

МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН
ТАШКЕНТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИМЕНИ АБУ РАЙХАНА БЕРУНИ

На правах рукописи

УДК 621.315.592

ХАСАНОВ АНВАРЖОН ЮЛДАШБАЕВИЧ

«Разработка и создание установки одноосного сжатия и исследования
состояния кластеров примесных атомов марганца при одноосном сжатии »

Специальность: 5А310801 – Электроника и электронная техника

(Промышленная электроника)

ДИССЕРТАЦИЯ

на соискание степени магистра по специальности

«Промышленная электроника»

Научный руководитель:

д.ф.-м.н. проф. Илиев Х.М

Ташкент – 2013г.

Оглавление

ВВЕДЕНИЕ

ГЛАВА I ВЛИЯНИЕ ВСЕСТОРОННЕГО ДАВЛЕНИЯ НА СВОЙСТВА ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ.

1.1 Влияние всестороннего давления на состояния примесных атомов в кремнии

1.2 Влияние давления на фотопроводимость Si<B,Mn>

ГЛАВА II КОНСТРУИРОВАНИЕ КАМЕРЫ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ

2.1 Выбор методики получения высоких давлений при низких температурах.

2.2 Конструкция камеры высокого давления.

2.3 Установки гидростатического давления.

ГЛАВА III МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ДАВЛЕНИЯ.

3.1 Измерения давления манганиновым манометром

3.2 Методы измерения фоточувствительности и магнетосопротивлением

Si<B,Mn>

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

ВВЕДЕНИЕ

Одним из важнейших направлений фундаментальных исследований в физике конденсированного состояния является изучение физических свойств материалов при высоких давлениях. Высокое давление как внешний параметр, изменяющий термодинамическое состояние системы, широко используется в многочисленных областях науки и практики. В физике высоких давлений достигнуты огромные успехи. В то же время актуальными продолжают оставаться поисковые исследования полупроводниковых материалов - датчиков давления. Необходимы исследования физических свойств материалов, используемых в качестве датчиков давления.[30]

Датчики служат источником информации и состоят из чувствительного элемента. Примером простейшего датчика может служить обыкновенный манометр прибор измеряющий давление жидкости или газа. Принцип действия манометра основан на уравнивании измеряемого давления силой упругой деформации трубчатой пружины или более чувствительной двухпластинчатой мембраны, один конец которой запаян в держатель, а другой через тягу связан с трибно-секторным механизмом, преобразующим линейное перемещение упругого чувствительного элемента в круговое движение показывающей стрелки.

Настоящая диссертация посвящена исследованию физических свойств полупроводников под давлением и как повлияет на состояние кластеров при высоких гидростатических давлениях до 5 ГПа. Если говорить о кластерах, кластеры уже далеко не новое явление в области физики и химии, но их углубленное изучение открытия нового, всегда представляло интерес для учёных. Изучение именно примесных кластеров довольно интересно и полезно, поскольку это открывает новые возможности перед учёными физиками и химиками.

Кластер (англ. cluster- скопление) объединение нескольких однородных элементов, которое может рассматриваться как самостоятельная единица, обладающая определёнными свойствами[21].

Кластеры– это определенное число квазиравновесных, взаимосвязанных примесных атомов ($N=10^2 \div 10^6$) в решетке полупроводника, структура, электрические свойства которых существенно отличаются от структуры и свойств матрицы, но не создают нового фазового состояния. Формирование кластера приводит систему к более равновесному состоянию с минимальной внутренней энергией. Поэтому для формирования кластеров примесных атомов должны выполняться следующие условия:

- Примесные атомы должны иметь высокий коэффициент диффузии и достаточную растворимость в исследуемых полупроводниковых материалах.

- Они не должны образовывать силициды или другие твердые растворы

- Энергия связи примесных атомов в кластере должна быть достаточной, чтобы при внешнем воздействии или со временем такие кластеры не распадались.

Исследования проводились, в основном, при гидростатическом давлении от 3Гпа до 4Гпа. Как известно, в покоящейся жидкости возможен лишь один вид напряжений– напряжения сжатия, то есть гидростатическое давление. Для исследований на кафедре «Электроника и микроэлектроника» ТашГТУ была сконструирована автономная камера высокого давления из берилевой бронзы, позволяющая получить статическое однородное давление до $6 \cdot 10^8$ Па. В качестве среды, передающее давление, использовалось масло ПЭС-5(поли этилен селаксоновая жидкость), обеспечивающее хорошую гидростатичность в широком интервале. Давление в камере измерялось манганиновым датчиком.

Основные задачи диссертации:

1. Разработать и создать установку всестороннего гидростатического сжатия для исследования электрофизических, гальваномагнитных, емкостных, оптических свойств полупроводников под давлением.
2. Исследовать влияние всестороннего гидростатического давления на кремний легированным марганцем
3. получить компенсированные материалы с заданными электрическими параметрами.
4. исследовать влияние всестороннего давления на состояния кластеров примесных атомов и исследовать фотоэлектрические, магнитные свойства под всесторонним давлением
5. Получить гидростатическое давление до 5 ГПа

Общая характеристика работы

Актуальность темы. обусловлена, с необходимостью выяснения механизма токопрохождения в таких новых материалах и установления зависимости их физических свойств от степени компенсации материала, типа и концентрации компенсирующих примесей для разработки принципиально новых, высокочувствительных, сверхминиатюрных датчиков и преобразователей механических величин.

Целью диссертации является исследования влияния всестороннего давления на состояния кластеров примесных атомов и исследование фотоэлектрических, магнитных свойств под всесторонним давлением.

Научная новизна. На основе новых технологий полученные образцы исследовались электрофизические свойства нанокластеров под влиянием высокого давления.

Практическая ценность. С помощью установки гидростатического давления можно изменять свойства наноразмерных кластеров.

Публикация. По теме диссертации опубликовано 2 работы. В журнале «Техника юлдузлари» опубликована статья на тему: Влияние деформации на проводимость полупроводников и в республиканском межвузовском сборнике «Актуальные вопросы в области технических и социально экономических наук» вышла статья на тему: Температурная стойкость нанокластеров примесей атомов марганца в кремнии.

Объем и структура работы. Диссертация состоит из введения трёх глав и заключения. Общий объем работы ___ страниц машинописного текста, включающего рисунков, таблицы и списка использованной литературы.

Глава I Влияние всестороннего давления на свойства полупроводниковых материалов.

Как известно, изменить электронные состояния в полупроводниках и, тем самым, повлиять на их физические характеристики, можно, помимо внешних электрических и магнитных полей, с помощью гидростатического давления и температуры. Для полупроводниковых соединений при изменении внешнего давления и температуры происходит существенное изменение ширины запрещенной зоны и эффективной массы электронов в бриллюэновской зоне в основном из-за непараболичности зоны проводимости этих соединений.

При всестороннем сжатии кристалла, обеспечиваемом так называемым гидростатическим давлением, расстояние между его атомами уменьшается. Увеличение E_g (ширина запрещенной зоны полупроводника) с ростом давления наблюдается у большинства полупроводников с прямыми запрещенными зонами.[17] У таких полупроводников с ростом гидростатического давления край собственного поглощения смещается в сторону коротких длин волн.

У полупроводников с непрямыми запрещенными зонами может быть сложная зависимость E_g от давления. Например, у германия, с увеличением давления E_g возрастает, а у кремния наоборот, уменьшается. У арсенида галлия с ростом гидростатического давления минимум зоны проводимости для прямых переходов. Поэтому при повышении давления он может стать полупроводником с непрямыми переходами. Как известно, ширина запрещенной зоны существенно зависит от температуры изменяется постоянная решетки амплитуды колебаний атомов находящихся в узлах кристаллической решетки, отчего и меняется и зонный спектр. Ширина запрещенной зоны зависит также от давления. При всестороннем сжатии, изменяется постоянная решетки, что приводит к изменению кристаллического потенциала, следовательно влияет на функциональную зависимость $E(k)$. На основании теории связи можно предложить, что влияние высокого давления

должно сводиться к уменьшению ширины запрещённой зоны, так как можно ожидать, что с уменьшением постоянной решётки уменьшается длина связи, усиливается сила связи и перекрытие волновых функции, вследствие чего разрешённые зоны расширяются, а запрещённая – уменьшается. Однако, на практике в Si ширина запрещенной зоны и уменьшается с увеличением давления в согласии с этим предложением, то в других полупроводниках, таких как Ge наблюдается противоположный эффект.

Под влиянием высокого давления существенно изменяется также положение глубоких уровней в запрещённой зоне. Причём можно ожидать, что положения уровней относительно зоны проводимости и валентной зоны изменяются с давлением по разному. Это может привести к значительному изменению в скоростях рекомбинационно-генерационных [29] процессов и, в конечном счёте, к изменению времён жизни. Таким образом, исследование под давлением может быть очень полезным и при изучении фотоэлектрических свойств кристаллов.

Если примесный атом в кремнии подвергнуть всестороннему гидростатическому сжатию, то происходит изменение состояния и структуры примесных атомов и дефектов, снимаются внутренние механические напряжения кристаллической решётки, что должно привести к существенной стабилизации параметров полупроводниковых материалов и приборов. Из-за этого такие исследования представляют интерес с точки зрения возможности управления состоянием примесных атомов в решетке. Результаты таких исследований позволяют получить очень ценные фундаментальные информации о структуре. [16]

1.1 Влияние всестороннего давления на состояния примесных атомов в кремнии

Для получения кремния компенсированного примесями Mn [9,19], нами использовался монокристаллический кремний как n-, так и p-типа марки КДБ с удельным сопротивлением $\sim 1 \div 10^2$ Ом•см, выращенный методом Чохральского с концентрацией кислорода $\sim 10^{17} \div 10^{18}$ см⁻³ и плотностью дислокаций $\sim 10^2$ см⁻², а также Mn, чистотой 99,99%.

Образцы вырезались размерами 7X3X2 мм³, затем подвергались последовательной шлифовке алмазного порошка карбида кремния с помощью специально изготовленных притиров, обеспечивающих плоскопараллельность противоположных граней с точностью порядка $\sim 2-3$ мкм. С целью удаления нарушенного при шлифовке приповерхностного слоя и для обезжиривания образцы сначала промывались водой, затем протирались спиртом. Диффузия примесных атомов в кремний производилась в горизонтальной печи, поддерживающей установленную температуру с точностью $\pm 3^\circ\text{C}$. Температура диффузионного отжига измерялась платино – платинородиевой термопарой, расположенной непосредственно вблизи ампул. Перед диффузионным отжигом образцы кремния и навески примесей помещались в промытые дистиллированной водой и высушенные кварцевые ампулы, которые затем откачивались.

Электрофизические свойства кремния, легированного марганцем исследованы в работах [1, 4, 5]. Согласно результатам этих работ, марганец выступает в качестве двойного донора и образует уровни с энергией $E_{Mn1} = E_c - 0,3$ эВ и $E_{Mn2} = E_c - 0,55$ эВ, соответствующие однократной и двухкратной ионизации атомов марганца. Растворимость и коэффициент диффузии марганца имеет ретроградный характер с максимальной концентрацией электроактивных атомов марганца при температуре диффузии $T = 1150^\circ\text{C}$ $N_{Mn} = 8 \cdot 10^{15}$ см⁻³, коэффициент диффузии описывается выражением $D_{Mn} = 0,26 \exp(-1,3/kT)$.

Как видно из этого выражения, энергия активации марганца мала по

сравнению с серой и селеном. Поэтому существующий диффузионный метод получения р-п-перехода при легировании марганцем непригоден. В связи с этим использованы два способа технологии получения диффузионных р-п-переходов. В первом способе в кремнии одновременно легировались марганец из ионно-имплантированного слоя и алюминий из напыленного слоя из газовой фазы в откачанных кварцевых ампулах.

В качестве исходного материала использовали пластинки кремния марки КДБ-3 с удельным сопротивлением $\rho = 3 \text{ Ом см}$ р- типа проводимости, ионно-имплантированные с одной стороны марганцем с дозой $D = 10^{16} \text{ см}^{-2}$ и энергией облучения $E = 40 \text{ кэВ}$. Пластинки имели толщину $d=0,5 \text{ мм}$ и кристаллографическую ориентацию. Из этих пластин вырезались квадратики размерами $1,5 \times 1,5 \text{ мм}^2$, промывались дистиллированной водой и обрабатывались спиртом, травились на медленном травителе с составом HF (40%):1,7 HNO₃ (концентрированная): CH₃COOH (концентрированная). Затем проводились процессы напыления и диффузия.

Во втором способе на исходной пластине кремния, диаметром 76 мм с удельным сопротивлением 2–10 Ом•см, диффузией бора в промышленных условиях получены $p^+ - p$ и $p^+ - p - p^+$ структуры.

Процесс диффузии бора проводился в двух стадиях. Первая стадия, загонка бора, проводилась при условии диффузии из неограниченного источника при температуре $T = 1080^\circ\text{C}$ в течении 40 минут в атмосфере азота. В качестве диффузанта использовался планарный твердый источник нитрид бора. После загонки пластины вынимались из печи, очищались от боросиликатного стекла и в другой чистой печи проводили разгонку бора при температуре $T = 1200^\circ\text{C}$ в течении 5–10 часов в атмосфере кислорода. Толщина полученного p^+ - слоя при этом изменялась в пределах 2–10 мкм. Затем из этих пластин вырезая полоски $25 \times 3 \times 1 \text{ мм}^3$ проводили диффузию марганца.

