Vilniaus universiteto

Fizikos fakulteto

Fotonikos ir nanotechnologijų institutas

Augustas Baliukonis

# IŠKAITINIMŲ NULEMTŲ RADIACINIŲ DEFEKTŲ TRANSFORMACIJŲ TYRIMAS ELEKTRONAIS APŠVITINTUOSE Si *pin* DALELIŲ JUTIKLIUOSE

Magistrantūros studijų baigiamasis darbas

Fotonikos ir nanotechnologijų studijų programa

Studentas Darbo vadovas Recenzentas Instituto atstovas Augustas Baliukonis dr. Vytautas Rumbauskas dr. Kazimieras Nomeika dr. Augustas Vaitkevičius

# Turinys

Įvadas	
I. Literatūros apžvalga	5
I.1. Dozės sąvoka	5
I.2. Radiaciniai defektai	5
I.3. Iškaitinimo teorija	9
II. Metodika	. 12
II.1. Voltamperinė charakteristika	. 12
II.2. Fotojonizacijos (PIS) spektroskopija	. 12
II.3. Giliųjų lygmenų nenuostovioji (DLTS) spektroskopija	. 14
II.4. Bandiniai	. 16
III. Rezultatai	. 18
III.1. Voltamperinių charakteristikų tyrimai	. 18
III.2. PIS tyrimai	. 21
III.3. DLTS tyrmai	. 25
III.4. Pagrindiniai rezultatai ir išvados	. 36
Literatūros nuorodų sąrašas	
Summary	

#### Įvadas

Silicis yra plačiai naudojamas visose technologijose, kuriose figūruoja elektronika. Viena pagrindinių priežasčių yra kaina [1], kadangi silicis yra antras pagal paplitimą elementas Žemėje (daug silicio atrandama Žemės gelmėse, taip pat iš silicio dalinai sudarytas smėlis, kadangi smėlis yra silicio dioksidas), turi labai neblogus puslaidininkinius parametrus – nei per didelis, nei per mažas draustinės juostos tarpas (1,14 eV esant 302 K temperatūrai), elektronų judris viršyja 1000 cm²/Vs [2]. Vienas iš technologinių laimėjimų, apdirbant silicį, yra jo legiravimas – procesas, kurio metu į silicį yra įvedamos donorinės arakceptorinės priemaišos, taip pakeičiant laidumo tipą. Dažniausiai naudojami – III arba V valentinės grupės elementai, legiravimo pasekoje manipuliuoti silicio elektrinėmis charakteristikomis pasidaro gerokai lengviau, nors legirantų tankis, lyginant su medžiagos, būna labai menkas [3]. Dėl lengvesnio manipuliavimo elektrinėmis charakteristikomis, silicis ir apskritai puslaidininkiai leido vystytis naujiems elektronikos prietaisams, tokiems kaip tranzistoriai ar diodai. Tokių prietaisų taikymų yra labai daug, vienas iš pritaikymų – naudoti kaip jutiklį [4, 5].

Jutikliai, pagaminti iš silicio, kaip detektoriai, labai aktualūs medicinoje, radioterapijoje bei didelių energijų fizikos eksperimentuose dėl gero jutiklių matmenų/signalo santykio lyginant su jonizacinėmis kameromis [4, 5, 6]. Jutiklių matmenys yra labai svarbūs radioterapijoje preciziškam apšvitos dozės įvertinimui, tiek ir didelių energijų fizikos eksperimentuose nustatant dalelių lėkio trajektorijas, tačiau šiose srityse naudojamiems jutikliams iškyla didelis "iššūkis" – jie veikia esant didelėms apšvitoms, o tai neigiamai paveikia jutiklį. Dėl didelės apšvitos formuojasi radiaciniai defektai, kurie pasireiškia kaip rekombinaciniai arba generaciniai centrai ir apskritai defektai "gadina" funkcines jutiklių charakteristikas [7]. Todėl jutiklis, kuris kurio funkcinės charakteristikos labai sparčiai degraduoja, nebūtų tinkamas naudoti medicinoje arba didelių energijų fizikos eksperimentuose, kadangi del defektų išsikraipytų tokių jutiklių signalas ir taptų nepatikimas. Dar vienas menkos tolerancijos radiacijai minusas - dėl signalo išsikraipymo, dažnai reiktų keisti jutiklius, ko pasekoje būtų švaistomi laikas ir pinigai. Apie tokią problemą savo straipsnyje Lindstrom et. al. [6] užsiminė, straipsnyje paminėdami, kad tuometiniai didelių energijų fizikos eksperimentatoriai norėjo, kad jutikliai veiktų tinkamai bent 10 metų. Akivaizdu, kad radiaciniai defektai medžiagai daro stiprų ir nepageidautiną poveikį, tačiau atrasta būdų tokiems defektams charakterizuoti ir taip nuspėti, kiek neigiamos įtakos radiaciniai defektai gali padaryti jutikliams. Taipogi, remiantis literatūra, yra žinoma, kad iškaitinant, medžiagoje vyksta radiacinių defektų transformacijos [8] ir galima manyti, kad juos iškaitinant, elektrinės charakteristikos atsistatys ir patys defektai transformuosis, sudarydami neaktyvius kompleksus.

Šio darbo tikslas yra išsiaiškinti jonizuojančios spinduliuotės paveiktų komercinių mažo

tūrio (<1 mm<sup>3</sup>) silicio *pin* legiravimo struktūros diodų ypatumus, siekiant sužinoti, kaip kinta jutiklių elektrinės charakteristikos didėjant sukauptai apšvitos dozei, po to, žvelgiant giliau – kokie radiaciniai defektai nulemia minėtų charakteristikų kitimą ir ištirti defektų transformacijas šiluminių iškaitinimų poveikyje ir jų įtaką jutiklių elektrinėms charakteristikoms.

Darbo aprašas yra sudarytas iš įvado, trijų dėstomųjų skyrių, literatūros šaltinių sąrašo ir trumpos santraukos anglų kalba. Dėstomieji skyriai yra sudaryti iš pirmojo – literatūros apžvalgos skyriaus, kuriame išdėstoma darbui aktuali teorija, antrojo – metodikos skyriaus, kuriame detaliai aprašomi tirti bandiniai, paaiškinama, kokie metodai pasitelkti tirti bandiniams, jų teoriniai pagrindimai ir trečiojo – rezultatų skyriaus, kuriame pateikti eksperimentiniai rezultatai, jų interpretacijos ir svarbiausios išvados.

#### I. Literatūros apžvalga

#### I.1. Dozės sąvoka

Aukštų energijų spinduliuotė gali medžiagoje sukurti negrįžtamus procesus, vienas jų – naujų defektų suformavimas. Kadangi aukštų energijų spinduliuotė gali egzistuoti įvairiomis formomis, pradedant spinduliuotę sudarančių dalelių sukiniu (fermionai ar bozonai), baigiant tuo, ar jos turi elektrinį krūvį, poveikis medžiagai gali būti labai skirtingas ir nepakanka žinoti, kokia yra medžiagą veikiančios spinduliuotės energija. Pavyzdžiui, elektroninio beta skilimo metu, tipinė reakcija atrodo taip [3]:

$${}^{A}_{Z}X \rightarrow {}^{A}_{Z-1}Y + e^{-} + \bar{u}$$
 1.1

Čia *A* žymi branduolio masės skaičių, *Z* žymi protonų skaičių branduolyje *X* žymi bet kokį izotopą, kuriam įmanomas elektroninis beta skilimas,  $e^-$  žymi elektroną,  $\bar{u}$  žymi antineutriną. Tokios reakcijos metu, branduoliui, elektronui ir antineutrinui atitenkančios energijos yra atsitiktinės, tad antineutrinas gali įgyti labai daug energijos, tačiau dėl labai menkos antineutrinų sąveikos su medžiaga, jokių pažeidimų, defektų ar neįprastų charakteristikų antineutrinais apšaudytoje medžiagoje nesimatys.

Dėl tokios priežasties įvestas matavimo vienetas, kuris "atsižvelgia" į tokių faktorių daugumą ir nusako poveikį medžiagai "iš karto" – grėjus (Gy, alternatyviai žymima J/kg). Matematiškai dozė apibrėžiama taip [9]:

$$D = \frac{dE}{dm}$$
 1.2

Čia E žymi sugertąją energiją, m žymi masę, sugėrusią minėtąją energiją. Iš formulės dozę lengviausiai būtų interpretuoti taip – tai dydis, parodantis, kiek energijos tenka vienetiniam masės elementui medžiagoje.

