz.

Figyelembe kellett még vennünk az ívgyújtáskor fellépő igen nagy elektromágneses tér hatását, mely a berendezés aktív alkatelemein megfelelő kialakítás és védelmek híján azok határfeszültségét meghaladó feszültségesést hoz létre. Célunk volt, hogy a berendezést korszerű félvezető alkatelemek felhasználásával valósítsuk meg.

#### A berendezés felépítése

A berendezést az 1. ábrán látható kapcsolási vázlat szerint alakítottuk ki. A szabályozandó egyenfeszültséget a háromfázisú hálózatból állítjuk elő TR transzformátorral táplált félig vezérelt kétutas egyenirányító hid kimenetén. E feszültséget egy arányos típusú értéktartó szabályozási kör segítségével úgy szabályozzuk, hogy az  $R_s$  ellenálláson és az  $E$  elektródokon áthajtott áram az  $A$  szabályozható alapjel által beállított állandó értékű legyen. A feszültség szabályozás az SZ szabályozót követő és a  $T_{i1}$ ,  $T_{i2}$ ,  $T_{i3}$  tirisztorok gyújtászögét vezérlő  $G_1$ ,  $G_2$ ,  $G_3$  impulzusgenerátorok segítségével történik. Az íváramot az  $I$  árammérő méri és az  $R_e$  érzékelő ellenállás alakítja feszültséggé.  $R_{t1}$  ellenállás előterhelést ad a  $T_i$  tirisztorok számára. Az  $L$  induktivitás a tirisztoros egyenirányító hid kimenő feszültségének simitását szolgálja





1. ábra

az íváram hullámosság mentessége érdekében. Az E elektródok gyujtása nagyfrekvenciás nagyfeszültség segítségével történik. Az N nagyfeszültségű gyujtógenerátor a GY gyujtógomb megnyomásakor sorosan kapcsolódik az ívköz és az L induktivitás közé. C2 biztosítja, hogy gyujtáskor a szabályozási kör nem söntöli a gyujtó feszültséget. A gyujtó feszültség csillapítását az egyenirányító hid felé az L induktivitással szűrőt képező C1 kondenzátor végzi. A nagyfrekvenciás gyujtó feszültségnek a háromfázisú hálózatba jutását akadályozza meg a C3, C4 és C5 kondenzátor. Mivel az egyénív az ív működési tartományának legnagyobb részében negatív ellenállású terhelést képvisel, különböző elektródok és íváramtartományok esetén különböző  $R_s$  soros ellenállások B áramtartomány kapcsolóval történő beiktatása biztosítja a szabályozási kör számára a pozitív ellenállású terhelést, illetve a szabályozási kör negatív visszacsatolását.



Az ívgyújtáskor fellépő nagy elektromágneses tér hatására bekövetkező alkatelem meghibásodás ellen az 1. ábrán fel nem tüntetett Zener-gát rendszer véd.

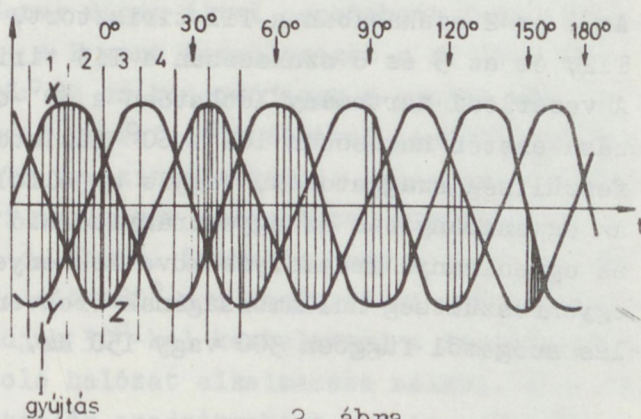
A V védőáramkör életvédelmi célokat szolgál. A GY gyujtógomb megnyomása előtt, amikor is íváram még nem folyik, a V-ben levő trigger áramkör a G impulzusgenerátorok gyújtását tiltja. Ez azt a célt szolgálja, hogy az elektródok feszültségmentesek legyenek, ha nincs íváram. GY megnyomásakor J1 jelfogó elengedésével V tiltó hatása megszűnik, az ívgyújtás megtörténhet. GY nyomógomb elengedésekor a J1 jelfogó ismét meghúzó, de a V áramkör tiltó hatása ekkor már megszűnt, mert a V-ben levő trigger áramkör az íváram megjelenésére billen és gyújtás tiltó hatása megszűnik. Ha az elektródokon feszültség van, azt az F parázsfény-lámpa jelzi.