После диффузии марганца удельное сопротивление, тип проводимости р- и п- слоев и глубина р-п-перехода определялись по вышеописанной

методике. Из этих исследований установлено, что удельное сопротивление базы в структурах составляла $10\text{--}10^4$ Ом•см, концентрации электроактивных атомов марганца $N_{\text{Mn}} \approx 2 \cdot 10^{15} \text{ см}^{-3}$, концентрация бора в p^+ -слое $N_{\text{B}} \approx 2 \cdot 10^{19} \text{ см}^{-3}$.

Диффузия Mn в кремнии проводилась из газовой фазы. Количество диффузанта, помещенного в ампулу, выбрали так, что бы при температуре диффузии её давление паров было достаточным для того, чтобы создать необходимую концентрацию на поверхность образцов кремния. Для получения образцов с различной степенью компенсации диффузионный отжиг образцов проводился в зависимости от исходного удельного сопротивления кремния в диапазоне температур $1000\text{--}1200^\circ\text{C}$. Время проведения диффузии выбиралось таким, что бы весь объем образца равномерно насыщался примесью и составлял $0,15\text{--}1$ часов. После диффузии образцы быстро охлаждались сбрасыванием ампулы в масло. Для учета влияния термоотжига и других условий диффузии, при таких же условиях готовились контрольные образцы. После диффузии образцы шлифовались со всех сторон по 100 мкм для удаления обогащенной примесью приповерхностного слоя. С помощью специального притира, для сохранения плоско параллельности противоположных граней.

Для исследования были изготовлены по вышеописанной технологии низкоомные перекомпенсированные образцы $n\text{-Si}\langle\text{B},\text{Mn}\rangle$ с удельными сопротивлениями $\rho = 1\div 120$ Ом•см и сильнокомпенсированные образцы $\text{Si}\langle\text{B},\text{Mn}\rangle$ с $\rho \approx 10^5$ Ом•см. При этом в качестве исходного материала использовался бездислокационный монокристаллический кремний марки КДБ-3.

Для исследования примесных атомов кремния при всестороннем гидростатической сжатии была использована автономная камера, в рабочем объёме которой можно создавать фиксированное гидростатическое давление до $4 \cdot 10^8$ Па. Средой, передающей давление на образец служило

вакуумное масло ВМ-5. Давление в рабочем объеме измерялось и контролировалось манганиновым манометром. Эффект Холла проводилось при комнатной температуре до и после каждого цикла процесса сжатия, для чего образцы вынимались с установки высокого давления.

Электрические параметры образцов (электропроводность, подвижность и концентрации) определялись путем исследования [10] эффекта Холла и удельного сопротивления с помощью установки, принципиальная схема которой приведена на рисунке 1.1 исследуемый образец с помощью специального держателя помещался между полюсами постоянного магнита с величиной магнитного поля $H=3000$ эрстед. Направление магнитного поля изменялось поворотом магнита на 180° ; удельное сопротивление вычислялось по формуле:

$$\rho = \frac{V_0 \cdot l}{I \cdot W \cdot t} \text{ [Ом}\cdot\text{см]}, \quad (1.1)$$

где I – ток, протекающий через образец, V_0 – напряжение между потенциальными контактами, l – расстояние между потенциальными контактами, W - ширина образца, t – толщина образца. Постоянная Холла вычислялась по формуле:

$$R_H = \frac{V_H t 10^8}{IB} \text{ [см}^3\text{/Кулон]}, \quad (1.2)$$

Где V_H – э.д.с. Холла, B – индукция магнитного поля. Холловская подвижность вычислялась по формуле:

$$\mu_H = \frac{R_H}{\rho} \text{ [см}^2\text{/В}\cdot\text{сек]} \quad (1.3)$$

Концентрация основных носителей тока вычислялась по формуле:

$$n, p = \frac{1}{e R_H} \text{ [см}^{-3}\text{]} \quad (1.4)$$

Как известно, геометрические размеры образца являются одним из факторов, который может существенно исказить результаты измерения гальваномагнитных эффектов. Величина холловского напряжения и изменение сопротивления образца в магнитном поле сильно зависят от формы образца. Все исследованные образцы имели прямоугольную форму с $l_0 \geq 3.5d_0$ (l_0 -длина образца, d_0 -ширина образца).

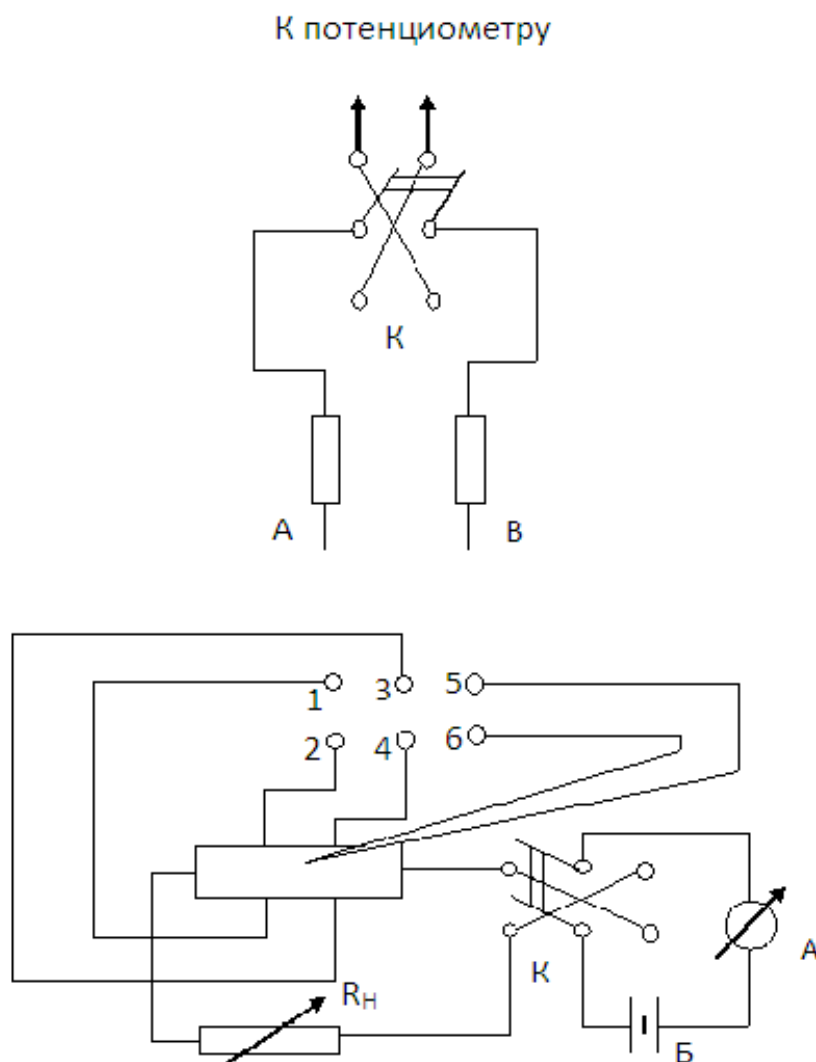


Рис.1.1

Схема установки для измерения электропроводности и коэффициента Холла

Результаты измерения в пере компенсированных образцах $\text{Si}\langle\text{B},\text{Mn}\rangle$ с $p < 10^5 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ показали, что заметный распад неравновесных атомов марганца в твёрдом растворе Si-Mn наблюдается при $T=150^\circ\text{C}$ и с ростом температуры скорость распада увеличивается. При этом установлено, что скорость распада атомов марганца существенно зависит от степени компенсации материала, и процесс распада в пере компенсированных $n\text{-Si}\langle\text{B},\text{Mn}\rangle$ происходит в два этапа.

На первом этапе в слабо компенсированных образцах с $p < 10^5 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ происходит распад изолированных однозарядных междоузельных атомов марганца. На втором этапе в сильно компенсированных образцах с $p \approx 10^5 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ происходит разрушение с последующим распадом многозарядных комплексов атомов марганца. В сильно компенсированных образцах, в отличие от слабо компенсированных, распад происходит, в основном, при более высоких температурах и достаточно медленно. Энергия активации распада, найденная из температурной зависимости постоянной распада в сильно компенсированных образцах составляет $E_0=1,3\div 1,4 \text{ эВ}$, что практически в два раза больше, чем в слабо компенсированных образцах. Исследовались пере компенсированные образцы $n\text{-Si}\langle\text{B},\text{Mn}\rangle$ с удельными сопротивлениями при комнатной температуре $p=20 \text{ Ом}\cdot\text{см}$. При температуре всестороннего гидростатического сжатия с $X = 3\cdot 10^8 \text{ Па}$ существенно увеличивает скорость распада уменьшение концентрации электроактивных атомов марганца за это же время составляет $\approx 1,5$ порядка. Дальнейшее увеличение давления увеличивает скорость распада. При всестороннем гидростатическом сжатии с $X=9\cdot 10^8 \text{ Па}$ один час отжига при $T = 150^\circ \text{ C}$ достаточен, чтобы пере компенсированный образец $n\text{-Si}\langle\text{B},\text{Mn}\rangle$ с $p=20 \text{ Ом}\cdot\text{см}$ приобрёл р-тип проводимости с $p=10^5 \text{ Ом}\cdot\text{см}$. Кривая кинетики

распада без давления состоит из явно выраженных двух участков: в начале, в течение 10-20 минут происходит интенсивный распад, затем скорость его заметно уменьшается. При наличии же сжатия в течение 10-12 минут практически распадаются все электроактивные атомы марганца.

Результаты исследований кинетики распада сильно компенсированного $\text{Si}(\text{B}, \text{Mn})$ с $\rho = 2 \cdot 10^5 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ показали что, сжатие $X = 6 \cdot 10^8 \text{ Па}$ в течении 25÷30 минут приводит к полному распаду электроактивных атомов марганца: образцы восстанавливают свои исходные (до легирования марганцем) параметры.

Таким образом, результаты проведенных исследований свидетельствуют о том, что наличие всестороннего давления не только существенно ускоряет процесс распада, но и более эффективно воздействует на состояние примесей, для которых характерно образование сложных комплексов.

Для первого этапа процесса распада при $T = 150^\circ \text{C}$, $X_T = 7 \cdot 10^6 \text{ Па}$, а для второго этапа при $T = 175^\circ \text{C}$, $X_T = 3 \cdot 10^6 \text{ Па}$. Исследование температурной зависимости коэффициента давления процесса распада показало, что эта зависимость линейна.

Тщательное исследование плотности дислокации после различного этапа давления показало, что в исследуемом интервале давлений и температур практически не возникают новые дислокации и не происходят структурные изменения в образцах. Поэтому можно предположить, что давление, в основном, влияет на энергию связи атомов марганца в комплексах. Действительно, образование таких сложных комплексов $(\text{B}^- + \text{Mn}^+)^0$, $(\text{B}^- + \text{Mn}^{++})^+$, Mn_2 , Mn_4 в решётке кремния приводит к появлению локальных деформаций и нарушению симметрии решетки. Наличие всестороннего гидростатического сжатия приводит к уменьшению постоянной решетки кремния, и в первую очередь, более сильно

воздействует на окружение таких комплексов, в результате чего меняется энергия связи в таких комплексах и примесных кластерах.

1.2 Влияние давления на фотопроводимость Si<B,Mn>

С целью выяснения влияния давления на фотопроводимость было исследована фотопроводимость сильнокомпенсированных образцов Si<B,Mn> после воздействия всестороннего гидростатического сжатия в сочетании с низкотемпературным отжигом.

Воздействие всестороннего гидростатического сжатия в течении одного часа при $T=400\text{K}$ приводит к существенным изменениям спектральной фоточувствительности образцов. Фотоступень здесь наблюдается при $h\nu=0,42$ эВ и дальнейший рост фототока, с увеличением энергии падающих квантов, значительно ослабляется (на 2-3 порядка). Фототок в собственной области поглощения света также уменьшается (около одного порядка). Увеличение времени воздействия приводит к еще более сильным изменениям фоточувствительности образцов как в примесной, так и в собственной областях поглощения света. После воздействия всестороннего гидростатического сжатия в течении трех часов фотопроводимости образцов в примесной области поглощения практически отсутствует, а в собственной области поглощения фототок уменьшается на 5-6 порядков.

Исследования спектральной зависимости инфракрасного гашения фотопроводимости в сильнокомпенсированном Si<B,Mn> показало, что кривые инфракрасного гашения фотопроводимости до и после нагрева образцов при $T=400\text{K}$ без всестороннего гидростатического сжатия совпадают и в области спектра $h\nu=0,42\div0,62$ эВ наблюдается гашения фотопроводимости, где глубина гашения достигает 4-5 порядков. После воздействия в образцы всестороннего гидростатического сжатия при $T=400\text{K}$ в спектральной зависимости инфракрасного гашения фотопроводимости наблюдается смещение и расширение области гашения в сторону меньших длин волн квантов света. При этом начало гашения фотопроводимости (ФП) наблюдается так же при энергии падающих квантов $h\nu=0,42$ эВ, а глубина

гашения существенно уменьшается. С увеличением времени воздействия всестороннего гидростатического сжатия наблюдается полное исчезновения эффекта гашения фотопроводимости.