#### I.2. Radiaciniai defektai

Spinduliuotės energija gali būti prarandama medžiagoje dviem būdais – jonizaciniai ir nejonizaciniai nuostoliai. Jonizaciniai nuostoliai labiau aktualūs molekulinėms sistemoms, kadangi molekulių jonizavimas sukuria laisvus radikalus, kurie sparčiai rekombinuoja, taip suardydami molekules. Kieto kūno kristalams, ypatingai norint sukurti geros tolerancijos jutiklius aukštų energijų apšvitai, aktualesni yra nejonizaciniai nuostoliai, [6, 10] kadangi jie sukuria pakitimus medžiagoje, kurie yra ilgalaikiai, negrįžtami (tuo tarpu jonizaciniai nuostoliai rekombinuoja) – formuojasi radiaciniai defektai.

Prieš gilinantis į radiacinius defektus, reikia patikslinti vieną populiarų mitą fizikoje, teigiantį,

kad Rentgeno spinduliuotė yra mažesnės energijos, negu γ. Taip dažniausiai ir būna, tačiau tai nėra pagrindinis veiksnys, kuris nusako, ar spinduliai yra γ, ar Rentgeno [3]. Pagrindinis skiriamasis šių spinduliuočių bruožas – Rentgeno spinduliuotė būna sukelta elektroninių vyksmų, pavyzdžiui, elektronų stabdymas Rentgeno vamzdyje, kuomet dėl labai didelio neigiamo pagreičio, elektronai spinduliuoja elektromagnetines bangas pagal dėsnį [11]:

$$\mathcal{E} = \frac{\mu_0 q_e \sin \theta}{4\pi R} \frac{d^2 x}{dt^2}$$
 1.3

Čia  $\mathcal{E}$  žymi elektrinio lauko stiprį, proporcingą bangos energijai,  $\mu_0$  žymi vakuumo magnetinę skvarbą,  $q_e$  žymi elementarųjį krūvį,  $\theta$  žymi kampą tarp krūvininko judėjimo krypties ir taško, kuriame matuojamas bangos elektrinio lauko stipris, R žymi atstumą nuo krūvininko iki taško, kuriame matuojamas elektrinio lauko stipris, x žymi koordinates, t žymi laiką. Tuo tarpu pagrindinis  $\gamma$  spinduliuotės bruožas – ji kyla dėl branduolinių vyksmų, kaip sužadintų nukleoninių būsenų relaksacija į pagrindinę būseną. Dėl tos priežasties, nagrinėjant radiacinius defektus, sukeltus fotonų, svarbi yra tik fotonų energija, kadangi  $\gamma$  spinduliai arba Rentgeno spinduliai nusako tik kilmę, tačiau ne fotono energiją [3].

Dėl anksčiau minėto didelio spinduliuotės parametrų skaičiaus, naudinga klasifikuoti ir matyti dėsningumus radiacinių defektų, sukeliamų medžiagose. Viena prielaida, palengvinanti radiacinių defektų "nuspėjamumą" yra vadinamoji nejonizuojančių energijos nuostolių hipotezė (NIEL – non – ionizing energy loss), teigianti, kad visus radiacinius defektus, sukeltus bet kokių dalelių, galima lyginti ir atvaizduoti santykyje su tokiais defektais, kuriuos medžiagoje būtų sukėlęs 1 MeV neutronų srautas [6, 10]. Vietoje jos dažnai naudojama atomų poslinkį nusakanti funkcija (*angl. The Displacement damage function*)  $\mathcal{D}(E)$ , kuri yra propurcinga NIEL funkcijai, 3 pav:



1 pav. Normuotos pažaidos priklausomybė nuo dalelės energijos siliciui. Žalia kreivė žymi pionus – kvarko ir antikvarko porą, mėlyna – neutronus, raudona punktyrinė – protonus, violetinė punktyrinė – elektronus [12].

Dydis  $\mathcal{D}$  nusako nejonizacinius nuostolius, o  $\mathcal{D}$  (1 MeV neutronams) = 95 MeV\*mb. Nuo čia tekste 1 MeV neutronams tenkantis  $\mathcal{D}$  bus žymimas  $\mathcal{D}_{n1}$ . Apibrėžus tokį dydį, galima apibrėžti kitą dydį – atsparumo faktorių  $\kappa$ . Jis apibrėžiamas per bendrą empirinę formulę [6, 10]:

$$\kappa = \frac{1}{\mathcal{D}_{n1}} \frac{\int \mathcal{D}(E)\Phi(E)dE}{\int \Phi(E)dE}$$
 1.4

Čia  $\Phi$  žymi apšvitos dalelių įtėkį, matuojamą dalelėmis, tenkančiomis kvadratiniam centimetrui, o  $\Phi(E)$  žymi tokio įtėkio pasiskirstymą pagal energiją. Tokio atsparumo faktoriaus fizikinė prasmė – leidžia nusakyti, kokia būtų bet kokios energijos, bet kokių dalelių nejonizacinių nuostolių pažaida medžiagoje, lyginant su 1 MeV neutronais. Kaip pavyzdį kietumo faktoriaus verčių, galima pateikti tokią lentelę [10]:

1 lentelė. Eksperimentiškai nustatytos κ vertės esant skirtingoms dalelėms ir skirtingoms energijoms.	

κ	E, MeV	Dalelė
0,62	23000	Protonai
1,14	192	Protonai
1,47	5,3	Neutronai
1,85	26	Pionai
2,2	23	Protonai

Nepaisant to, kad parametras κ nusako nejonizacinių nuostolių pažaidą, jis nieko nepasako apie tokio pažeidimo ir defektų pasiskirstymą. Tą iliustruoja toks sumodeliuotas paveiksliukas [10, 13]:



2 pav. Sumodeliuotas vakansijų pasiskirstymas tenkantis 1  $\mu$ m<sup>2</sup> plotui, apšvitinus įtėkiu 10<sup>14</sup> dalelių/cm<sup>2</sup>. a) 10 MeV protonais, b) 23 GeV protonais, c) 1 MeV neutronais. a) iš viso yra 36824 vakansijos, b) – 4145 vakansijos, c) – 8870 vakansijų.

Akivaizdu, kad c) atveju defektai yra žymiai labiau susikaupę ir paplitę labai netolygiai, lyginant su b).

Nuotėkio srovės matavimas gali būti naudojamas kaip vienas iš metodų vertinant radiacijos pažaidą medžiagoje (kartu – ir nustatyti  $\kappa$ ), kadangi ji tiesiškai priklauso nuo medžiagai tenkančio dalelių įtėkio. Formulė apskaičiuoti nuotėkio srovei apšvitintoje medžiagoje [6, 10]:

$$I(\Phi) = I_0 + \alpha \Phi \tag{1.5}$$

Čia  $I_0$  – neapšvitintos medžiagos nuotėkio srovė,  $\alpha$  – teigimas tiesinis parametras.

Tęsiant diskusiją apie radiacinius defektus, naudinga suklasifikuoti, kokios dalelės kokius konkrečius defektus sukuria [7]:

- Elektronai geba sukurti kaskadines taškinių defektų sankaupas, kurios medžiagoje gali pasireikši kaip generaciniai (krūvininkų sukūrimo) arba rekombinacijos centrai.
- 2) Protonai su medžiaga daugiausiai sąveikauja per branduolį. Gali pasireikšti tiek tampri, tiek netampri protono sklaida nuo branduolio, tačiau, esant sąlyginai menkoms protono energijoms (<100 MeV), labiau tikėtina yra tampri sklaida, viršijus tokią energiją, pradeda didėti netamprios sklaidos tikimybė. Priklausomai nuo protono energijos, kinta jonizacinių ir nejonizacinių nuostolių kiekis medžiagoje:</p>



3 pav. Normuotų nuostolių priklausomybė nuo protono energijos silicyje. Daugiausiai defektų medžiagoje sukelia nejonizaciniai nuostoliai. Nejonizacinių nuostolių metu, iš mazgų yra išmušami atomai, tad susikuria taškiniai defektai [7].