K1 biztonsági kapcsoló, B áramtartomány kapcsoló kapcsolása előtt egy egyszerű mechanizmus mindig bontja. Ezáltal J2 mágneses kapcsolót áramtalanítjuk, illetve a berendezést feszültségmentesítjük a kezelő személy életbiztonsága érdekében.

LT a berendezés kifizültségű tápegységét, M a három fázisú automata-biztosítót, H a hálózati kapcsolót jelöli.

### A berendezés áramköri kialakítása

A 3 kW-os transzformátor szekunder tekercseire kapcsolt háromfázisú félig vezérelt egyenirányító hidat a G1, G2 és G3 impulzusgenerátorokkal a 2. ábra



szerint működtetjük. X, Y és Z a három szekunder fázis. Az íváramot mindig csak egyetlen dióda-tirisztor pár vezeti. Az



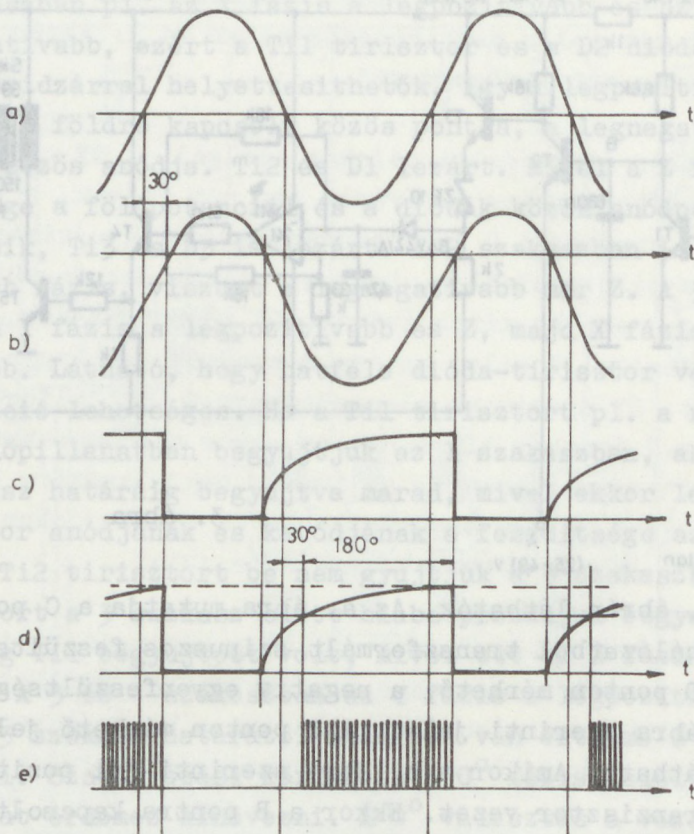
1 szakaszban pl. az X fázis a legpozitívabb és az Y fázis a legnegatívabb, ezért a T11 tirisztor és a D2 dióda vezet. Ezek rövidzárral helyettesíthetők, így a legpozitívabb a tirisztorok földre kapcsolt közös pontja, a legnegatívabb a diódák közös anódja. T12 és D1 lezárt. Mivel a Z fázis feszültsége a földpotenciál és a diódák közös anódpotenciálja közé esik, T13 és D3 is lezárt. A 2 szakaszban is X a legpozitívabb fázis, viszont a legnegatívabb már Z. A 3 és 4 szakaszban Y fázis a legpozitívabb és Z, majd X fázis a legnegatívabb. Látható, hogy hatféle dióda-tirisztor vezető pár kombináció lehetséges. Ha a T11 tirisztort pl. a nyíllal jelölt időpillanatban begyújtjuk az 1 szakaszban, akkor a 3 és 4 szakasz határáig begyújtva marad, mivel ekkor lesz a T11 tirisztor anódjának és katódjának a feszültsége azonos, ha csak a T12 tirisztort be nem gyújtjuk a 3 szakaszban. A T12 tirisztort a 3 szakasz előtt hiába próbáljuk begyújtani, ha előzőleg T11 begyújtott volt, mivel ott az X fázis a legpozitívabb. A 3 és 4 szakaszban az Y fázis a legpozitívabb, ezért a 2 és 3 szakasz határától számítva van értelme a T12-t begyújtani. Szabályozási körünkben a  $0^\circ$  fáziskésleltetésnek ezt a vonalat érdemes kinevezni. E  $0^\circ$  választás a vezérlő hálózatban  $30^\circ$ -os fáziskésleltetést tesz szükségessé mindhárom tirisztor gyújtásának számára az X, Y és Z fázishoz képest. Az 1 és 2 szakaszban a T11 tirisztort, a 3 és 4 szakaszban a T12, és az 5 és 6 szakaszban a T13 tirisztort kell gyújtani. A vezérlési tartomány láthatóan a  $30^\circ$ -os fázistolás alkalmazása esetén hatásosan  $180^\circ$ .  $60^\circ$  fázistolástól válik a kimenő feszültség szaggatottá, vagyis a jelfolytonosság megszűnik. Az egyenirányítás az egyenirányító hid terhelésén teljesül, az egyenirányú áramfolyás következményeként. Látható, hogy az egyenfeszültség hullámosságának frekvenciája a gyújtásvezérlés szögétől függően 300 vagy 150 Hz.