В исследуемом материале наблюдается остаточная проводимость (ОП), значения которой на 7-8 порядков больше значения темнового тока и практически не зависит от времени освещения образцов.

После воздействия всестороннего гидростатического сжатия при $T=400\text{K}$ существенно уменьшается значения остаточная проводимость и ускоряется ее релаксация.

Исследования показали, что после воздействия всестороннего гидростатического сжатия величиной $X > 6 \cdot 10^8$ Па при $T=400\text{K}$ в течении $t > 3$ часа на образцы $\text{Si} \langle \text{B}, \text{Mn} \rangle$ с удельным сопротивлением $10^5 \text{ Ом} \cdot \text{см}$ при $T=300\text{K}$ в них полностью исчезает остаточная проводимость.

Результаты измерения электрических параметров в этих образцах показали незначительное их изменение (на 5%). Таким образом, всестороннего гидростатического сжатия в пределах $10^8 - 6 \cdot 10^8$ Па при $T=(350-400)\text{K}$ хотя и не влияет на электрические параметры и не меняет степень компенсации сильнокомпенсированного $\text{Si} \langle \text{B}, \text{Mn} \rangle$, но существенно влияет на их фотоэлектрические свойства, ослабляя фотопроводимость, инфракрасное гашение фотопроводимости и остаточная проводимости [20].

Наблюдаемые явления, высокая фотопроводимость, глубокое инфракрасное гашение фотопроводимости и гигантская остаточная проводимость, обнаруженные в сильнокомпенсированном $\text{Si} \langle \text{B}, \text{Mn} \rangle$ один из основных признаков не однородности материала с потенциальными барьерами. Ослабление или исчезновение этих явлений после воздействия на образцы всестороннего гидростатического сжатия при $T=400\text{K}$ связаны с разрушением кластеров $(\text{Mn}^{++})_4$ и равномерным распределением электроактивных атомов Mn в объеме кристалла, в результате которого потенциальные барьеры сглаживаются.

Исследования влияния низкотемпературной термообработки до 600⁰С при отсутствии всестороннего гидростатического сжатия на электрические параметры компенсированных образцов Si<В,Мn > показывают стабильность электроактивных атомов замещения серы в кремнии.

Результаты измерения образцов Si<В,Мn> с различными степенями компенсации после всестороннего гидростатического сжатия в интервале $X = 10^8 \div 10^9$ Па в сочетании нагрева до $T = 200^0$ С показали, что, начиная с температуры $T > 180^0$ С и давлений $X > 9 \cdot 10^8$ Па наблюдается увеличение удельного сопротивления образцов Si<В, Мn > n-типа проводимости с $\rho > 10^4$ Ом•см до $\rho \approx 10^5$ Ом•см в течении 1,5 часа.

При дальнейшем увеличении времени выдержки изменяется тип проводимости от n к p и удельное сопротивление, уменьшая, достигает значения $\rho \approx 10^5$ Ом•см в течение 3 часов (табл.1)

Таблица 1.1 КДБ-3 <Si,В,Мn> T=1090⁰С t=15 мин 1- образец

Давление	R_x	ρ	μ	n;p	Фото ос (+)	Фото ос (-)
Без давление	$7,9 \cdot 10^8$	$5,3 \cdot 10^5$	149	$7,91 \cdot 10^{10}$	230	506
P=2500атм	$3,22 \cdot 10^7$	$1,79 \cdot 10^5$	179	$1,94 \cdot 10^{11}$	625	138
P=3000атм	$5,85 \cdot 10^7$	$1,77 \cdot 10^5$	330	$1,06 \cdot 10^{11}$	695	145
P=3000атм	$7,39 \cdot 10^7$	$1,25 \cdot 10^5$	591	$8,45 \cdot 10^{10}$	714	158

В образцах Si<В, Мn > с $\rho \approx 10^4$ Ом•см n или p типа проводимости, из-за большой концентрации носителей тока, распад электроактивных атомов замещения серы становится незаметным.

В отличие от атомов Mn, в Si распределены достаточно равномерно и отсутствуют сильные механические напряжения в

кристаллической решётке. Поэтому распад твердого раствора Si< Mn > при всестороннем гидростатическом сжатии идет достаточно медленно.

Результаты исследований влияния всестороннего гидростатического сжатия на состояние атомов Mn в Si показали, что давление слабо влияет на состояние электроактивных атомов Si, о чем свидетельствует малое изменение удельного сопротивления образцов подвергнутых всестороннему сжатию.

В образцах Si<Mn> после воздействия всестороннего гидростатического сжатия концентрация электроактивных атомов Mn в Si уменьшается.(таблица2) Исследования влияния всестороннего гидростатического сжатия на электрофизические параметры образцов Si<Mn> позволили установить, что эффективность воздействия всестороннего гидростатического сжатия увеличивается, если примесные атомы находятся в междоузлиях и распределены неравномерно в объеме, образуя различного рода скопления.

Таблица 1.2 КДБ-3 <Si,B,Mn> T=1090⁰C t=15 мин 2-образец

Давление	R_x	ρ	μ	n;p	Фото ос (+)	Фото ос (-)
Без давление	$5,08 \cdot 10^6$	$3,72 \cdot 10^4$	136	$1,23 \cdot 10^{12}$	71	75
P=2500атм	$7,89 \cdot 10^5$	$1,5 \cdot 10^4$	52,6	$7,92 \cdot 10^{12}$	32	67
P=3000атм	$1,34 \cdot 10^7$	$1,35 \cdot 10^4$	992	$4,66 \cdot 10^{11}$	28	22
P=3000атм	$9,85 \cdot 10^6$	$1,25 \cdot 10^4$	78,8	$6,34 \cdot 10^{12}$	27,3	13,2
P=4000атм	$1,8 \cdot 10^6$	$6,89 \cdot 10^3$	261	$3,47 \cdot 10^{12}$	165	35
P=4000атм	$1,25 \cdot 10^6$	$5,93 \cdot 10^3$	210	$5 \cdot 10^{12}$	40	22
P=4000атм	$1,73 \cdot 10^6$	$5,54 \cdot 10^3$	312	$3,61 \cdot 10^{12}$	32,7	49

Известно, что наличие неоднородных скоплений примесных атомов с большой концентрацией, а так же несоответствие размеров примесных и основных атомов в полупроводниках приводит к сильной деформации

кристаллической решётки и возникновению в объёме полупроводника механических напряжений с большой амплитудой.

При воздействии всестороннего гидростатического сжатия происходит изотропное сжатие кристаллической решётки и усиление внутренних механических напряжений, что стимулирует распад примесных скоплений и миграцию атомов Mn к центрам дислокаций, уменьшая тем самым концентрацию электроактивных атомов Mn.

В отличие от атомов Mn, электроактивные атомы Si находятся в узлах кристаллической решётки и распределены, равномерно в объёме. Поэтому при этом не возникают внутренние механические напряжения в кристаллической решётке. Кроме этого электроактивные атомы серы прочно связаны с основными атомами решётки, участвуя в ковалентной связи.

С целью проверки высказанного предположения в объёме кремния была создана достаточно большая концентрация электронейтральных комплексов S-Mn введением атомов марганца. Естественно, при этом внутри кристаллической решётки появляются области с сильными механическими напряжениями, при этом воздействие всестороннего гидростатического сжатия на образцы Si<Mn> существенно ускоряет распад твёрдого раствора.

Эти исследования показывают, что с помощью всестороннего гидростатического сжатия можно существенно изменять состояние примесных атомов, ускорять процесс распада или отжига дефектов без высокотемпературного отжига. Это очень важно, так как при высокотемпературном отжиге всегда генерируются термодоноры.

Глава II Конструирование камеры высокого давления.

Основные принципы конструирования аппаратуры высокого давления были разработаны Бриджменом. Трудности, возникающие при конструировании этой аппаратуры, в значительной степени зависят от того, для какого интервала давлений и температуры она предназначена. Изучение опубликованных работ [2,6,7] показывает, что если затруднения, возникающие при использовании давлений до 5000атм весьма незначительны, то при расширении области давлений до 10000атм и более возникают уже существенные трудности. Сложность аппаратуры высокого давления увеличивается по мере роста давления.

Простая одностенная, тщательно термообработанная стальная камера может работать в пределах давлений 7000-8000атм при определённом соотношении между внешним и внутренним диаметрами камерами. Соотношение между внутренним диаметром d и внешним D определяется по формуле (2.1):

$$K = D - d = d \left(\sqrt{\frac{\sigma_s}{\sigma_s - 1.73mP}} - 1 \right) \quad (2.1)$$

где σ_s – предел текучести материала, m – запас прочности, P – внутреннее давление.

После достижения определённого отношения диаметров (10:1) дальнейшее увеличение толщины стенки камеры бесполезно. Предельное внутреннее давление, которое выдерживает камера, можно существенно увеличивать путем предварительной прессовки (автофреттаж) канала камеры.

В области давлений $P > 8000$ атм камеры, имеющие рабочий объём в несколько кубических сантиметров снабжаются внешней поддержкой, которая давит на наружные стенки камеры и тем самым компенсирует расширение канала, вызванное давлением изнутри. Такие конструкции довольно громоздки и требуют применения двухпоршневых прессов.

Имеется также описанные камеры, в которой надёжное подвижное уплотнение достигается за счёт того, что конусный поршень вдвигается в канал камеры. В этом случае требуется мощный пресс, так как значительная часть усилия расходуется на создание уплотнения.

Наиболее слабым местом камер высокого давления является уплотнения поршня. При высоком давлении в результате в результате упругой деформации канал камеры расширяется и между уплотнением и стенкой канала камеры появляется зазор.

Конструкция аппаратуры высокого давления во многом зависит также и от того, какими материалами располагает исследователь для её изготовления. Критерием качества материалов служит предел прочности при разрыве и вязкость. В настоящее время для некоторых сталей предел прочности достигает $(25000)25000 \text{ кг/см}^2$. Недостаточно вязкая сталь непригодна для постройки камер высокого давления. Для исследования влияния всестороннего сжатия на электрические и фотоэлектрические свойства марганца и никеля нам требовались автономные камеры, способные сохранять высокое давление в течении длительного времени. Для этой цели было разработано простых в изготовлении конструкции камер.

2.1 Выбор методики получения высоких давлений при низких температурах.

Наиболее сложной задачей в исследованиях физических свойств полупроводников под давлением является получение высоких однородных давлений. Здесь имеется в виду гидростатическое давление, которое возникает и передаётся преимущественно в жидкостях и газах. Проблема получения высоких однородных давлений при низких температурах требует совершенно иного подхода, чем в случае комнатных и более высоких температур.

Помимо технических трудностей (техника уплотнений, проблема электрических вводов в сосуд высокого давления и т.п.) при низких

температурах возникают трудности, связанные с тем, что здесь резко уменьшается пластичность всех веществ, которые обычно используются в качестве среды, передающее давление. Под влиянием давления большинство жидкостей затвердевает при температурах $T > 77^{\circ}\text{K}$.

Необходимость в надёжных данных, полученных при чисто гидростатических давлениях и низких температурах, очень велика. В настоящее время разработан ряд соответствующих методик. Для исследования свойств полупроводников могут быть использованы различные методы, из которых наиболее обещающим, возможно является жидкого гелия до его температуры затвердевания и твёрдого гелия ниже этой температуры. Бриджмен [2] установил, что при изменениях с применением высоких давлений при температуре жидкого азота (78°K) необходимо использовать газообразный гелий. Однако, отметим, что максимальное использованное им давление было ограничено прочностью материалов, имевшихся в то время, и составляло всего около 7500 атм. В последнее время с появлением таких материалов, как бериллиевая бронза и нержавеющей сталь, верхний предел гидростатических давлений, создаваемых в такой установке при температурах жидкого азота, значительно возрос и соответствует пределу текучести бериллиевой бронзы (около 10000 атм.) Очевидно, при более низких температурах $T < 78^{\circ}\text{K}$ предел гидростатических давлений соответствует давлению затвердевания гелия. Следует, однако, отметить, что работа с газовыми камерами трудна, опасна и предлагает создание и предполагает создание сложной, громоздкой аппаратуры высокого давления с большой надёжностью уплотнения. Из-за опасности взрыва необходимо принимать соответствующие меры предосторожности.

Из работ по физике высоких давлений [3,6] известно, что во многих случаях (для получения очень высоких давлений) гидростатическое давление может быть заменено квазигидростатическим, где в качестве сред, передающих давление, могут быть использованы пластические твёрдые вещества с малым сопротивлением сдвигу, действующие как

псевдожидкости. Такими материалами являются парафин, хлористое серебро, свинец, индий, йодистый цезий, тефлон и другие. Однако, техническими весьма трудно достичь состояния чисто гидростатического давления в системе из твёрдых тел, подверженных высоким напряжениям высоким напряжением. При этом почти всегда существует силы трения, обусловленные негидростатическими сдвиговыми компонентами напряжений. Ни один из этих материалов не передаёт давление с желаемой степенью гидростатичности.