 Aukštų energijų fotoninė spinduliuotė, skirtingai, negu fermioninė spinduliuote, pati tiesiogiai nesukelia defektų, tačiau su fotonais sąveikaujant elektronams, kristalinėms gardelėms, branduoliams ir t.t., gali prasidėti įvairūs procesai medžiagoje, kurie sukelia negrįžtamus efektus:



4 pav. Medžiagoje vykstančių procesų priklausomybė nuo krintančio fotono energijos [7].

4 pav. pirmojoje srityje, kuomet fotono energija siekia keliasdešimt keV, silicyje pasireiškia fotoefektas, kuris sukuria krūvininkus. Energijai pasiekus apytiksliai 100 keV, didžiausias yra Komptono sklaidos tikimybinis skerspjūvis. Kadangi Komptono sklaidos metu, fotonas praranda dalį savo energijos, atiduodamas ją gardelei arba atomui, šie iš tos papildomos energijos gali suardyti tarpatominius ryšius, ko pasekoje susikurtų vakansija. Fotono energijai pasiekus apie 10 MeV, didžiausias tikimybinis skerspjūvis yra porų kūrimo (elektrono ir pozitrono). Formaliai toks procesas gali prasidėti nuo 1,02 MeV, kadangi tai nebepažeistų energijos tvermės dėsnio, tačiau esant tokioms energijoms, tokio proceso tikimybė yra maža. Vykstant porų kūrimui, medžiagoje atsiranda papildomi, iki tol nebuvę krūvininkai (padidėja suminis dalelių skaičius sistemoje), tad, dėl papildomos sistemos energijos, pažeidžiamas masės tvermės dėsnis. Medžiagoje, kuriantis poroms, gali pasireikšti gardelės pažeidimai, vakansijos, įterptiniai atomai.

#### I.3. Iškaitinimo teorija

Defektų iškaitinimas remiasi tuo, kad užkėlus sistemos temperatūrą, ją sudarančios dalelės (molekulės, kristalai, atomai, kartu ir defektai) įgija kinetinės energijos ir tampa judresnės. Dėl tokio padidėjusio judrumo, defektai gali nukeliauti į tokias sritis, kur jie išnyktų arba suformuotų kitokius defektus. Tokie mechanizmai būtų [14]:

1) Migracija – dėl padidėjusios kinetinės energijos, defektai greičiau juda per medžiagą, tokiu būdu

potencialiai pasiekiamos vadinamosios defektų "kriauklės", kuriose tie defektai pasinaikina. Intuityviam įsivaizdavimui labiausiai tiktų pavyzdys, kaip dislokacija, atsidūrusi medžiagos paviršiuje, joje pasinaikina.

- 2) Kompleksų suformavimas du arba daugiau defektų kartu suformuoja naują defektą arba anihiliuojasi, ko pasekoje nebelieka defekto. Anihiliacijos pavyzdžiu galima laikyti vakansijos ir iš kristalinės gardelės išmušto medžiagos tarpmazginio atomo judėjimą vienas link kito. Tarpmazginiam atomui pasiekus vakansiją, ji natūraliai dingsta ir tarpmazginis atomas jos vietą gardelėje. Defektų kompleksas gali susiformuoti, pavyzdžiui, vakansijai susijungus su kita vakansija ir suformavus divakansijos kompleksą.
- Disociacija atvirkščias procesas kompleksų suformavimui. Jeigu terminė energija didesnė, negu defektų komplekso ryšio energija, defektų kompleksas suskyla ir defektai, dėl padidėjusios temperatūros, emigruoja toli vienas nuo kito, nebegalėdami vėl suformuoti komplekso.



5 pav. Atitinkamais skaičiais pažymėtų defektų iškaitinimo mechanizmų energinių barjerų schemos. Šiame paveiksliuke  $E_m$  žymi potencinį barjerą, kurį defektui reikia peršokti migruojant per kristalą,  $E_f$  žymi potencinį barjerą, kurį defektui reikia peršokti, norint suformuoti kompleksą,  $E_d$  žymi potencinį barjerą, kurį reikia įveikti, kad defektų kompleksas disocijuotų [14].

Dėl disociacijos ir kompleksų formavimo, iškaitinant medžiagą įmanoma pastebėti ir defektų koncentracijos didėjimą (akumuliaciją), taip pat įmanoma pastebėti ir visiškai naujų, prieš iškaitinimą nematytų defektų.

Todėl, kad defektai gali skirtis labai daug kuo – nuo savo matiškumo (taškiniai, linijiniai, paviršiniai ar tūriniai) iki krūvio dydžio bei ženklo, natūralu, kad jų iškaitinimo temperatūros bus skirtingos. George D. Watkins [15] susistemino kai kurių taškinių defektų iškaitinimo temperatūras:



6 pav. Defektų koncentracijos, lyginant su pradine, priklausomybė silicyje nuo iškaitinimo temperatūros, iškaitinant 15 – 30 min.

Norint defektų koncentracijos dinamiką aprašyti matematiškai, naudojamos panašios lygtys, kaip cheminėje kinetikoje [16]. Kadangi iškaitinant medžiagą, defektų koncentracija gali ir mažėti ir didėti (akumuliuotis), koncentracijos kitimui reikalingos dvi lygtys. Defekto koncentracijos mažėjimą ir laiką sieja konstanta  $K_i$ , kuri žymi defekto koncentracijos mažėjimo tempą ir turi dažnio dimensiją, o ji figūruoja tokioje diferencialinėje lygtyje:

$$\frac{dN^i}{dt} = -K_i N^i \tag{1.6}$$

Čia N žymi defekto koncentraciją. Defekto koncentracijos akumuliaciją žymi indeksas j ir  $K_j$  figūruoja tokioje lygtyje:

$$\frac{dN^j}{dt} + K_j \left( N^j - N_m^j \right) = 0 \tag{1.7}$$

Konstanta K bendru atveju priklauso nuo temperatūros per eksponentinį sąryšį  $K_{i,j} = A_{i,j}e^{-\frac{E_a^{i,j}}{kT}}$ , kuriame  $E_a$  žymi energiją, reikalingą įvykti defekto iškaitinimo procesui, k žymi Bolcmano konstantą,  $A_{i,j}$  – reikiamos dimensijos konstanta, alternatyviai vadinama dažnio faktoriumi.

Išsprendus 1.6 ir 1.7 lygtis bei atsižvelgus į tai, kad kartu su defektų nykimu, gali vykti ir defektų akumuliacija ir susumavus, gaunama sudėtinga koncentracijos kitimo lygtis [16]:

$$P(t) = \sum_{j=1}^{n} P_0^{j} e^{A^{j} t e^{\frac{-E_a^{j}}{kT}}} + \sum_{i=1}^{m} P_m^{i} e^{1 - e^{-A_j t e^{\frac{-E_a^{j}}{kT}}}} - \sum_{l=1}^{n} P_{ll}^{0}$$
 1.8

Šioje lygtyje sumavimas vyksta per visus defektų iškaitinimo kanalus (disociacija, migracija ir t.t.), defektų, kurių koncentracija iškaitinant didėja, dinamiką aprašo pirmasis narys, defektai, kurių

koncentracija iškaitinant mažėja, yra aprašomi antrojo nario, o trečiasis narys įskaito tai, kad iškaitinant kažkiek defektų lieka ir jų visų neįmanoma pašalinti (arba padidinti jų skaičiaus iki begalybės).

#### II. Metodika

#### II.1. Voltamperinė charakteristika

Kadangi *pin* diodas yra skirtingo tipo legirantų sandūra, jame prijungtos įtampos kryptis yra svarbi – prie *p* tipo puslaidininkio prijungus teigiamą potencialą, o prie *n* tipo pulaidininkio prijungus neigiamą potencialą, diodas veikia tiesiogine kryptimi. Prijungus įtampą atvirkščiai, diodas veikia užtvarine kryptimi ir juo tekančios srovės tipiškai būna labai menkos. Siliciui tai aproksimuotai aprašoma Šoklio lygtimi [17]:

$$I = I_D e^{\frac{q_e U}{kT} - 1}$$
 2.1

Čia *I*<sup>D</sup> žymi labai menką, dėl difuzijos sandūroje, kylančią srovę, *U* žymi prijungtą įtampą.