A T11, T12 és T13 tirisztor gyújtását a 3. ábra szerinti három azonos kialakítású G1, G2 és G3 tirisztor gyújtó impulzusgenerátor végzi [2]. A kapcsolás jelzett pontjain mérhető jel-









4. ábra

körrel szemben nagyok a követelmények. Ha feltételezzük, hogy a komparálás a folytonos egyenes mentén, tehát az A pont szabályozó jelének minimumánál történik, az impulzusgenerátor kimenetén az e. ábra szerinti 10 kHz-es impulzussorozat jelenik meg. A 3. ábrán a T2 komparátort a T3 tranzisztorral felépített emitterkövető-szinttoló, majd az M1 műveleti erősítővel felépített astabil multivibrátor követi. A multivibrátor kimenő jele T4 emitterkövetővel hajtott T5 kapcsoló tranzisztorról transzformátoros csatolással gyűjtja az impulzusgenerátorral párosított tirisztort.

Az előnyös áramszabályozási tulajdonságok érdekében a szabályozási kört az 5. ábra szerint alakítjuk ki. Az SZ szabályozó átviteli tényezője 77. Hat időállandója közül 3 integráló

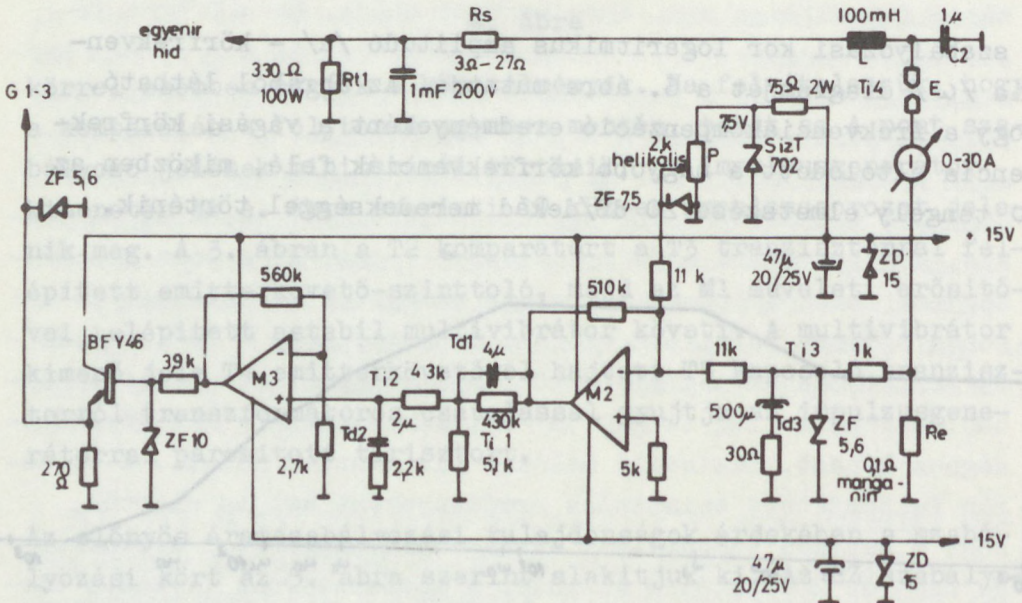