Конечно, важность проблемы достижения чисто гидростатического давления зависит, в значительной степени, от характера измерений и от конкретного рассматриваемого явления. Если требуется достичь только качественного эффекта, как, например, наблюдение фазового перехода, влияние давления на температуру перехода в сверхпроводящее состояние и т. д., то проблема гидростатичности [26] не представляется существенно важной. Однако ситуация меняется, если измерить физические параметры(твёрдых тел) целью контроля физических явлений.

Для преодоления таких трудностей предлагались различные остроумные методы. В общем, все предложенные до настоящего времени методы получения высоких давлений при низких температурах можно разделить на две группы: первая включает методы, в которых давление создаётся непосредственно при низких температурах путём сжатия твёрдого гелия или водорода. Однородность возникающего при этом давление целиком определяется пластичностью твёрдой фазы используемых газов в рабочем диапазоне и температур. Ко второй группе относятся методы «консервирования» или «замораживания» давления, основанные на использовании для передачи давления сред, пластичных лишь при высоких температурах. Пластичность же этих сред при низких температурах не является существенной. В этих методах давление создаётся в той области температур, когда пластичность среды, передающей давление велика, после чего прибор охлаждения до температуры[30] опыта. Очевидно, что если

исходное давление было однородным было однородным (гидростатическим), то при условии изотропности среды и образца замороженное давление также останется однородным. К этой же группе методов можно отнести следующее: создание давления (до 2500) путём сжатия газообразного гелия при температуре около 25⁰К с последующим охлаждением до температуры 4,2⁰К; опыты, в которых давление создавалось путём замораживания в камере постоянного объёма при замерзании, таких как воды, висмута, галлия и др.

Сильным стимулом для работ по созданию высоких давлений при низких температурах этим методом послужила первая работа Лазаре и Кана, показавших, что давление в несколько тысяч атмосфер заметно влияет на температуру перехода в сверхпроводящее состояние. Замораживая в замкнутом пространстве воду, они получили при температуре жидкого гелия давление около 1700атм. Однако, как установили позже Н.Б. Брандт и А.К. Томашук [18], образцы, находящиеся в замороженной воде под давлением, испытывают неоднородные напряжения. Применение смеси воды с (этиловым и метиловым) спиртом несколько улучшает пластичность льда, которая растёт с увеличением концентрации спирта в растворе. Метод Бриджмена [2], заключающиеся в сжатии при комнатной температуре тонких(около 0,1мм) образцов между двумя пуансонами с последующим охлаждением устройства до нужной температуры. Однако, следует отметить, что полученные этим методом давления были очень неоднородны, а возможности применения этой методики очень ограничены.

На основании приведённых соображений, нами выбран второй метод создания высоких давлений при низких температурах – метод«консервирования» или «замораживания» давления. Для этой цели были созданы автономные камеры высокого давления, позволявшие получать статические однородные давления в диапазоне до 7000 атм. Для исследований свойств полупроводников была сконструирована камера высокого давления из бериллиевой бронзы.

2.2 Конструкция камеры высокого давления.

Конструкция стальной камеры изображена на рис. 2.1. Корпус камеры 5 изготавливается из стали 40ХС, термообработки твёрдость стали доводится до 40÷45 RC. Высокое давление в рабочем канале бомбы создаётся поршнем Ø8 мм с грибовидным уплотнением при комнатной температуре при помощи гидравлического пресса. Положение поршня с грибовидным уплотнением 8 фиксируется гайкой 9, так что давление на образец сохраняется, когда бомба вынимается из пресса. Грибок уплотняется прокладками из резины, стали, свинца и отожженной меди, последовательность уплотнения надевается сначала резина, свинец, отожженная медь и сталь из материала стальной камеры. Верхняя прокладка изготовлена из материала бомбы. Уплотняющие прокладки имеют форму «0»-образных колец. Зазор между грибком 8 и стенками корпуса бомбы для надёжной работы делается как можно меньше.

Уплотняющие поршня основано на использовании принципа так называемой «некомпенсированной площади». Принцип этого метода уплотнения существенно улучшается по мере увеличения давления. По мере роста давления общее усилие на основание грибка $P \cdot S$ должно оставаться равным общему усилию, действующему на прокладку $P' \cdot S'$, где S' меньше, чем S на площадь, равную площади поперечного сечения направляющей стембли грибка. Таким образом, поскольку давление на прокладки P' всегда больше внутреннего давления P , то утечка в принципе невозможна.

Площадь прокладки выбирается таким образом, чтобы давление в прокладке P' превышало бы внутреннее давление на 10-20%, то есть $P'/P = 1,15 \div 1,20$. При очень больших давлениях, когда P' превышает предел текучести или даже предел прочности материала грибка, прокладка не перекусывает стембель («пинч-эффект»).

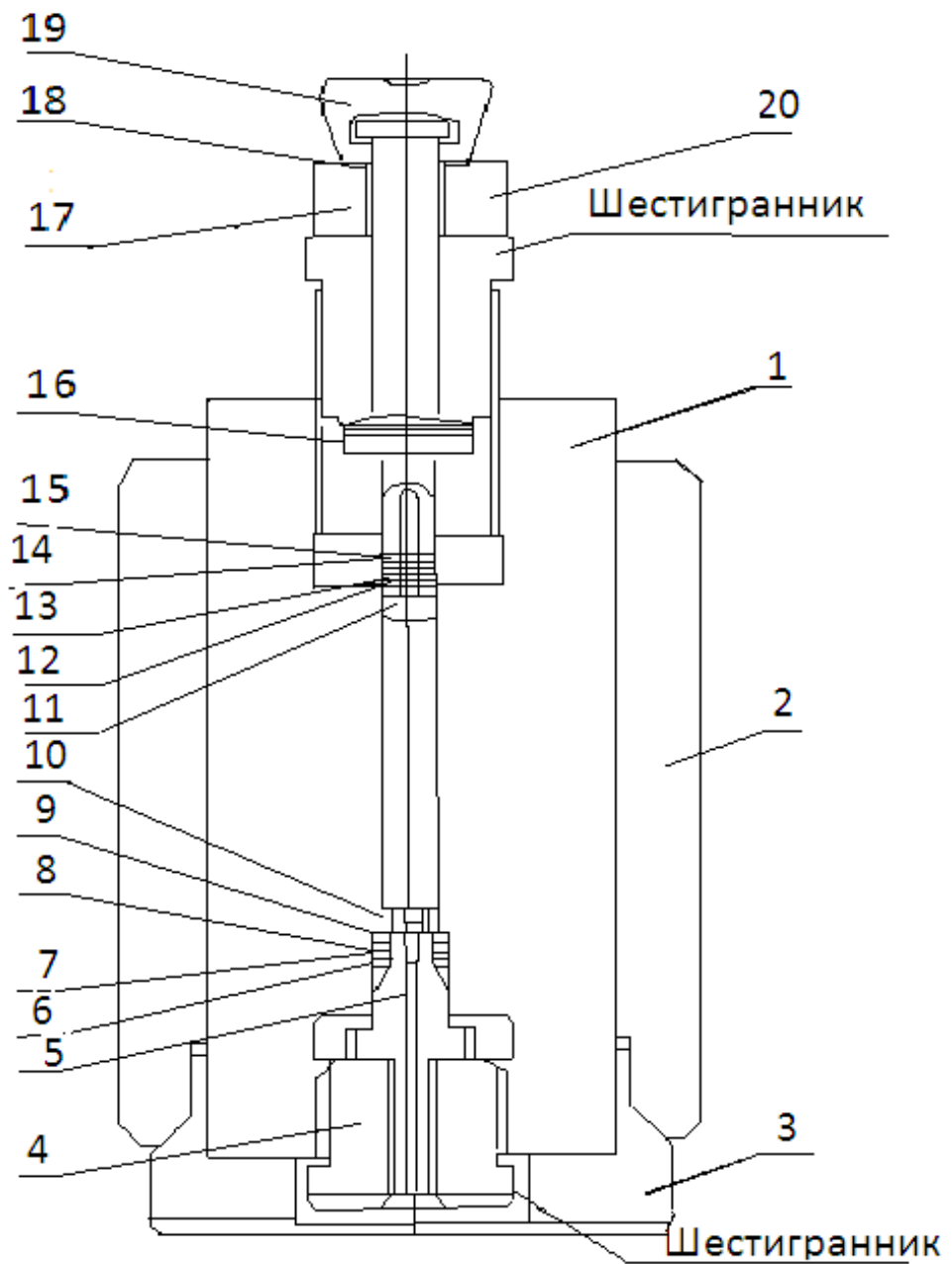


Рис.2.1

Конструкция стальной камеры для измерения под высоким давлением; 1- корпус камеры, 2-охранный цилиндр,3-опора, 4-17-гайки, 5- головка,6,7,8,13,14-прокладки, 9-упорное кольцо, 10-вытяжное кольцо, 11- пробка (грибовидная), 12,15-уплотнительное кольцо,16-поршень, 18-шток,19- пята, 20-ограничительное кольцо.

Площадь прокладки выбирается таким образом, чтобы давление в прокладке P' превышало бы внутреннее давление на 10-20%, то есть $P'/P=1,15\div 1,20$. При очень больших давлениях, когда P' превышает предел текучести или даже предел прочности материала грибка, прокладка не перекусывает стебель («пинч-эффект»).

Поршень и грибок 8 нашей камеры изготовлены из стали ШХ-15, которая подвергалась термообработке до твёрдости 60 един. RC. Из сталей ШХ-12 и ШХ-15 обычно делают детали, выдерживающие большие напряжения сжатия. Это очень твёрдые (на сжатие) и относительно хрупкие стали. Для этой же цели можно рекомендовать сталь ХВГ. Давление 15000÷17000атм является, по-видимому, предельным для этих сталей.

В наших опытах мы не однократно поднимали давление до 4000атм и эффект перекусывания не наблюдали.

Следует отметить, что в движущихся уплотнениях (как, например, уплотнение поршня) трение часто очень велико; оно может быть уменьшено правильным выбором материала уплотнения правильным выбором материала уплотнения или применением очень тонкого уплотнения. Бомба закрывается снизу пробкой 3, которая зажимается гайкой 9. Пробка уплотняется прокладками из резины, отожженной меди и из материала бомбы. Принцип работы уплотнения этой пробки заключается в том, что рабочее (внутреннее) давление воспринимается всей площадью прокладки S_1 , а передаётся на площадь S_2 , ограниченную поверхностью соприкосновения прокладки с конусной частью пробки (угол конуса $25\div 30^0$). Вследствие этого разница между давлением в бомбе и напряжением в прокладке довольно большая. Между тем, опасность «перекусывания» отсутствует, так как прокладка свободно течёт в пространстве В между телом камеры и пробкой (см.рис.2.2).

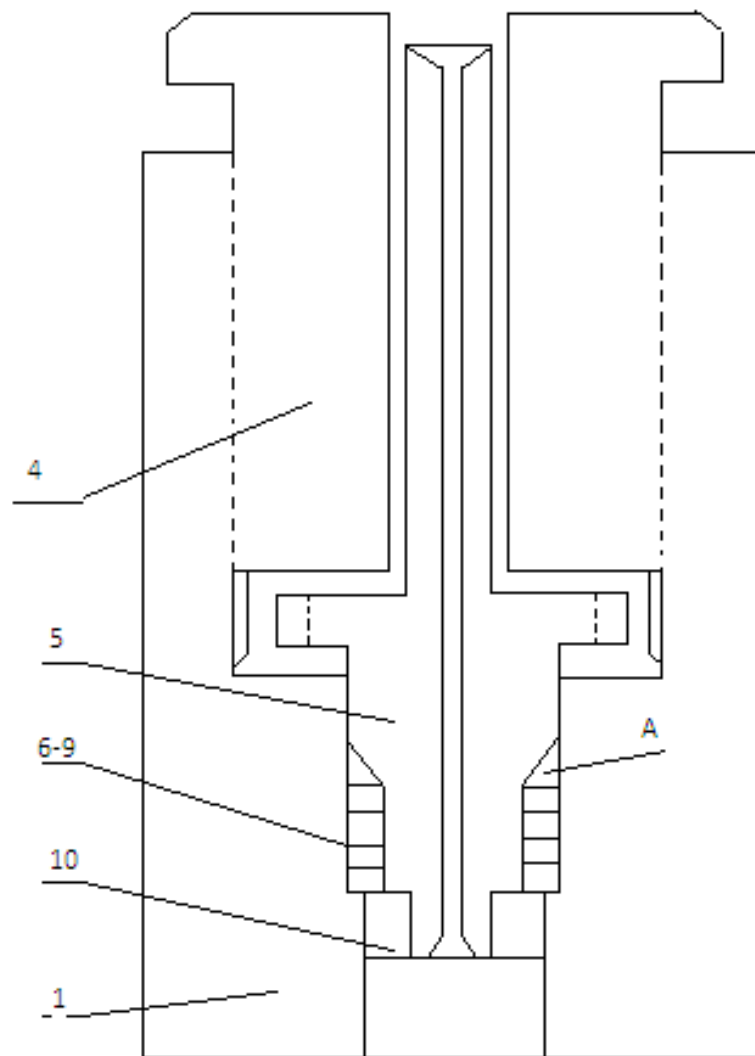


Рис.2.2

Затвор с «некомпенсированной» площадью. 1-корпус, 4-гайка, 5-головка, 6-9-уплотнительные кольца, 10-вытяжное кольца.