Tokia lygtis galioja grynai medžiagai, ji neįskaito defektų. Dėl radiacinių defektų skyrelyje minėtų priežasčių, medžiagoje susidarant tokiems defektams, keičiasi nuotėkio srovė ir Šoklio lygtis nebėra pilnavertė formulė, galinti nusakyti apšvitintos medžiagos nuotėkio srovę. Todėl būtina išmatuoti bandinių voltamperinę charakteristiką, norint patikrinti radiacinių defektų įtaką tokiems bandiniams bei jų tinkamumą radioterapijai.

#### II.2. Fotojonizacijos spektroskopijos (PIS – photoionization spectroscopy) metodika

Fotojonizacijos metodika remiasi tuo, kad draustinės juostos tarpo gaudyklėse esantiems krūvininkams išlaisvinti iš gaudyklių ir sužadinti užtenka fotono, kurio energija menkesnė, negu draustinės juostos tarpo,  $\hbar \omega < E_g$ , čia  $\hbar$  žymi redukuotąją Planko konstantą,  $\omega$  žymi fotono ciklinį dažnį,  $E_g$  žymi draustinės juostos tarpo energiją. Ji leidžia nustatyti defektinių lygmenų fotonų pagavimo skerspjūvius, krūvininkų pagavimo skerspjūvius, minėtų lygmenų optinės aktyvacijos energijas [18].

Kai šviesa sužadina bandinį, jo laidumas pakinta:

$$\Delta \sigma = q_e (\mu_n \Delta n + \mu_p \Delta p)$$
 2.2

Čia  $\mu_x$  žymi atitinkamų krūvininkų tipo judrį,  $\Delta x$  žymi atitinkamo krūvininkų tipo koncentracijos kitimą lyginant pusiausvyrinę ir sužadintą būsenas. Atisžvelgus į krūvininkų rekombinaciją ir pagavą, toks nenuostovus fotolaidumas užrašomas:

$$\Delta \sigma = \Delta \sigma_{stac} \left( 1 - e^{-\frac{t}{\tau_r}} \right)$$
 2.3

Čia  $\sigma_{stac}$  žymi stacionarų fotolaidumą (sąlyga tenkinama, kuomet medžiaga yra apšviečiama gerokai ilgiau, negu kad laikas, per kurį krūvininkai relaksuoja iš sužadintų būsenų),  $\tau_r$  žymi krūvininkų relaksacijos trukmę, lygią:

$$\tau_r = \frac{\mu_p \Delta p + \mu_n \Delta n}{\frac{\mu_p}{\tau_p} \Delta p + \frac{\mu_n}{\tau_n} \Delta n}$$
 2.4

Panagrinėjus tokią formulę, matosi, kad laidumas pradeda sotintis, kuomet medžiagos apšvitinimo laikas yra nepalyginamai didesnis, negu krūvininkų relaksacijos trukmė [18]. Todėl tokia formulė fotolaidumui yra tinkamas artinys, kadangi matuojant fotojonizacijos spektrus, bandinys buvo apšviečiamas viso matavimo metu, kitaip tariant,  $t \gg \tau_r$ .

Norint išsiaiškinti, kokie defektai pasireiškia fotojonizacijos spektrų duomenyse ir kokie yra tų defektų krūvininkų pagavimo skerspjūviai, naudojamas Kopylovo – Pichtino artinys, kuris įskaito elektronų ir fononų sąveiką [19]:

$$\sigma_{skers} = M_{ik}^2 \int_0^\infty \frac{e^{\left[-\frac{(E+E_d-\hbar\omega)^2}{\Gamma^2}\right]}\sqrt{E}dE}{\hbar\omega(E+E_d)^2}$$
 2.5

Čia  $\sigma_{skers}$  žymi krūvininko pagavos skerspjūvį gaudyklėje,  $M_{ik}$  žymi šuolio iš i – tosios būsenos į k – tąją būseną (į/iš valentinės/laidumo juostos į/iš gaudyklės, priklausomai nuo to, kokio tipo krūvininkas pagaunamas ar išspinduliuojamas) matricinį elementą,  $E_d$  žymi optinės aktyvacijos energiją ir  $\Gamma$  žymi išplitimo parametrą, turintį energijos dimensiją ir kurį galima įsivaizduoti, kaip dydį, kuris nusako, kiek išplinta fotonų energijos sugertis gaudyklėse, t.y., didėjant išplitimo parametrui, plinta įmanomų sugerti fotonų energija:



7 pav. Išplitimo parametro iliustracija [19].

Eksperimentiškai fotojonizacijos spektroskopijos idėja įgyvendinama bandinį prijungus užtvarine kryptimi (pasirinkta -10 V) ir įdėjus bandinį į kriostatą, kuris yra vakuumuojamas ir šaldomas iki skysto azoto temperatūros (77 K), 8 pav. Bandinio sužadinimui naudojama fotometrinė lempa, turinti platų spektrą, siekiantį nuo artimo UV iki artimo IR. Monochromatoriuje (modelis MDR4), šviesa išskaidoma į spektrą, valdikliui besisukinėjant, keičiamas į bandinį krintančios šviesos bangos ilgis. Ant bandinio patekus šviesai, ji sužadina krūvininkus (fotoaktyviose gaudyklėse arba vykstant šuoliams tarp jusotų), kurie padidina srovę, tekančią per bandinį. Toks srovės stiprio kitimas nuo į bandinį krintančios šviesos bangos ilgio ir yra fotojonizacijos signalas.



8 pav. Supaprastinta fotojonizacijos spektroskopijos matavimo schema: 1 – fotometrinė lempa, 2 – reguliuojamas monochromatorius, 3 – glaudžiamasis lęšis, 4 – kriostatas, atšaldytas iki skysto azoto temperatūros su bandiniu, 5 – kombinuotas įtampos šaltinis ir srovės matuoklis.

Remiantis Šoklio lygtimi (2.1), galima teigti, kad temperatūra daro stiprią įtaką srovei, tekančiai per bandinį ir ties žemomis temperatūromis srovė būna gerokai mažesnė, negu ties aukštomis. Todėl, norint tikslesnių rezultatų, reikia bandinį šaldyti, kadangi šuoliai iš gaudyklių sąlyginai menkai padidina srovę, o jeigu srovė per aukšta, papildoma srovė, kylanti dėl šuolių iš gaudyklių, potencialiai iš viso nesimatytų.

# II.3. Giliųjų lygmenų nenuostoviosios spektroskopijos (*DLTS – deep level transient spectroscopy*) metodika

Jeigu fotojonizacijos metodika aptinka defektus, aktyvuodama giliuosiuose lygmenyse slypinčius krūvininkus optiškai, DLTS matavimo metu krūvininkai iš giliųjų lygmenų aktyvuojami termiškai – tikrinama krūvininkų pagavos ir emisijos gaudyklėse dinamika nuskurdintoje srityje, keičiant temperatūrą. Nagrinėjant fiziką, vykstančią DLTS matavimo metu mikroskopiškai, reikia pradėti nuo krūvininkų pagavos/emisijos į/iš giliųjų centrų kinetinės lygties vieno lygmens atveju [7, 20]:

$$\frac{dn_M}{dt} = (c_n + e_p)n_t - (c_n + e_n + c_p + e_p)n_M$$
 2.6

Čia  $n_M$  – pagautų krūvininkų M – tąja gaudykle, koncentracija,  $n_T$  – gaudyklių koncentracija,  $c_x$ žymi atitinkamo krūvininko pagavos į gaudyklę tempą,  $e_x$  žymi atitinkamo krūvininko emisijos iš gaudyklės tempą. Tokios lygties sprendinys:

$$n_M(t) = \left[\frac{c_n + e_p}{c_n + e_n + c_p + e_p}\right] n_t + n_{M_0} e^{(c_n + e_n + c_p + e_p)t}$$
 2.7

Kadangi sprendinyje yra eksponentė, o jos laipsnyje – laikas, tai reiškia, kad krūvininkų dinamikos gaudyklėse figūruos charakteringas laikas, per kurį proceso sparta sumažės *e* kartų. Toks charakteringas laikas elektronų spinduliavimo procesui būtų:

$$\tau = e_n^{-1} = \frac{e^{\frac{E_c - E_t}{kT}}}{\sigma_{skers} v_{th} N_c}$$
 2.8

Čia  $E_c$  žymi laidumo juostos energiją,  $E_t$  žymi gaudyklės energiją,  $v_{th}$  žymi termini krūvininko greitį,  $N_c$  – būsenų tankį laidumo juostoje. Charakteringo laiko formulė skylėms būtų identiška, tačiau vietoje nario  $E_c - E_t$ , atsirastų  $E_t - E_v$ , kadangi skylės emisijos iš gaudyklės metu relaksuoja į valentine juostą, priešingai, nei elektronai. Be abejo, dėl kito krūvininkų tipo, kartu su šiuo nariu, skirtųsi ir visi nariai, esantys vardiklyje. Remiantis tokia formule, kuomet iš DLTS spektrų atidedama priklausomybė ln  $\sigma_{skers}v_{th}N_c$  (1000/T), arba vadinamasis Arenijaus grafikas, gaunama defektinio lygmens energija, ir gaudyklių koncentracija [21, 22].