A vágási körfrekvencia 600 l/s. Ilymódon a szabályozási kört megfelelően gyorsá tettük. A 20 dB/dekádos tengelymetszék a szabályozási kör fázistöbbletére, azaz lengéshajlam mentességére utal. A közepes körfrekvenciában megnövekedett amplitudó az ilyen frekvenciájú zavarokra vonatkozó nagyobb szabályozási pontosságot jelent. Frekvenciakompenzáció nélkül - domináns integráló időállandó alkalmazásakor - a szabályozási kör dinamikus tulajdonságai olyan rosszak lennének, hogy a szabályozási kör nem tudná teljesíteni feladatát.

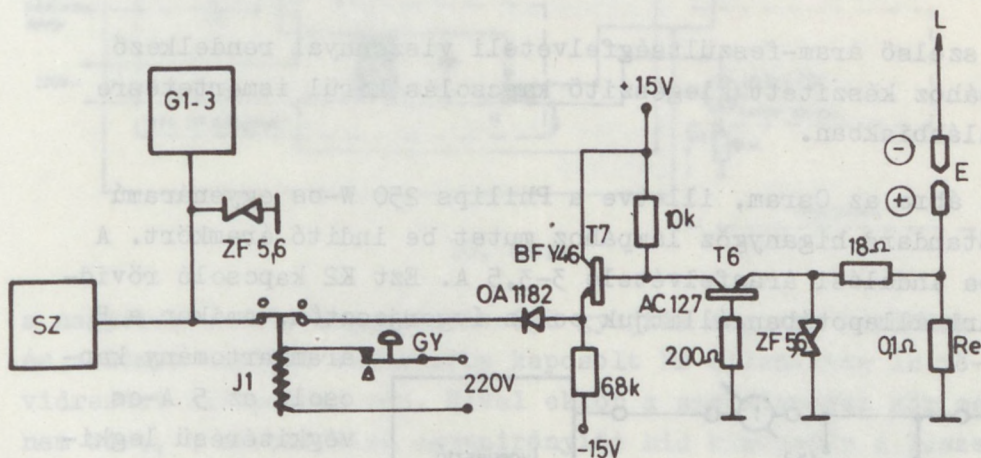
A realizált frekvenciakompenzáló hálózatokat tartalmazó SZ szabályozó kapcsolási rajza a 7. ábrán látható. Az  $R_e$  ellenállással feszültséggé alakított I kimenő /ív/áramot PI kompenzáció után kivonjuk a Zener diódás stabilizátor segítségével előállított, P helikális potencióméterrel változtatható alapjelből az M2 műveleti erősítő összegző bemenetén. Ezt PD és ismét PI kompenzáció, majd M3 műveleti erősítővel kialakított nem invertáló feszültségerősítő követi, kimenetén a gyújtó nagyfeszültség ellen védő Zener-gátakkal. A Zener-gátak a tápláló feszültség kapcsokon, az alapjel kimeneten és az ellenőrzőjel bemeneten is megtalálhatók.