Пробка имеет сквозное отверстие $\varnothing 1$ мм для электровводов. Отверстие несколько расширяется к выходу вовнутрь камеры и имеет вид обёрнутого конуса. Электровводы уплотнялись посредством заполимеризованной эпоксидной смолы (который для склеивания металла, керамики, древесины, декоративно-облицора и для заделки трещин раковин. Диаметр рабочего канала бомбы составлял 8мм, высота при максимальном давлении около 20мм, внешний диаметр корпуса 70мм.

Описная камера использовалась нами при измерениях электропроводимости от давления и при фотоэлектрических исследованиях. Ферромагнитная природа стали не даёт возможности проводить работы по измерению магнитных свойств при высоких давлениях.

Как уже отмечалось, бериллиевая бронза и нержавеющая сталь является превосходными материалами для изготовления камер высокого давления для измерений в магнитных полях. Они имеют приблизительно одинаковый коэффициент теплового расширения [8] и обладают превосходными свойствами при низких температурах.

Однако, наиболее употребительным немагнитным материалом является сплав 12атом.% бериллия с медью (или 2,1% -весов БрБ2) который упрочняется выдержкой при 325°C до твёрдости около 40 RC при допустимых напряжениях более 10000 кг/см^2 . Бериллиевые бронзы [27] характеризуется чрезвычайно высокими пределами упругости, временным сопротивлением, твёрдостью коррозионной стойкостью в сочетании с повышенными сопротивлениями усталости, ползучести и износу. Бериллиевая бронза обладает благоприятными низкотемпературными свойствами, растут с понижением температуры. Этот сплав остаётся пластичным до очень низких температур. Некоторым недостатком бериллиевой бронзы является то, что она обладает относительно низким модулем упругости (модуль Юнга – $E=1,38 \cdot 10^6 \text{ кг/см}^2$ и коэффициент Пуассона 0,57). Сюда же можно отнести токсичность бериллия, что вынуждает принимать соответствующие меры

предосторожности при изготовлении камеры. Несмотря на это, она ещё пока остаётся самым подходящим материалом для указанных выше целей.

Для проведения измерений гальваномагнитных эффектов в SiMn в условиях высокого давления была изготовлена камера высокого давления из бериллиевой бронзы марки Бр-Б2(двойная бериллиевая бронза с содержанием в среднем 2,0%Be) , которая позволяла получать давления при комнатной температуре до 7000атм. Камера автономна, закрепление высокого давления осуществляется механически. Разрез камеры приводятся на рис. 2.4. Принципиально конструкция камеры не сильно отличается от конструкции описанной выше стальной камеры. Конструкция пробки 1 (рис 2.4) несколько проще, и пробка имеет несколько меньшие размеры.

Диаметр рабочего канала бомбы 6 мм, высота при максимальном давлении примерно 20 мм, внешний диаметр корпуса 32 мм. Все части камеры (за исключением уплотняющих колец) изготовлены из одного материала – бериллиевой бронзы Бр-Б2. В этом варианте бомбы можно было бы существенно увеличить предельное давление путём предварительной прессовки канала бомбы и за счёт усиления корпуса бомбы внешней поддержкой, однако, подводил поршень. Дело в том, что одним из существенных вопросов при создании камеры является проблема поршня(поршень из бериллиевой бронзы при комнатных температурах под действием определённого напряжения сжатия в зависимости от твёрдости на сжатие состава) пластически деформируется (образует бочку) и не может быть использован при больших давлениях. Увеличение процентного содержания бериллия существенно повысит её твёрдость и предел упругости. Имея бериллиевую бронзу с большим процентным содержанием бериллия (4,2÷4,5 весов %) можно было получить существенно большие давления. Внешний вид установки всестороннего гидростатического сжатия изображён на рис 2.3



Рис.2.3 внешний вид установки всестороннего гидростатического сжатия

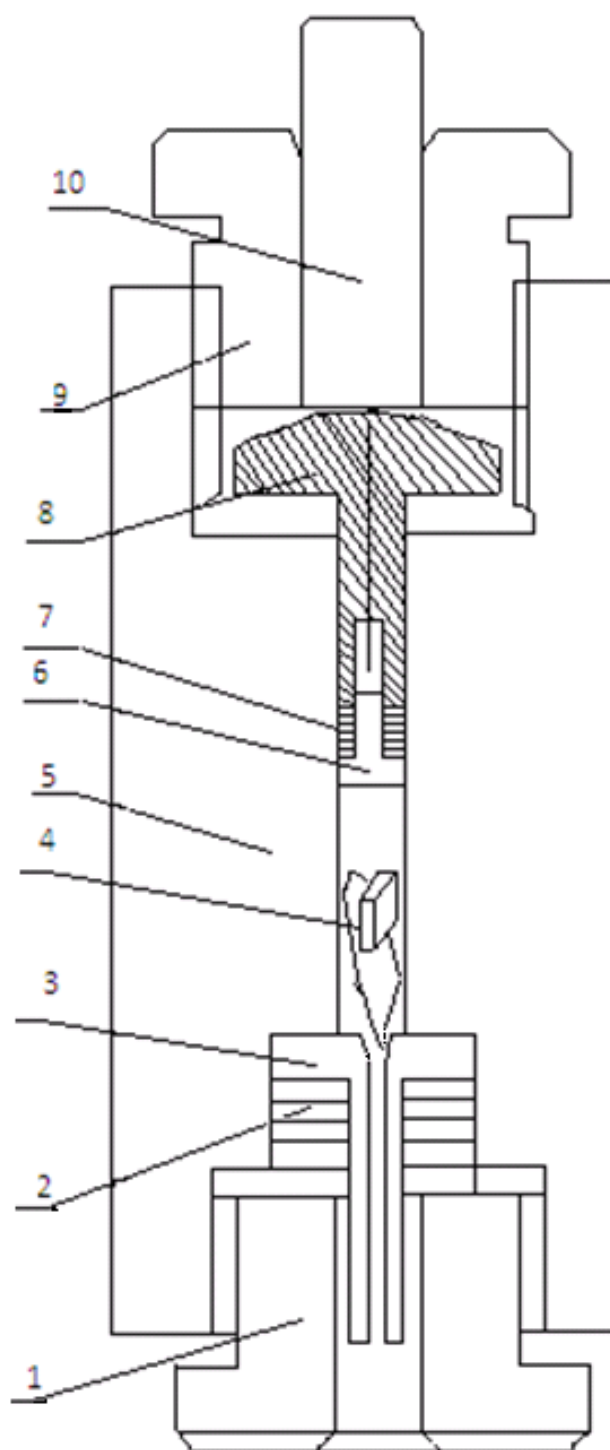


Рис.2.4

Камера высокого давления из Бр-Б2 для измерений гальваномагнитных эффектов. 1-гайка, 2-уплотнительное кольцо, 3-головка, 4-образец, 5-корпус, 6-корпус (грибовидная),7-уплотнительные кольцо, 8-плунжер, 9-гайка, 10-шток.

Расположение печки в верхней части рабочего объема, ее всесторонняя теплоизоляция. Создание и снятие давления осуществлялось со скоростью $2 \cdot 10^7$ Па/с. После давления образцы протирались кипячёной водой и промывались мылом. Холловские измерения проводились при комнатной температуре до и после каждого этапа сжатия, для чего образец вынимался из установки.

2.3 Установки гидростатического давления.

Основным методом получения гидростатического давления является использование системы цилиндр-поршень (рис. 2.4). Движущийся под внешним усилием, например гидравлического пресса, поршень 1 уменьшает объем V среды 2 и создает тем самым давление в цилиндрической камере. Так как в объеме V находится жидкость под высоким давлением, то необходимо предотвратить ее просачивание между стенкой цилиндра и поршнем. Запирание жидкости легко осуществить остроумным способом, предложенным родоначальником современной физике высоких давлений американским физиком П.У. Бриджменом.[2] Суть способа состоит в следующем: в твердой прокладке 3 (рис. 2.5) за счет меньшей по сравнению с диаметром поршня 1 площадью опоры автоматически создается более высокое давление, чем в жидкости. Для этого поршень делается составным: со стороны высокого давления имеется отдельная, похожая на грибок часть 4; длина ножки грибка с надетой на нее прокладкой делается меньше, чем глубина соответствующего отверстия в основной части поршня. Способ так и называется - принцип некомпенсированной площади.

Максимальное значение давления зависит от прочности узлов камеры и особенно цилиндра. Прочность может быть увеличена за счет предварительного сжатия и изготовления всех частей (за исключением прокладок 3) из специальных сталей и сплавов с высоким пределом прочности.

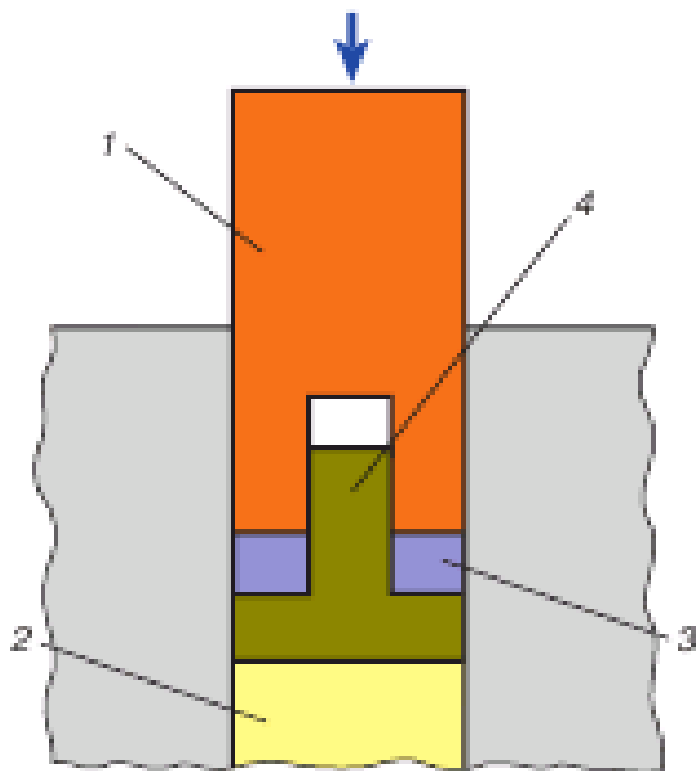


Рис.2.5 Схема цилиндр поршень с уплотнением Бриджмена: 1-поршень, 2-среда в которой создаётся давление, 3-прокладка, 4-нижняя часть поршня грибовидной формы - грибок.

В такой камере можно измерять объемную сжимаемость, то есть изменение объема, помещенного внутрь вещества, при повышении давления на единицу. Для этого надо знать смещение поршня и значение давления. Давление можно определить по соотношению площадей поршня камеры и поршня пресса, зная давление в цилиндре пресса, измеряемое обычным манометром. Однако даже у специальных материалов при давлении $p > 1$ ГПа наступает существенная деформация, что приводит к возникновению трения между стенками цилиндра и движущимися деталями. Часть внешнего усилия расходуется на преодоление силы трения, и измерение давления по соотношению площадей оказывается неверным. Поэтому для измерения давления используются манометры. Самый распространенный манометр в области гидростатики - катушка из манганиновой (медно-марганцевый

сплав) проволоки. Электросопротивление проволоки зависит от давления - пропорционально относительному изменению.