DLTS matavimą galima suskirstyti į kelis etapus, kiekvienas iš jų turi fizikinę prasmę [23]:

- Per sandūrą prijungta užtvarinė įtampa. Dėl to, kad krūvininko pasprukimas iš gaudyklės yra eksponentinis procesas, jis niekada formaliai nulio nepasiekia, tad labai menka dalis krūvininkų yra gaudyklėse, žymiai didesnė dalis – atitinkamose juostose. Bendrai žiūrint, galima sakyti, kad sistema yra nusistovėjusioje pusiausvyroje.
- 2) a) Per sandūrą perleidžiama trumpai trunkanti tiesioginės krypties įtampa, ji tipiškai būna tokia, kad dalinai kompensuotų užtvarinę įtampą ir suminė įtampa per sandūrą būtų arti nulio, bet įtampa dar vis būtų užtvarinė. Tokio proceso metu, nuskurdintoji sritis siaurėja ir krūvininkams judant per sandūrą, dalis jų yra sugaudomi gaudyklėse. Matuojant tokiu režimu, aptinkamos pagrindinių krūvininkų gaudyklės ir signalas būna teigiamas.

b) Per sandūrą perleidžiama trumpai trunkanti tiesioginės krypties įtampa, tačiau ji būna didesnė, negu pradinė užtvarinė įtampa ir suminė įtampa yra tiesioginio poliškumo. Matuojant tokiu režimu,

aptinkamos šalutinių krūvininkų gaudyklės ir signalas būna neigiamas [24].

3) Praeina tiesioginės krypties įtampos pulsas ir įtampa grįžta į pradinę užtvarinę vertę. Krūvininkai vėl turi susikonfigūruoti taip, kaip buvo susikonfigūravę prieš įtampos impulsą, tačiau šį kartą yra labai svarbus skirtumas – didelė dalis krūvininkų, dar nuo persiskirstymo dėl įtampos pulso, yra gaudyklėse. Esant pakankamai terminės aktyvacijos energijai, vyksta krūvininkų emisija iš gaudyklių, o emisijos sparta priklauso nuo temperatūros, būtent kuri ir yra nepriklausomas kintamasis DLTS matavimo metu.

Dėl krūvininkų pagavos gaudyklėse ir emisijos iš ju, kinta sandūros talpa. Ši talpa matuojama labai intuityviai vadinamuoju Lango (D. V. Lang – JAV fizikas, vienas DLTS atradėjų) "langu" [7]. Jis realizuojamas tokiu būdu: fiksuotoje temperatūroje, talpa matuojama tik padavus įtampos impulsą ir po kažkurio laiko "lango" (šio darbo matavimuose pasirinkta 19,2 ms; 192 ms), ji pamatuojama vėl, tik svarbu, kad įtampos impulsas jau būtų praėjęs. Po to pasirenkama kita temperatūra ir procedūra kartojama. Toks talpos matavimas suteikia talpos pokyčio kinetiką  $\frac{\Delta C}{\Delta t}$ , kadangi dėl skirtingų temperatūrų  $\Delta C$  būna skirtingas paėmus tą patį "langą". Toks talpos pokytis vienetiniam "langui" ir yra DLTS matavimo signalas ir atidėjus DLTS signalo priklausomybę nuo temperatūros, gaunamas DLTS spektras, kuriame galima įžvelgti charakteringas smailes, būdingas tik tam tikram defektui, labai panašiai kaip atominiuose spinduliavimo/sugerties spektruose, kur spinduliavimas/sugertis ties tam tikru bangos ilgiu žymi, kad atomas yra būtent tokio elemento (pvz., kaip vandenilio atomo spektruose būtų Laimano, Balmerio, Pašeno ir t.t. serijos).



9 pav. a) Talpos pokyčio matavimas pasirinktam "langui"  $t_2 - t_1$ , b) išmatuoto talpos pokyčio priklausomybė nuo temperatūros ir iš tokios priklausomybės potencialiai gaunama charakteristinė defekto kreivė [25].

#### II.4. Bandiniai

Tyrimams naudoti Vokietijos kompanijos "OSRAM" pagaminti, komerciniai, silicio *pin* legiravimo struktūros diodai. Konkretus jų modelis yra "SFH 2700". Apšvitinimo procedūra vyko Nacionaliniame vėžio institute (NVI), apšvitinus greitaisiais elektronais 1,9 kGy, 5,4 kGy, 12,4 kGy

bei 20 kGy dozėmis TrueBeam/Varian greitintuvu. Greitųjų elektronų energija buvo 6 MeV.

Kadangi dažnai liečiant pincetu arba pirštais bandinius, yra rizikos juos nuskelti, įbrėžti, apteršti ir pan., siekiant kuo mažesnio fizinio kontakto su bandiniais matavimų metu, jie su sidabro pasta pritvirtinti ant sitalo keramikos padėkliuko su suformuotomis laidžiomis varinėmis salelėmis. Kadangi kiekviena laidi salelė yra atskirta, prie tų salelių, kuriomis teka srovė eksperimento metu, iš bandinio pritvirtinta auksinė vielutė:



10 pav. Bandinio ant plastikinio padėkliuko nuotrauka. Vizualinio skirtumo tarp nešvitintų ir apšvitintų bandinių nesimatė.



11 pav. Bandinio nuotrauka po mikroskopu, 2 kartų didinimas. Aktyviosios srities plotis – 0,35 mm<sup>2</sup>. Atlikus visus matavimus su neiškaitintais bandiniais, jie buvo iškaitinti ir pamatuoti vėl tomis pačiomis metodikomis, su tais pačiais parametrais. Pirmoji iškaitinimo iteracija buvo įvykdyta 80°C, antroji 200°C, trečioji 400°C.

#### III. Rezultatai

#### III.1. Voltamperinių charakteristikų tyrimai

#### • Prieš iškaitinimą

Pradžiai pamatuotos jutiklių voltamperinės charakteristikos, matavimo metu iš pradžių prijungus jutiklius tieisogine krytpimi, ties 0,5 V, toliau srovė mažinta iki kol pereita į užtvarinį režimą, o tokiame režime matuota iki -20 V, kadangi didesnė užtvarinė įtampa nebėra rekomenduojama gamintojo:



12 pav. Dioduose išmatuotos voltamperinės charakteristikos. Vertikalioje ašyje atidėtas srovės modulis. Išmatavus voltamperines charakteristikas, gera mintis yra patikrinti, kaip kinta srovė, kintant dozei ir paėmus fiksuotą įtampos tašką, pavyzdžiui, -10 V:



13 pav. Srovės priklausomybė nuo bandinio apšvitinimo dozės esant -10 V užtvarinei įtampai. Raudona linija žymi tiesinę aproksimaciją.

Pagal 13 pav. matomą tiesinę aproksimaciją, kurios parametrai, taikant tiesės lygtį y = bx + a, yra  $a = -3,38 * 10^{-11} \pm 5,12 * 10^{-11}$  A ir  $b = 5,12 * 10^{-11} \pm 4,73 * 10^{-12}$  A/kGy. Tiesės formos sąlyginai neblogas atitikimas su atidėtais taškais rodo, kad, bent jau išmatuotų dozių intervale, didėjant dozei, nuotėkio srovė didėja tiesiškai ir (1.5) formulė yra teisinga. Nuotėkio srovės išaugimas didėjant apšvitos dozei sietinas su didėjančia radiacinių defektų koncentracija, kurie veikia kaip generaciniai/rekombinaciniai centrai.