7. ábra



A V védőáramkör kapcsolási rajza a 8. ábrán látható. A trigger áramkört a T6 kapcsoló tranzisztor és az azt követő T7 elválasztó tranzisztor segítségével alakítottuk ki. A nagyfeszültség elleni Zener-gátrendszer a kapcsolás csatlakozó pontjain szintén megtalálható.



8. ábra

Számításaink és méréseink szerint szabályozás nélkül az ív-áramban 40%-ot nem meghaladó zavaró megváltozások lépnének fel. Ilyenek az ívégés során létrejövő elektróda távolság növekedés 5 mm-ről 25-30 mm-re és a hálózati feszültség +10 és -15%-nyi megengedett megváltozásai, valamint a laboratóriumi körülmények között fellépő /+15 és +35°C közötti/ hőmérsékletváltozásokra létrejövő íváram változások. Az ismertetett arányos típusú értéktartó szabályozási kör alkalmazásának eredményeként az ívában az üzemeltetés során fellépő változások a szabályozás hatására mindig 1% megváltozási nagyság alá csökkennek.

#### Kiegészítő kapcsolások ívlámpák táplálására

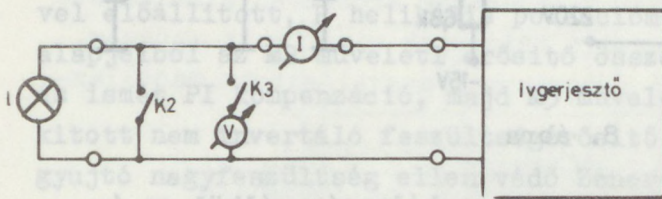
A létrehozott berendezés kiegészítő áramkörökkel alkalmas arra is, hogy az optikai laboratóriumok gyakori ívlámpa táplálási problémáit is megoldja. Az alkalmazott lámpák egyenáramú teljesítményigénye viszonylag nagy és pontos mérések végzésé-



hez tápáramukat stabilizálni kell. Ha a lámpák áramigénye igen nagy, kapocsfeszültségük többnyire kicsiny, ha viszont áramfelvételük kicsi, akkor kapocsfeszültségük nagy. Ezek az áram-feszültség viszonyok következnek abból, hogy a leggyakrabban használt lámpák teljesítményfelvétele néhány száz W.

Két szélső áram-feszültségfelvételi viszonyal rendelkező lámpához készített kiegészítő kapcsolás kerül ismertetésre az alábbiakban.

A 9. ábra az Osram, illetve a Philips 250 W-os egyenáramú UV-Standard higanygőz lámpához mutat be indító áramkört. A lámpa indulási áramfelvétele 3-3,5 A. Ezt K2 kapcsoló rövidrezárt állapotában állítjuk be az ívgerjesztőn, amikor a B