Для измерения различных физических величин в камеру вводят электроконтакты, делают в ней окна и вводы для разного рода излучений. В камерах высокого гидростатического давления можно изменять и температуру в пределах от + 500⁰С и до температуры вблизи абсолютного нуля. Гидростатическое давление в последнем случае получается и фиксируется (закрепляется) при комнатной температуре и сохраняется при охлаждении. В области квазигидростатики существует несколько существенно различающихся методов создания давления. Кратко расскажем о трех из них, получивших широкое распространение. Первый метод (разработанный учеными США) основан на использовании некоего подобия системы поршень-цилиндр (рис. 2.6). Имеются два конических поршня 1, входящие с противоположных сторон в кольцо[28] (пояс-белт) 2, в которое выродился цилиндр. Пластичная твердая среда 3 для передачи давления вместе с образцом 4 помещается в этот цилиндр. Для запираания среды между поясом и поршнями применяется специальное уплотняющее вещество. Все основные части камеры находятся при нормальном давлении в состоянии сильного упругого сжатия, создаваемого внешними стальными кольцами (поддержками). При нагрузке поршней они, а следовательно, и пояс 2 могут расширяться почти до двойной предельной величины и максимальное давление сильно повышается. Для изготовления поршней (пуансонов) используются твердые сплавы (например, на основе карбида вольфрама) с очень высоким предельным напряжением сжатия. Часто пластическая среда выбирается так, чтобы у нее был большой коэффициент трения (например, минерал пирофиллит), тогда она, вытекая через зазор между пуансоном и кольцом, создает им поддержку и уплотняет камеру. Основным методом получения гидростатического давления является использование системы цилиндр – поршень (рис. 2.5). Движущийся под внешним усилием, например гидравлического пресса, поршень 1 уменьшает объем V среды 2 и создает

тем самым давление в цилиндрической камере. Так как в объеме V находится жидкость под высоким давлением, то необходимо предотвратить ее просачивание между стенкой цилиндра и поршнем. Запирание жидкости легко осуществить способом, предложенным родоначальником современной ФВД американским физиком П.У. Бриджменом. Суть способа состоит в следующем: в твердой прокладке 3 (рис. 1) за счет меньшей по сравнению с диаметром поршня 1 площадью опоры автоматически создается более высокое давление, чем в жидкости. Для этого поршень делается составным: со стороны высокого давления имеется отдельная, похожая на грибок часть 4; длина ножки грибка с надетой на нее прокладкой делается меньше, чем глубина соответствующего отверстия в основной части поршня. Способ так и называется – принцип некомпенсированной площади. Максимальное значение давления зависит от прочности узлов камеры и особенно цилиндра. Прочность может быть увеличена за счет предварительного сжатия и изготовления всех частей (за исключением прокладок 3) из специальных сталей и сплавов с высоким пределом прочности. Для измерения различных физических величин в камеру вводят электроконтакты, делают в ней окна и вводы для разного рода излучений. В камерах высокого гидростатического давления можно изменять и температуру в пределах от $+ 500^{\circ} \text{C}$ и до температуры вблизи абсолютного нуля. Гидростатическое давление в последнем случае получается и фиксируется (закрепляется) при комнатной температуре и сохраняется при охлаждении. В области квазигидростатики существует несколько существенно различающихся методов создания давления. Для измерения давления в квазигидростатических камерах наиболее распространен следующий прием. Отмечают скачки электросопротивления образцов, находящихся в камере, обусловленные полиморфным превращением. Однако обычно при некотором давлении происходит перестройка взаимного расположения атомов решетки с одновременным

изменением межатомных расстояний (плотность меняется скачкообразно). Твердое тело с новым расположением атомов (с новой структурой) обладает и новыми, зачастую кардинально отличающимися свойствами по сравнению с исходной структурой. Так, например, слоистая структура одной из модификаций углерода – графита определяет его металлические и смазочные свойства. Получающийся при полиморфном превращении алмаз имеет структуру с пространственно симметрично расположенными четырьмя жесткими связями, обуславливающими твердость и диэлектрические свойства. Основной задачей ФВД и является поиск новых и важных превращений веществ. Основной метод определения структуры и сжимаемости фаз высокого давления – это рентгеноструктурный анализ (РСА). В этом методе дифракция рентгеновских лучей и расстояние между атомами в решетке – величины примерно одного порядка) используется для определения взаимного расположения и расстояний между атомами в решетке. В качестве примеров полиморфных превращений у диэлектриков рассмотрим переходы у воды (льда). Если сжимать лед при определенной температуре, то на плавной кривой зависимости объема от давления увидим скачки объема. Зависимости давлений переходов P от температуры T называются T — P (фазовой) диаграммой, линии которой суть границы соответствующих фаз, а области, ограниченные этими линиями, суть области стабильности этих фаз.

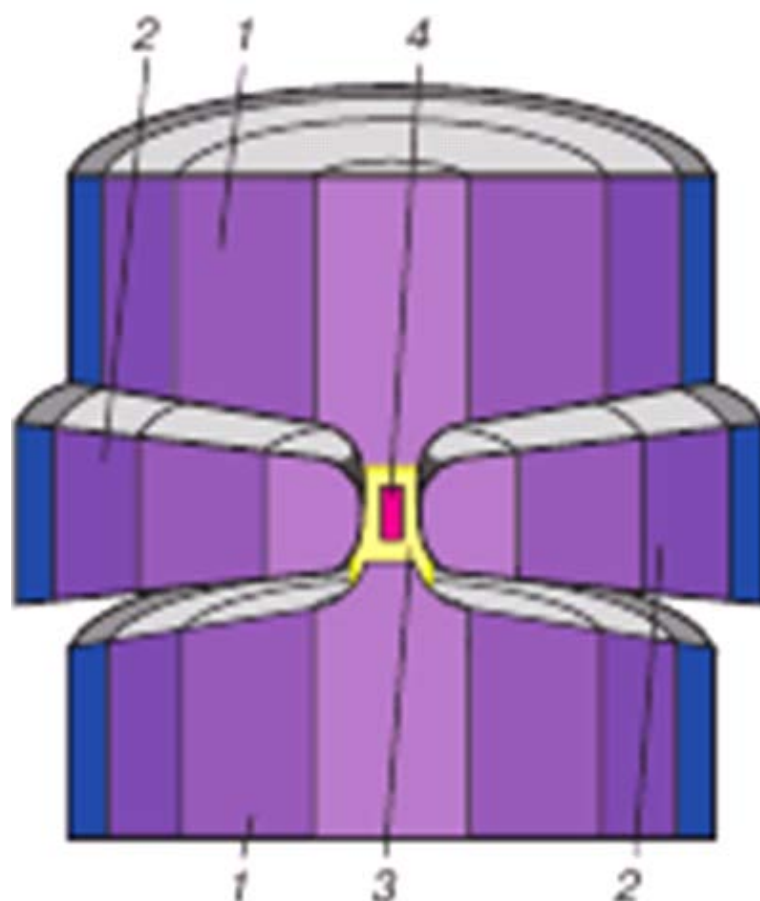


Рис.2.6 Установка «белт»: 1-поршни (пуансоны) с поддержками, 2- кольцо поддержками, 3-среда в которой создается давление, 4-образец.

В отличие от белта (объемная камера) Бриджмен еще ранее применил для получения квазигидростатических давлений два усеченных конуса (наковальни) из твердых сплавов с большим углом при вершине. Давление возникает в тонком слое среды, находящемся между рабочими торцами конусов. Среда и запирающие играют ту же роль и имеют тот же состав, что и у белта. Тонкий образец или пленка помещаются между двумя пластинками среды.

Третий тип камеры разработан Л.Ф. Верещагиным и его сотрудниками. Это объемная камера, однако без пояса. Ее легче всего представить в виде наковален из твердого сплава со сферическими лунками на рабочих торцах. Лунки достаточно глубоки, в их центре помещается исследуемый образец, окруженный твердой средой для передачи давления. Самым распространенным веществом такого рода является хлористое серебро,

дающее достаточную гидростатичность. В остальной части лунки находится запирающая среда - пирофиллит (рис.2.7). Камеры такого типа позволяют получать давление до 10,0-20,0 ГПа. В объемных квазигидростатических камерах можно расположить внутренний нагреватель, поэтому их используют для превращений вещества под давлением, например при синтезе искусственных алмазов и других важных материалов (нагрев ускоряет превращение). Усилие к таким камерам создается гидравлическими прессами.

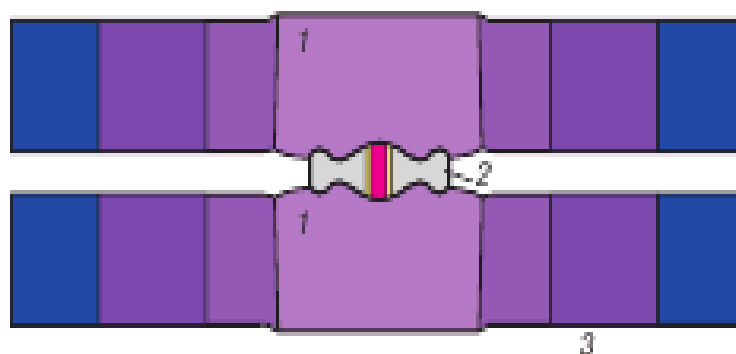


Рис.2.7 Камера Верещагина с тороидом: 1-пуансоны; 2-тор лунка образцом в центральной части; 3-поддержки.

Камеры всех трех типов применяются для исследований, в них можно измерять электросопротивление, магнитную восприимчивость, вводить и выводить разного рода излучения. Миниатюрные камеры Бриджмена и Верещагина охлаждают до $T = 4,2$ К.

Для измерения давления в квазигидростатических камерах наиболее распространен следующий прием. Отмечают скачки электросопротивления образцов, находящихся в камере, обусловленные полиморфным превращением. В качестве образцов (реперов) чаще всего используют металлы. Давления, при которых происходят превращения, заранее известны. Их определяют специальными способами. Одновременно с фиксацией превращения с помощью пресса измеряется сила, приложенная к камере. Сила измеряется манометром пресса. По полученным данным строят зависимость силы от давления в камере.

Давление выше 100 ГПа получают с помощью алмазных камер высокого давления, разработанных американским физиком Мао (1976). Ему принадлежит рекорд - 270-280 ГПа.

В камере (рис.2.8) используются алмазы ювелирной огранки 1-2 с плоской площадкой 3. Чтобы избежать раскалывания алмазов применяется металлическая прокладка 4 с цилиндрическим отверстием 5. В таких камерах измеряют все виды излучения и электросопротивления в широком интервале температур. Усилие создается с помощью рычагов или гаек. На рис.2.8 изображена главная часть камеры. Измерение давления осуществляется с помощью спектра люминесценции рубинового кристалла.

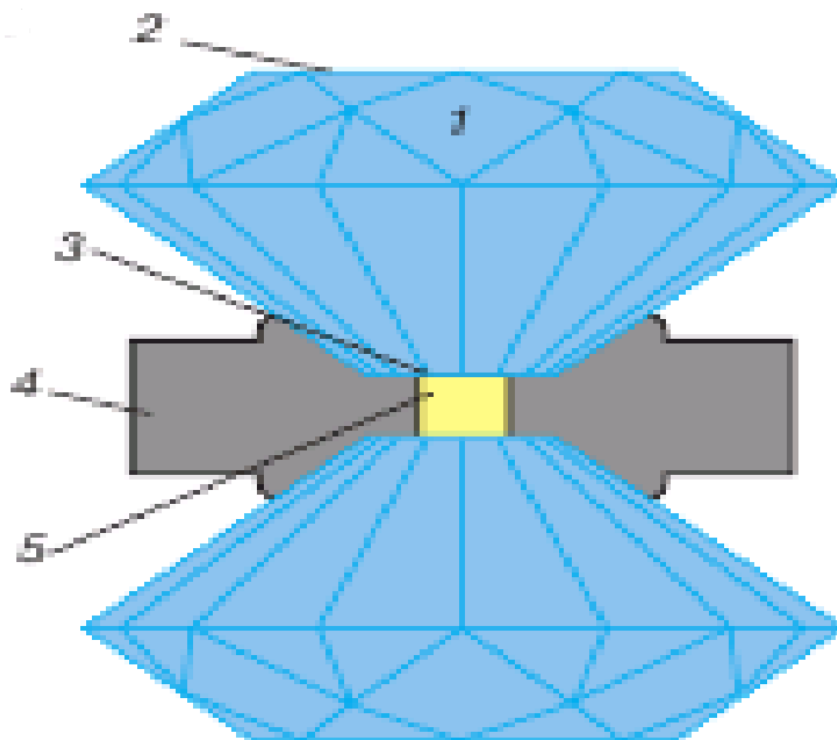


Рис.2.8 Алмазная камера высокого давления: 1-алмазные наковальни с плоской площадкой (калеттой), 2-основание наковальни, 3-калета, 4-металлическая прокладка, 5-пространство для образца.

Основной деталью алмазной камеры являются алмазные наковальни. Для их изготовления используются как природные, так и искусственные алмазы без видимых дефектов. При этом для спектроскопии комбинационного рассеяния (рамановской) подбираются алмазы без люминесценции, а для инфракрасной спектроскопии пригодны только безазотные алмазы. Поскольку алмазы II типа крайне редки в природе (не более 2 % от общего числа), для изготовления алмазных наковален широко используются алмазы искусственные. Кроме того, считается, что наковальни из искусственных алмазов, свободных от внутренних напряжений и дефектов, отличаются большей долговечностью. Кристаллографическая ориентировка алмаза наковальни также играет существенную роль: в силу совершенной спайности алмаза по октаэдру наибольшую устойчивость демонстрируют наковальни, рабочая площадка которых параллельна плоскости [15].

Огранка алмазных наковален во многом сходна с огранкой обычных ювелирных алмазов. Из всех её деталей наибольшее влияние на диапазон давлений, доступных для наковальни, оказывает диаметр рабочей площадки или калетты (англ. *culet*). Чем меньше эта величина, тем большие давления могут быть созданы наковальней без риска её разрушения. Так, для создания давлений до 20 ГПа используются наковальни с диаметром калетты 0,6—0,8 мм, тогда как для генерации давлений, превышающих 100 ГПа, диаметр калетты не должен превышать 0,1—0,2 мм.

Отдельным достижением в дизайне алмазных наковален является технология подведения электродов к рабочей площадке. Для этого на поверхность алмаза методом литографии наносится тонкий слой металла заданной конфигурации. Затем происходит наращивание алмаза путём эпитаксиального роста из газовой фазы. Полученный слой толщиной в несколько десятков микрон покрывает металлические электроды, «запечатывая» их внутри наковальни. Модифицированные таким образом наковальни используются в экспериментах по изучению таких физических

свойств, как электрическое сопротивление и магнитная восприимчивость, а также для нагрева образца.