• Iškaitinus vieną valandą 80°C temperatūroje



14 pav. Dioduose išmatuotos voltamperinės charakteristikos po iškaitinimo 80°C temperatūroje.

• Iškaitinus vieną valandą 200°C temperatūroje



15 pav. Dioduose išmatuotos voltamperinės charakteristikos po iškaitinimo 200°C temperatūroje.





16 pav. Dioduose išmatuotos voltamperinės charakteristikos po iškaitinimo 400°C temperatūroje.

Matoma, kad iškaitinus diodus 400°C temperatūroje, labai stipriai išaugo nuotėkio srovė aukščiausiomis dozėmis apšvitintuose bandiniuose, o 1,9 kGy doze apšvitiname bandinyje ji pakito labai nežymiai. Toks nuotėkio srovės išaugimas sietinas ne su aktualiais fizikiniais reiškiniais, o su

bandinio pasižeidimu iškaitinant. Po 400°C iškaitinimo pastebėtas dalies bandinių struktūros pasižeidimas. Dėl tokios pačios priežasties, voltamperinėje charakteristikoje nėra 5,4 kGy bandinio, kadangi jis po iškaitinimo apskritai nepraleido elektros srovės jokia kryptimi, kitaip tariant, nekontaktavo.

Kadangi 20 kGy bandinio voltamperinės charakteristikos iki iškaitinimo 400°C kito stipriausiai, aktualu išbrėžti šio bandinio voltamperines charakteristikas po kiekvieno iškaitinimo:



17 pav. 20 kGy doze apšvitinto bandinio voltamperinės charakteristikos po kiekvieno iškaitinimo, išskyrus 400°C.

Matoma, kad nuotėkio srovė prieš iškaitinant ir po 80 laipsnių iškaitinimo buvo labai panaši, o po 200 laipsnių iškaitinimo sumažėjo beveik dvigubai, tačiau neiškaitinto bandinio srovė mažesnė daugiau negu per eilę, tad didžiausia doze apšvitinto bandinio voltamperinės charakteristikos nepavyko "atgaivinti".

#### **III.2. PIS tyrimai**

Siekiant to, kad rezultatus būtų įmanoma palyginti tarpusavyje, prie diodų buvo prijungta užtvarinė įtampa, siekianti -10 V ir ji matavimo metu nebuvo keičiama. Išmatuotos kreivės:



18 pav. Fotojonizacijos spektrai su sumodeliuotomis defektų energinėmis kreivėmis.

Kadangi silicio draustinės juostos tarpas lygus 1,14 eV, matomas akivaizdus PIS signalo sustiprėjimas ties tokia energija. Tačiau, tiriant defektus, draustinės juostos tarpo šuolis nėra aktualus, įdomesni yra šuoliai, pasitaikantys ties ~0,9 eV, kadangi būtent šie šuoliai kyla dėl defektinių lygmenų. Kad šie šuoliai kyla dėl defektų iliustruoja ir nešvitinto bandinio fotojonizacijos spektras, kuris neturi tokio šuolio, kadangi jame defektų koncentracija yra gerokai mažesnė.

Pasinaudojus Mathcad programine įranga, remiantis Kopylovo – Pichtino modeliu (2.5), į 20 kGy doze apšvitintą bandinį sumodeliuotos defektinių lygmenų kreivės, jų optinės aktyvacijos energijos, išplitimo parametrai:

Defektas	$E_A$ , eV	Γ, eV
VO	0,88	0,1
$V_2$	0,94	0,12

2 lentelė. Aptikti defektai su priskirtais išplitimo parametrais bei aktyvacijos energijomis.

### • Iškaitinus vieną valandą 80°C temperatūroje



19 pav. Fotojonizacijos spektrai po iškaitinimo 80°C temperatūroje.

Šiame spektre matosi, kad skiriasi nuotėkio srovės tiek spektro pradžioje, tiek pabaigoje. Taip pat matosi, kad 12,4 kGy doze apšvitintas bandinys turi mažiausią nuotėkio srovę ties defektiniu lygmeniu, lyginant su kitais apšvitintais bandiniais. Tikėtina tokių neatsikartojimų priežastis – dedant bandinį į kriostatą, neišeina užtikrinti, kad jis visada bus apšviestas tolygiai ir taip pat, kaip ir prieš tai buvusiame matavime. Kadangi, kaip parodyta 8 pav., prieš kriostatą stovi lęšis, jis sufokusuoja šviesą į sąlyginai siauroką pluoštelį, o dėl mažų bandinio matmenų lyginant su sitalo keramikos padėklu, pastatyti į tokio pluoštelio centrą neišeina, kadangi tokiu atveju kontaktinės adatėlės nuplėštų 11 pav. pavaizduotą auksinę vielutę. • Iškaitinus vieną valandą 200°C temperatūroje



20 pav. Fotojonizacijos spektrai po iškaitinimo 200°C temperatūroje.

## • Iškaitinus vieną valandą 400°C temperatūroje



21 pav. Fotojonizacijos spektrai po iškaitinimo 400°C temperatūroje.

Šiame spektre, dėl minėto bandinių pažeidimo iškaitinant 400°C temperatūroje, matoma stipriai išaugusi nuotėkio srovė, ypatingai 20 kGy bandinyje, dėl to ir padidėjęs grafiko mastelis.

Šitas mastelio padidėjimas defektinius lygmenis padaro sunkiau matomais, tačiau visvien įžiūrima, kad net ir labiausiai iškaitintame ir mažiausiai apšvitintame bandinyje yra defektinių lygmenų, dėl kurių iškyla fotosrovė.

Reziumuojant PIS matavimus, galima teigti, kad PIS, siekiant išsiaiškinti informacijos apie radiacinius defektus, yra pakopa aukščiau, negu voltamperinės charakteristikos, kadangi iš PIS spektrų matosi, ties kokiomis apytikslėmis energijomis figūruoja defektiniai lygmenys. Visgi pagrindinis PIS trūkumas – ši metodika tik pasako, kad defektiniai lygmenys egzistuoja, tačiau nepasako apie tuos lygmenis sąlygojančių defektų koncentraciją ar kokie tiksliai defektai (šalutinių ar pagrindinių krūvininkų gaudyklės) sąlygoja tuos lygmenis. Kartu prisidedantis faktorius, kuris blogina rezultatų tikslumą – minėtasis šviesos pluoštelio užtaikymas ant bandinio, kurį labai sunku užtikrinti visą laiką vienodai.

### **III.3.** DLTS tyrimai

Matuojant DLT spektrus, iš viso pasirinkti 4 režimai:

- a) Pagrindinių krūvininkų, pasirinkus -10 V užtvarinę įtampą, įtampos impulsą, trunkantį 10 ms ir lygų 10 V bei 19,2 ms langą.
- b) Pagrindinių krūvininkų, pasirinkus -10 V užtvarinę įtampą, įtampos impulsą, trunkantį 10 ms ir lygų 10 V bei 192 ms langą.
- c) Šalutinių krūvininkų, pasirinkus -2 V užtvarinę įtampą, įtampos impulsą, trunkantį 10 ms ir lygų 4 V bei 19,2 ms langą.
- d) Šalutinių krūvininkų, pasirinkus -2 V užtvarinę įtampą, įtampos impulsą, trunkantį 10 ms ir lygų 4 V bei 192 ms langą.

Matavimo temperatūra pasirinkta nuo 20 K iki 300 K.

#### • Prieš iškaitinimą

Nėra DLT spektro su nešvitintu bandiniu, kadangi išmatavus jo DLT spektrą – gavosi tiesė ir jokių smailių nebuvo matoma. Daugiausia smailių pastebėta matuojant su 192 ms langu, visi darbe atvaizduoti spektrai bus iš matavimų su tokiu langu:



22 pav. Išmatuotas pagrindinių krūvininkų (elektronų) DLT spektras.