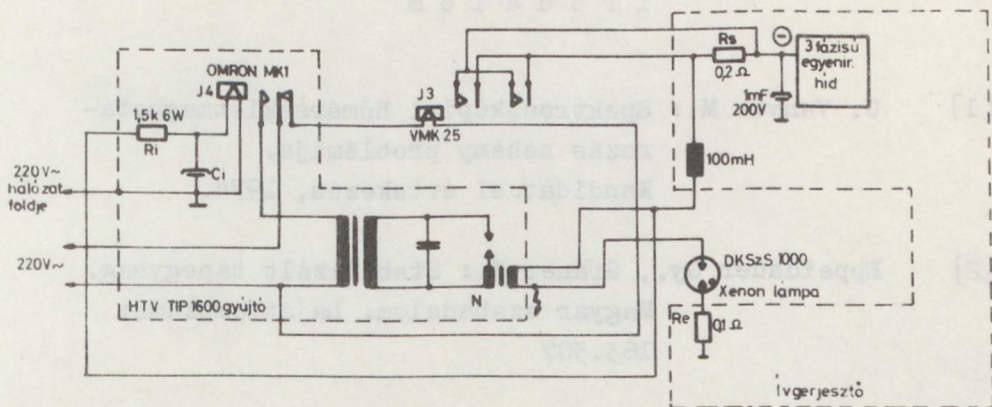
9. ábra

áramtartomány kapcsoló az 5 A-es végkitérésű legkisebb fokozatban van. Az L lámpa gyújtását K2 nyitásával végezzük, amikor is az I fojtót tartalmazó tápláló szabályozási körben szakadás lép fel.

A fellépő feszültséglökésre a lámpa begyújt és az előbb beállított indulási áram fog átfolyni rajta. 10-15 perc után állítjuk be a hiteles méréshez szükséges  $I = 2,00$  A üzemi lámpáramot. A lámpa indulási ellenállása kisebb, mint az üzemi, így a lámpa kapocsfeszültsége a kb. 125 V üzemi értékre csak a bemelegedés végén nő fel. K3 bekapcsolásakor V voltmérő a lámpa feszültségét méri.

DKSzS 1000 típusú 1000 W-os szovjet gyártmányú rövidívű xenon-lámpa 50 A-es, szabályozott táplálását biztosítja a 10. ábrán látható kiegészítő kapcsolás. Az N nagyfeszültségű gyújtó 1600 W-os, a Híradótechnikai Vállalat gyártmánya. A készülék bekapcsolását követően, mivel a J4 jelfogó nincs behúzott állapotban, viszont a J3 mágneses kapcsoló már behúzott,





10. ábra

a nagyfrekvenciás nagyfeszültségű gyújtás még nem kezdődik el és a lámpa tápláló áramkörébe kapcsolt  $R_s$  ellenállás is rövidrezárt állapotban van. Mivel ekkor a szabályozási kör még nem zárt, a háromfázisú egyenirányító hid kimenetén a szabályozatlan feszültség /kb. 200 V/ jelen van, amely a  $R_i C_i$  késleltetés miatt kis késéssel működteti a J4 jelfogót. Ekkor  $R_s$  rövidrezárt állapota megszűnik és a nagyfeszültségű gyújtás elkezdődik. A J4 jelfogó csak akkor enged el, ha a lámpa begyújtott, mivel ekkor a lámpa kapcsain a lámpa 20 V-os üzemi feszültsége lép csak fel. Így a késleltető RC hálózatra is - melynek  $R_i$  tagja feszültségosztót képez a jelfogó meghúzó tekercsével - az előbbi feszültségnek kb. tizede jut. Ez azt eredményezi, hogy J4 ismét elenged, így a nagyfeszültségű gyújtás befejeződik és  $R_s$  kisöntölődik. E nagyteljesítményű xenon-lámpa csak az ív felépüléséig igényli az  $R_s$  pozitív soros ellenállást, üzem közben már pozitív terhelést képvisel a tápláló szabályozási kör felé.

Az ismertetett berendezés sokoldalú felhasználhatóságánál fogva az optikai-elektronikai mérési összeállítások fontos építőeleme.



- [1] U. Vanyek M.: Spektroszkópiai hőmérsékletmeghatározás néhány problémája.  
Kandidátusi értekezés, 1974.
- [2] Eppeldauer Gy., Gráner J.: Stabilizált tápegység.  
Magyar szabadalom. Lajstromszáma:  
163.307









2934

W  
W  
W