Следует отметить, что алмаз — не единственный материал, пригодный для изготовления наковален ячеек высокого давления. На сегодняшний день известен ряд альтернативных материалов, хоть и уступающих алмазу по диапазону достижимых давлений, но гораздо более дешёвых. Наиболее широкое распространение среди них получили синтетический сапфир, муассанит и фианит.

Алмазную камеру высокого давления применяют в исследованиях свойств материалов (изменения в кристаллической решетке, измерение электропроводности, появление свойств проводника или полупроводника и др.) под действием высоких давлений (например, металлического водорода, прозрачного натрия, атомарного азота и др.)

Глава III Метод измерения давления.

Методы измерения давления во многом определяют как принципы действия, так и конструктивные особенности средств измерений. В этой связи в первую очередь следует остановиться на наиболее общих методологических вопросах техники измерения давления.

Давление, исходя из самых общих позиций, может быть определено как путем его непосредственного измерения, так и посредством измерения другой физической величины, функционально связанной с измеряемым давлением.

В первом случае измеряемое давление воздействует непосредственно на чувствительный элемент прибора, который передает информацию о значении давления последующим звеньям измерительной цепи, преобразующим ее в требуемую форму. Этот метод определения давления является методом прямых измерений и получил наибольшее распространение в технике измерения давления.

На нем основаны принципы действия большинства манометров и измерительных преобразователей давления.

Во втором случае непосредственно измеряются другие физические величины или параметры, характеризующие физические свойства измеряемой среды, значения которых закономерно связаны с давлением (температура кипения жидкости, скорость распространения ультразвука, теплопроводность газа и т. д.). Этот метод является методом косвенных измерений давления и применяется, как правило, в тех случаях, когда прямой метод по тем или иным причинам неприменим, например, при измерении сверхнизкого давления (вакуумная техника) или при измерении высоких и сверхвысоких давлений.

Давление является производной физической величиной, определяемой тремя основными физическими величинами — массой, длиной и временем. Конкретная реализация значения давления зависит от способа

воспроизведения единицы давления. Методы определения давления, основанные на измерении указанных величин, являются абсолютными (фундаментальными) методами и применяются при воспроизведении единицы давления эталонами грузопоршневого и жидкостного типа, а также позволяют, при необходимости, производить аттестацию образцовых средств измерений.

Относительный метод измерений, в отличие от абсолютного, основан на предварительном исследовании зависимости от давления физических свойств и параметров чувствительных элементов средств измерения давления при методах прямых, измерений или других физических [12] величин и свойств измеряемой среды — при методах косвенных измерений. Например, деформационные манометры перед их применением для измерения давления должны быть сначала отградуированы по образцовым средствам измерений соответствующей точности.

Помимо классификации по основным методам измерений давлений и видам давления, средства измерений давления классифицируют по:

- принципу действия,
- функциональному назначению,
- диапазону и точности измерений.

Ещё для измерения давления используют манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры, тягонапоромеры, датчики давления, дифманометры.

В большинстве приборов измеряемое давление преобразуется в деформацию упругих элементов, поэтому они называются деформационными.

Деформационные приборы широко применяют для измерения давления при ведении технологических процессов благодаря простоте устройства, удобству и безопасности в работе. Все деформационные приборы имеют в схеме какой-либо упругий элемент, который деформируется под действием измеряемого давления: трубчатую пружину, мембрану или сильфон.

Наибольшее применение получили приборы с трубчатой пружиной. Их выпускают в виде показывающих манометров и вакуумметров с максимальным пределом измерений. В таких приборах с изменением измеряемого давления p трубчатая пружина изменяет свою кривизну. Ее свободный конец через тягу поворачивает зубчатый сектор и находящуюся с ним в зацеплении шестерню. Вместе с шестерней поворачивается закрепленная на ней стрелка, перемещающаяся вдоль шкалы. Для дистанционной передачи показаний выпускают манометры с промежуточными преобразователями с токовым и пневматическим выходом (МП-Э, МП-П), [13,14] а также с дифференциально-трансформаторными преобразователями (МЭД).

Промышленность выпускает также мембранные дифманометры с промежуточными преобразователями, имеющими унифицированные токовые или пневматические сигналы.

Для преобразования деформации мембраны в унифицированный токовый сигнал применяют также тензорезисторные промежуточные преобразователи, в которых сопротивление резистора изменяется при его растяжении или сжатии. В таких приборах тензорезистор укреплен на жесткой измерительной мембране. Деформация мембраны, пропорциональная приложенному давлению, приводит к деформации тензорезистора и изменению его сопротивления. Это сопротивление преобразуется измерительной схемой, включающей неуравновешенный мост, в выходной сигнал постоянного тока. Так как деформация жесткой мембраны мала, то применяют полупроводниковые кремниевые тензорезисторы, обладающие высокой чувствительностью.

В дифманометрах чувствительным элементом служит блок из двух неупругих мембран, соединенных между собой штоком. Смещение этого штока под действием перепада давлений приводит к изгибу рычага и деформации измерительной мембраны. Мембраны выполнены из

коррозионно-стойкого материала, что позволяет использовать дифманометр для измерений в сильноагрессивных средах.

Для измерения давления агрессивных сред применяют датчики, снабженные защитной мембраной, изготовленной, как и в дифманометрах, из коррозионно-стойкого материала. Измеряемое давление передается к измерительной мембране через силиконовое масло, которым заполнена внутренняя полость датчика.

Промышленные тензорезисторные преобразователи предназначены для преобразования давления, разрежения и разности давлений в пропорциональное значение выходного сигнала — постоянного тока.

Особенности эксплуатации приборов для измерения давления

При эксплуатации приборов, измеряющих давление, часто требуется защита их от агрессивного и теплового воздействия среды.

Если среда химически активна по отношению к материалу прибора, то его защиту производят с помощью разделительных сосудов или мембранных разделителей.

Разделительный сосуд заполняется жидкостью, инертной по отношению к материалу прибора, соединительных трубок и самого сосуда. Кроме того, разделительная жидкость не должна химически взаимодействовать с измеряемой средой или смешиваться с ней. В качестве разделительных жидкостей применяют водные растворы глицерина, этиленгликоль, технические масла и др.

В мембранном разделителе измеряемая среда отделяется от прибора мембраной с малой жесткостью из нержавеющей стали или фторопласта. Для передачи давления от мембраны к прибору полость между ними заполняют жидкостью.

Для предохранения прибора от действия высокой температуры среды применяют сифонные трубки.

Деформационные приборы требуют периодической поверки. В эксплуатационных условиях у них проверяют нулевую и рабочую точки шкалы. Для этого применяют трехходовые краны. При поверке нулевой точки прибор соединяют с атмосферой. Стрелка прибора должна вернуться к нулевой отметке. Поверку прибора в рабочей точке шкалы осуществляют по контрольному манометру, укрепляемому на боковом фланце. При пользовании краном необходимо строго соблюдать плавность включения и выключения прибора.

3.1 Измерения давления манганиновым манометром

При проведении тонких экспериментов по влиянию высокого давления существенным моментом является измерения давления. Давления до нескольких сотен атмосфер легко определяются с ошибкой менее 0,1% абсолютными манометрами типа манометра со свободным ходом поршня. При более высоких давлениях ошибки измерений возрастают и применение манометров со свободным ходом поршня нельзя считать надёжным. Это обусловлено тем, что возникают ошибки, связанные с упругим искривлением цилиндра внутренним давлением, так как изменение эффективной площади поршня трудно вычислить. Существует, правда ряд методов, с помощью которых можно свести к минимуму упругое искажение цилиндра и поршня. Но такие манометры очень громоздки, что затрудняет их использование в экспериментальной аппаратуре высокого давления.

Одним из наиболее распространённых относительных манометров является манганиновые манометры. Манганиновый манометр относится к чисто электрическим манометрам и обладает тем свойством, что его сопротивление является почти линейной функцией от давления. Отклонение показаний манганинового манометра от линейности вплоть до давлений 25000 атм составляет лишь несколько процентов. По данным работы [11], линейная зависимость с погрешностью менее, чем 0,7%, сохраняется до 1000 атм.

Если говорить о манганине то он состоит из сплава 84—86% меди, 2—3% никеля и 12—13% марганца. Цвет манганина — светло-оранжевый, плотность 8400 кг/м³, температура плавления 960°С. Достоинством манганиновых изделий является очень малая зависимость удельного электрического сопротивления от температуры, а также весьма малая термо-эдс при контакте манганина с медью (0,9—1 мкВ/°С).

Для стабилизации электрических характеристик манганиновые изделия подвергают термической обработке в вакууме при 4006°С и последующей длительной выдержке при комнатной температуре, в результате чего повышается однородность сплава и стабилизируются его свойства. Наибольшая допустимая рабочая температура для изделий из стабилизированных сортов манганина 200°С, из нестабилизированных — 60—80°С. При превышении этих температур в манганиновых изделиях происходит необратимое изменение свойств. Манганин имеет хорошие механические свойства. Предел прочности отожженного манганина равен 400—550 МПа при удлинении до 30 %. Он технологичен; хорошо поддается пластической деформации, хорошо паяется, допускает эмалирование. Манганин изготовляют в виде листов, лент, полос, проволоки.

В литературе [11,12] изучались свойства манганиновых манометров. Исследования показывают, что относительное изменение электро сопротивления манганиновой катушки при изменении давления на 1атм

$$\sigma = \frac{\Delta R}{R_0 * k} \quad (3.1)$$

зависит от её происхождения и диаметра проволоки, где R_0 – сопротивление катушки при атмосферном давлении, ΔR - изменение этого сопротивления при изменении давления на P атм. Разброс значений коэффициента давления τ для манганиновых катушек, сделанных из проволоки одного сорта, но различного диаметра, колеблется в пределах 4%. Образцы манганина разных мотков отличаются друг от друга значительно больше, и $k = 2,26 \cdot 10^{-11}$ Па коэффициент давления манганиновой проволоки. Нетрудно видеть, например, что при измерении сопротивления катушки с

относительной погрешностью $10^{-2}\%$ погрешности измерения составляет $\Delta P=20\div 25$ атм. Если измерять давление в 10000атм таким манометром, то ошибка измерения $\frac{\Delta P}{P}$ составит 0,25%, что соответствует погрешности, которую может дать манометр высокого класса с трубчатой пружиной (при значительно более низких давлениях). Манганиновые манометры миниатюрны и весьма удобны в применении. Все эти обстоятельства делают манганиновые манометры почти идеальными для использования в качестве вторичных эталонов, в особенности, при работе с автономными камерами. На графике 3.1 представлен зависимость сопротивления манганина от давления.

P(Атм)	R(Ом)
1	150
500	150,1875
1000	150,375
1500	150,5625
2000	150,75
2500	150,9375
3000	151,125
3500	151,3125
4000	151,5
4500	151,6875
5000	151,875
5500	152,0625
6000	152,25

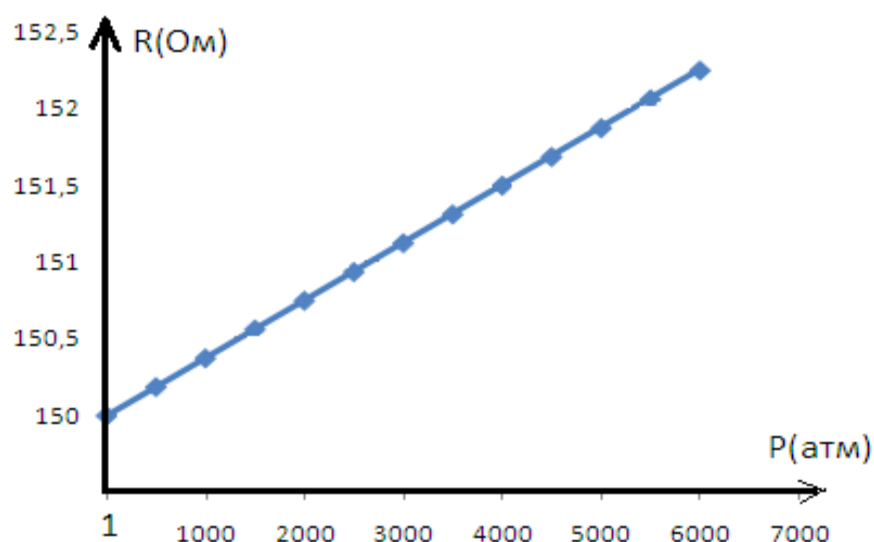


График3.1 Зависимость сопротивления манганина от давления.