23 pav. Išmatuotas šalutinių krūvininkų (skylių) DLT spektras

Matant abiejų tipų krūvininkų DLT spektrus, vienas niuansas, kuris "krenta į akį" – maksimaliai apšvitinto bandinio spektruose nesimato smailių pagrindinių krūvininkų spektre. Spektrinių smailių nebuvimą bandiniui, kuris apšvitintas maksimalia doze, galima paaiškinti "krūvininkų užšalimo" efektu – defektų tankis yra pakankamai didelis, kad juose esantys krūvininkai, kuomet maža temperatūra, nebesugeba išsilaisvinti iš šių gaudyklių ir nebeatsistato bandinio talpa, o kadangi DLTS signalas yra talpos pokytis priskirtam laikiniam "langui", jokios smailės nematomos.

Analizuojant DLT spektrus, išbrėžtos Arenijaus kreivės, įvertintos radiacinių defektų

koncentracijos bei energijos, pagal nurodytą literatūrą identifikuoti defektai:



24 pav. Neiškaitinto 1,9 kGy apšvitos dozės bandinio DLTS pagrindinių krūvininkų smailių defektiniams lygmenims priskirtos Arenijaus kreivės su paskaičiuotomis lygmenų energijomis, krūvininkų pagavos skerspjūviais bei defektų koncentracijomis.



25 pav. Neiškaitinto 1,9 kGy apšvitintos dozės bandinio DLTS šalutinių krūvininkų smailės defektiniam lygmeniui priskirta Arenijaus kreivė su paskaičiuota lygmens energija, krūvininkų pagavos skerspjūviu bei defekto koncentracija.

Turint Arenijaus kreives, pagal nurodytą literatūrą galima identifikuoti defektus ir jų lygmenų energijas:

		$E_c - E_t$ , eV	
Tipas	Defektas	(pagrindinių	Temperatūros, ties
		krūvininkų);	kuriomis smailė
		$E_t - E_v$ , eV (šalutinių	matoma spektre, K
		krūvininkų)	
	Nežinomas [26]	0,03	30
Pagrindinių krūvininkų	Ci <sup>(-/0)</sup> [27]	0,06	50
	VO <sub>i</sub> <sup>(-/0)</sup> [15, 16]	0,17	80
	$V_2^{(=/-)}$ [27, 28]	0,25	120
	V <sub>3</sub> <sup>(-/0)</sup> [26]	0,44	200
Šalutinių krūvininkų	$C_i^{(+/0)}$ [16, 29]	0,33	200

3 lentelė. Aptikti defektai ir jų energijos.



26 pav. Pagal smailes identifikuotų gaudyklių koncentracijos priklausomybė nuo apšvitos dozės.

## • Iškaitinus vieną valandą 80°C temperatūroje

Spektrai:



27 pav. Išmatuotas pagrindinių krūvininkų DLT spektras po iškaitinimo 80°C temperatūroje vieną valandą.



28 pav. Išmatuotas šalutinių krūvininkų DLT spektras po iškaitinimo 80°C temperatūroje vieną valandą.

Arenijaus kreivės:



29 pav. Iškaitinto vieną valandą 80°C temperatūroje, 1,9 kGy apšvitintos dozės bandinio, DLTS pagrindinių krūvininkų smailių defektiniams lygmenims priskirtos Arenijaus kreivės su paskaičiuotomis lygmenų energijomis, krūvininkų pagavos skerspjūviais bei defektų koncentracijomis.



30 pav. Iškaitinto vieną valandą 80°C temperatūroje 1,9 kGy apšvitintos dozės bandinio DLTS šalutinių krūvininkų smailiės defektiniam lygmeniui priskirta Arenijaus kreivė su paskaičiuota lygmens energija, krūvininkų pagavos skerspjūviu bei defekto koncentracija.

• Iškaitinus vieną valandą 200°C temperatūroje

Spektrai:



31 pav. Išmatuotas pagrindinių krūvininkų DLT spektras po iškaitinimo 200°C temperatūroje vieną valandą.



32 pav. Išmatuotas šalutinių krūvininkų DLT spektras po iškaitinimo 200°C temperatūroje vieną valandą.

Arenijaus kreivės:



33 pav. Iškaitinto vieną valandą 200°C temperatūroje, 1,9 kGy apšvitintos dozės bandinio, DLTS pagrindinių krūvininkų smailių defektiniams lygmenims priskirtos Arenijaus kreivės su paskaičiuotomis lygmenų energijomis, krūvininkų pagavos skerspjūviais bei defektų koncentracijomis.



34 pav. Iškaitinto vieną valandą 200°C temperatūroje, 1,9 kGy apšvitintos dozės bandinio DLTS šalutinių krūvininkų smailės defektiniam lygmeniui priskirta Arenijaus kreivė su paskaičiuota lygmens energija, krūvininkų pagavos skerspjūviu bei defekto koncentracija.

## • Iškaitinus vieną valandą 400°C temperatūroje

Spektrai:



35 pav. Išmatuotas pagrindinių krūvininkų DLT spektras po iškaitinimo 400°C temperatūroje.



36 pav. Išmatuotas šalutinių krūvininkų DLT spektras po iškaitinimo 400°C temperatūroje.

Arenijaus kreivės:



37 pav. Iškaitinto vieną valandą 400°C temperatūroje, 1,9 kGy apšvitintos dozės bandinio, DLTS pagrindinių krūvininkų smailės defektiniam lygmeniui priskirta Arenijaus kreivė su paskaičiuota lygmens energija, krūvininkų pagavos skerspjūviu bei defekto koncentracija.



38 pav. Iškaitinto vieną valandą 400°C temperatūroje, 1,9 kGy apšvitintos dozės bandinio, DLTS šalutinių krūvininkų smailės defektiniam lygmeniui priskirta Arenijaus kreivės su paskaičiuota lygmens energija, krūvininkų pagavos skerspjūviu bei defekto koncentracija.

Įvertinus visų bandinių spektrus ir išbrėžus 1,9 kGy bandiniui Arenijaus kreives, galima pasitikrinti, kaip kinta to pačio 1,9 kGy doze apšvitinto bandinio spektras iškaitinant:



39 pav. 1,9 kGy bandinio pagrindinių krūvininkų DLT spektrai po kiekvieno iškaitinimo.



40 pav. 1,9 kGy bandinio šalutinių krūvininkų DLT spektrai po kiekvieno iškaitinimo.

Vienas faktas, kuris išryškėja šalutinių krūvininkų spektruose – smailės, kurios matosi 40 pav. ties apytiksliai 50 – 100 K. Šios smailės, tikėtina, kyla iš defektinių lygmenų, konkrečiau – divakansijos ir trivakansijos kompleksų [28, 30]. Priežastis, kodėl tokioms smailėms sunku priskirti identifikuotą defektą – jos, vykdant Arenijaus analizę, kaip ir vykdyta su kitomis smailėmis, neduoda "gerų" taškų, kurie gerai aproksimuotųsi tiese – vietoje to, taškai buvo išsibarstę labai įvairiai. Tikėtina, kad taip buvo todėl, kad šias smailes sudaro dvi labai arti esančios smailės, kurios įprasta Arenijaus analizė nebegali atskirti ir tokioms smailėms analizuoti reikia Laplaso DLTS analizės.

Sudėjus duomenis iš spektrų ir Arenijaus kreivių po iškaitinimų, gaunama defektų koncentracijų priklausomybė nuo iškaitinimo temperatūros:



41 pav. 1,9 kGy bandinio identifikuotų defektų koncentracijos priklausomybė nuo iškaitinimo temperatūros.

Matoma, kad po iškaitinimų, mažėja defektų koncentracija, tikėtinas to mechanizmas disociacija ir migracija. Taip yra todėl, kad dėl padidėjusios temperatūros, įgiję pakankamai kinetinės energijos, kad įveiktų gardelės sąlygotus potencinius barjerus ir disocijuotų (defektai nutrauktų tarpusavio ryšius) ar migruotų (tarpmazginiai atomai lokalizuotųsi vakansijose).

#### III.4 Pagrindiniai rezultatai ir išvados

- Iš voltamperinių charakteristikų nustatyta, kad nuotėkio srovė stipriai kyla didėjant apšvitai ir tai yra patikimas eksperimentinis būdas patikrinti, ar dėl apšvitos degraduoja jutiklis. Iškaitinat jutiklį, nuotėkio srovė silpnai slopsta, didėjant iškaitinimo temperatūrai, tačiau "atstatyti" elektrinių charakteristikų, ypatingai stipriai apšvitintų bandinių, neišeitų.
- Kombinuojant PIS ir DLTS metodus, identifikuoti defektiniai lygmenys, DLT spektrų Arenijaus analizė leido atskirti pagrindinių ir šalutinių krūvininkų gaudykles, įvertinti jų koncentracijas bei energijas.
- Iškaitinant bandinius, juose per DLTS aptinkamų defektų koncentracijos stipriai mažėja, tikėtina, kad dėl defektų migracijos ir disociacijos.
- Po 400°C iškaitinimo, mažiausia elektronų apšvitos doze apšvitintame bandinyje išsikaitina V2<sup>(=/-)</sup>, V3<sup>(-/0)</sup>, Ci<sup>(-/0)</sup> bei nežinomos kilmės defektas.

#### Literatūros nuorodų sąrašas

- [1] "www.universitywafer.com" [Žiūrėta 2024 05].
- [2] "www.pveducation.org" [Žiūrėta 2024 05].
- [3] A. Poškus, Atomo fizika ir branduolio fizikos eksperimentiniai metodai, Vilnius, 2008.
- [4] H. Khoury et. al., "Evaluation of commercial silicon diode for electron dosimetry", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A* 580 537–539, 2007.
- [5] R. Kumar et. al., "Dosimetric Characteristics of a PIN Diode", *Technology in Cancer Research and Treatment*, t. 13, nr. 4, 2014.
- [6] G. Lindstrom, "Radiation hardness of silicon detectors a challenge from high energy physics," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A 426*, pp. 1-15, 1999.
- [7] E. Gaubas, *Relaksacinių procesų įvairuose dariniuose mikrobangė spektroskopija*, Vilnius, 2007.
- [8] P. Dong et al., "Studies of annealing of point defects and their influence on the electrical degradation and recovery behaviours of heavily neutron irradiated silicon," *Radiation Effects and Defects in Solids:Incorporating Plasma Science and Plasma Technology*, t. 173, pp. 1018-1026, 2018.
- [9] A. Poškus, "Taikomosios branduolio fizikos paskaitų konspektai", Vilnius, 2022.
- [10] M. Moll, "The NIEL project Towards a more complex NIEL concept for radiation damage modelling and prediction", 2020.
- [11] E. M. Purcell, D. J. Morrin, *Electricity and Magnetism*, Cambridge University Press, 2013.
- [12] F. Hartmut, W. Sadrozinski, "Silicon Detector Fundamentals".
- [13] M. Huhtinen, "Simulation of non ionising energy loss and defect formation in silicon," Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, t. A, nr. 215, pp. 194-215, 2002.
- [14] T. Čeponis, *Paskaitų medžiaga. Spinduliuotės detektoriai, naudojami CERN eksperimentuose*, Vilnius, 2023.
- [15] G.D. Watkins, "Intrinsic defects in silicon", *Materials Science in Semiconductor Processing*, nr. 3, pp. 227-235, 2000.
- [16] G. Gaidar, "Annealing of radiation induced defects in silicon", Journal of Applied Electrochemistry, nr. 48, pp. 78-89, 2012.
- [17] C. Kittel, Introduction to Solid State Physics, Berkeley: John Wiley and Sons, 2005.
- [18] V. Kalendra, Didelės energijos protonais ir neutronais sukurtų giliųjų centrų tyrimas didžiavaržio Si, SiC ir GaN dariniuose, daktaro disertacija, Vilnius, 2009.

- [19] A. Alkauskas et. al., "Tutorial: defects in semiconductors combining experiment and theory," *Journal of Applied Physics*, t. 181101, p. 119, 2016.
- [20] A. Khan, Y. Masafumi, "Deep Level Transient Spectroscopy: A Powerful Experimental Technique for Understanding the Physics and Engineering of Photo-Carrier Generation, Escape, Loss and Collection Processes in Photovoltaic Materials," *Solar Cells - New Approaches and Reviews, InTech, Oct,* 2015.
- [21] T. Čeponis et. al., "Study of radiation-induced defects in p-type Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> diodes before and after annealing", *Materials*, t. 13, nr. 24, 2020.
- [22] J. Pavlov et. al., "5.5 MeV Electron Irradiation-Induced Transformation of Minority Carrier Traps in p-Type Si and Si<sub>1-x</sub>Ge<sub>x</sub> Alloys," *Materials*, t. 15, nr. 5, 2022.
- [23] I. Capan, T. Brodar, "Majority and Minority Charge Carrier Traps in n-Type 4H-SiC Studied by Junction Spectroscopy Techniques", *Electronic Materials*, t. 3, nr. 1, pp. 115-123, 2022.
- [24] D. Hynds, "Experimental techniques TSC and DLTS", University of Oxford, 2022.
- [25] R. Radu, "Radiation damage: studies on electron irradiated silicon", Darmstadt, 2012.
- [26] R. Radu et. al., "Investigation of point and extended defects in electron irradiated silicon dependence on the particle energy", *Journal of Applied Physics*, nr. 117, 2015.
- [27] L. W. Song et. al., "Bistable interstitial carbon substitutional carbon pair in silicon" *Phys. Rev. B*, t. 42, p. 5765–5789, 1990.
- [28] J. Benton et.al., "Evolution from point to extended defects in ion implanted silicon", *Journal of Applied Physics*, nr. 82, pp. 120-125, 1997.
- [29] R. Radu et. al., "Radiation damage in n type silicon diodes after electron irradiation with energies between 1.5 MeV and 15 MeV", *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*, nr. Sect A, pp. 84-90, 2013.
- [30] G. Alfieri et. al., "Evidence for identi®cation of the divacancy-oxygen center in Si," *Physical Review B*, nr. 68, 2003.

# STUDY OF ANNEAL – INDUCED RADIATION DEFECT TRANSFORMATIONS IN Si pin PARTICLE SENSORS

#### Augustas Baliukonis

Silicon is an extremely useful material as it has relatively good semiconducting parameters and is also abundant. The doping process of silicon has also been mastered, as a result of doping, silicons electrical characteristics can be manipulated much more easily than without doping. Such manipulation of electrical characteristics gave rise to some crucial electronic components of today, such as a transistor or a diode.

One way a diode can be used is as a sensor. In fact, diode – based sensors are used in medicine or high – energy physics experiments. One phenomenon that is important for such sensors is the fact that over time they tend to degrade and become increasingly less reliable – such degraded sensors no longer provide a response signal that accurately shows the irradiation intensity. Most commonly, the reason for such degradation is the accumulation of radiational defects, caused by high – energy particles. However, a possible way to, at least partially, recover such sensors would be to anneal them due to a higher temperature possibly reducing defect concentration. One method to experimentally see the degradation is by observing an increasing leakage current in the current – voltage dependency of a diode. However, this method is simple and simplicity has a cost – it only shows that the sensor has degraded, but does not show what exact defects caused this degradation. That is where more complex methods, such as PIS (*photoionization spectroscopy*) or DLTS (*deep level transient spectroscopy*) come into play, as they allow one to identify these defects and their parameters.

In this particular work, silicon diodes named "SFH2700", made by the German company "OSRAM" are tested with the aim of this work being finding out about radiation defects, their parameters and how these defects, along with their parameters, change after annealing in such diodes. The diodes were irradiated with electrons, at doses of and 1,9 kGy, 5,4 kGy, 12,4 kGy and 20 kGy. After the measurements of each sample with all of the mentioned techniques, the samples were annealed at 80°C, 200°C and at 400°C. Firstly, current – voltage measurements were carried out due to their simplicity and ability to provide basic, yet fundamental information. Next, PIS and DLTS measurements were carried out to find out about specific defects and their parameters. Current – voltage measurements showed increasing leakage current with respect to accumulated dose. With respect to annealing temperature, a slight decrease in reverse current was measured after annealing, but not even close to being similar to the reverse current of a pristine sample. PIS and DLTS techniques allowed identifying defects and their parameters, however, to different extents.

PIS measurements, when modelled according to Kopylov – Pikhtin model, showed two defects with their activation energies, while DLTS measurements showed much more defects with their activation energies, most of the defects acting as majority carrier traps and one of the defects acting as a minority carrier trap. After annealing, all of the traps showed a decrease in concentration.