Следует отметить, что коэффициент зависимости сопротивления манганиновой катушки от давления τ слабо зависит от температуры. По данным авторов (120) коэффициент давления манганина при изменении температуры на 1°C (между 0°C и $\div 95^{\circ}\text{C}$) меняется в среднем на $2,2 \cdot 10^{-2}\%$. Ицкевич [15] также приводит слабую зависимость коэффициента давления от температуры при температуре ниже комнатной. По его данным, при изменении температуры на 1°C (между 300°C и -196°C) коэффициент

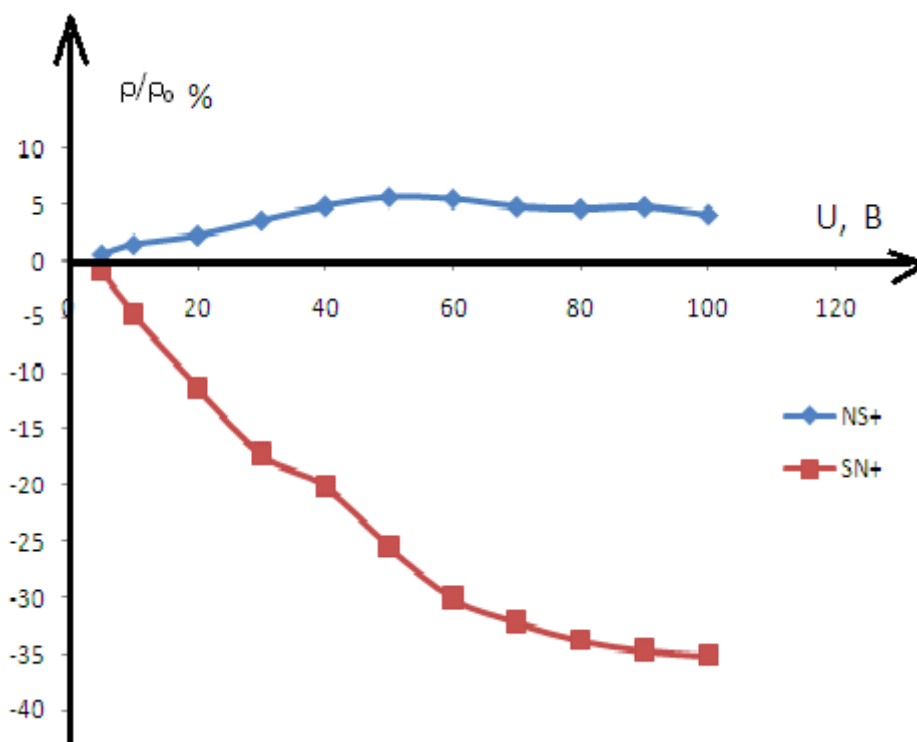
давления меняется примерно $5,5 \cdot 10^{-3}\%$ (величина коэффициента давления растёт с понижением температуры).

При точном измерении давления очень важно знать зависимость сопротивления манганиновой катушки от температуры. Нами полученные нами зависимости изменения с температурой сопротивления манганина и золото-хромового сплава. Данные для температур выше комнатной взяты из работы [6]. Поэтому для точного определения давления, как при высоких, так и при низких температурах необходимо хорошо термостатировать катушку. В смысле постоянства сопротивления с температурой золото – хромовый сплав (2,1% хрома) несколько лучше, чем манганин . Сопротивление золото-хромового сплава также изменяется с давлением почти линейно. Однако, золото-хромовый сплав примерно в три раза менее чувствителен к изменению давления чем манганин. Коэффициент давления золото-хромового сплава составляет около $0,96 \cdot 10^{-6} \text{ атм}^{-1}$ [6]. Исходя изложенного в наших опытах давление внутри камер высокого давления определялось методом сопротивления манганиновой катушки. Коэффициент давления использованных нами катушек: $\sigma = \frac{\Delta R}{R_0 \cdot P} = 2,26 \cdot 10^{-6} \text{ } 2,29 \cdot 10^{-6} \text{ атм}^{-1}$ при комнатной температуре жидкого азота, соответственно. Манганиновый манометр был предварительно градуирован при комнатной температуре до 10000 атм на установке с образцовым поршневым манометром. Измерение сопротивления манганиновой катушки, с начальным сопротивлением порядка (90÷100) Ом измерялось компенсационной схемой с потенциометром постоянного тока типа ППТВ-1 или ППТН.

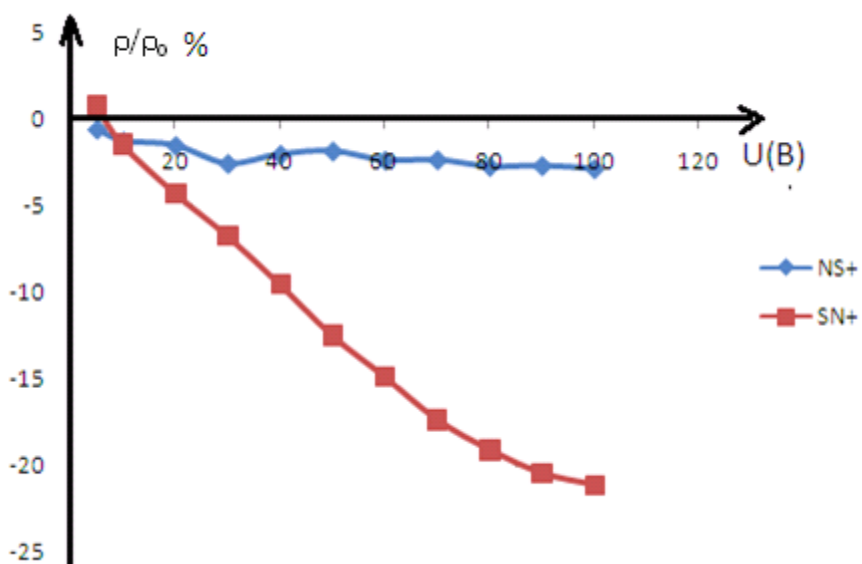
3.2 Методы измерения фоточувствительности и магнетосопротивлением Si<B,Mn>

Для исследования полупроводниковых материалов мы взяли образцы монокристаллического кремния марки КДБ-3 и легировали с примесью марганца диффузионной технологией. В итоге Si<B,Mn> материал приобрёл следующие электрофизические параметры удельное сопротивление которого

$10^2 \div 10^4$ Ом*см, фоточувствительность 50÷800% и магнетосопротивление которое представлено на графике 3.2



Первый образец



Второй образец

График 3.2 Магнетосопротивления Si<B,Mn> $\rho = 10^3$ Ом*см (до давления)

Затем образцы помещаются в камеру высокого давления и начинаем сжатие. В сжатом состоянии образцы в камере высокого давления находятся 3 часа. После этого образцы вынимаются и исследуются электрофизические параметры методом Холла. В результате сжатия образцы электрофизические параметры приведены на графике 3.3и 3.4

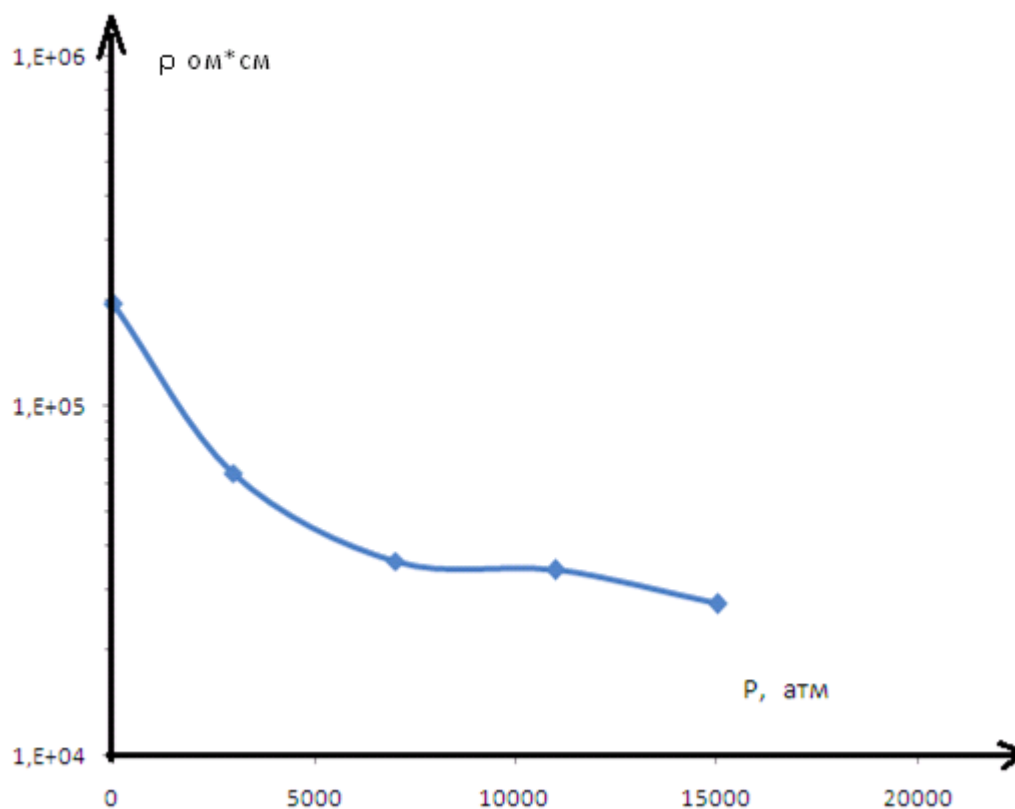


График 3 Зависимость удельного сопротивления от давления.

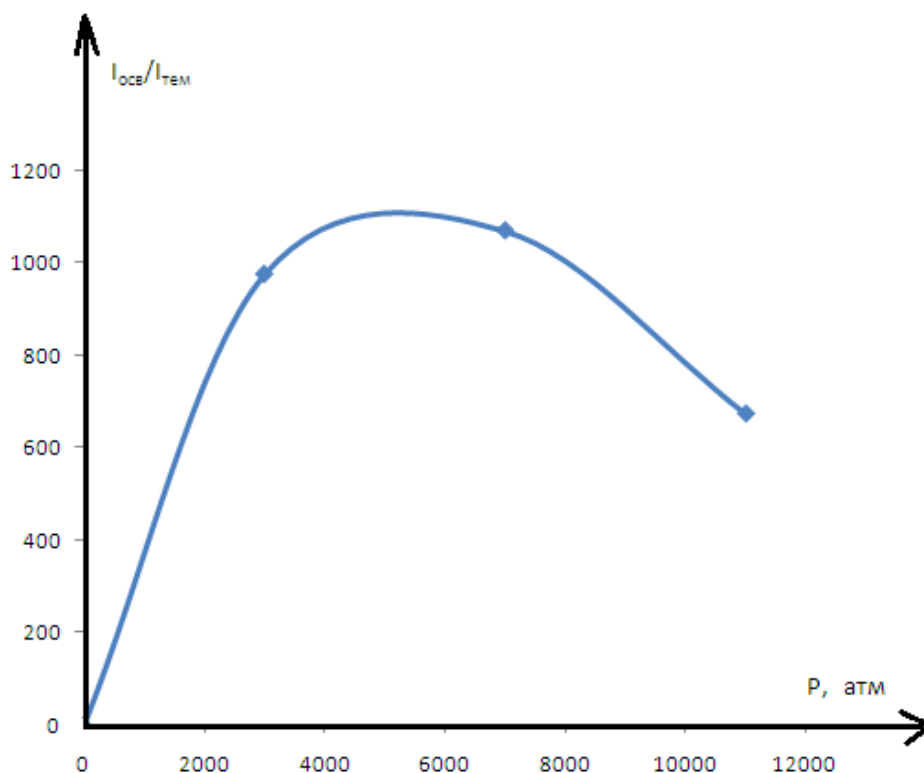
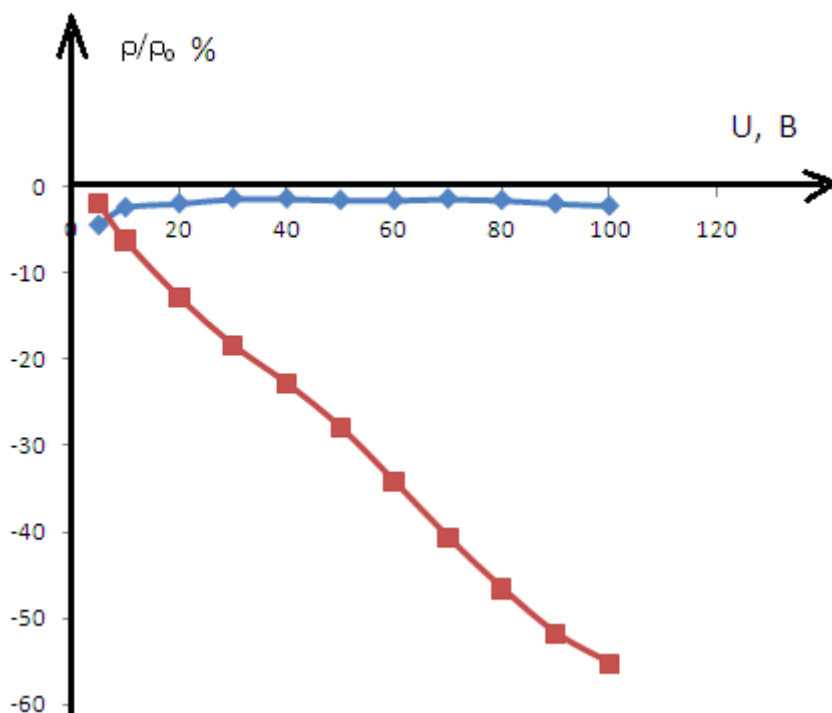


График 3.4 Зависимость фоточувствительности от давления

Как видно из графика у образцов Si<B,Mn> удельное сопротивление уменьшается, а фоточувствительность повышается. Вместе с тем и изменилось магнетосопротивление который показан на графике 3.5



Первый образец

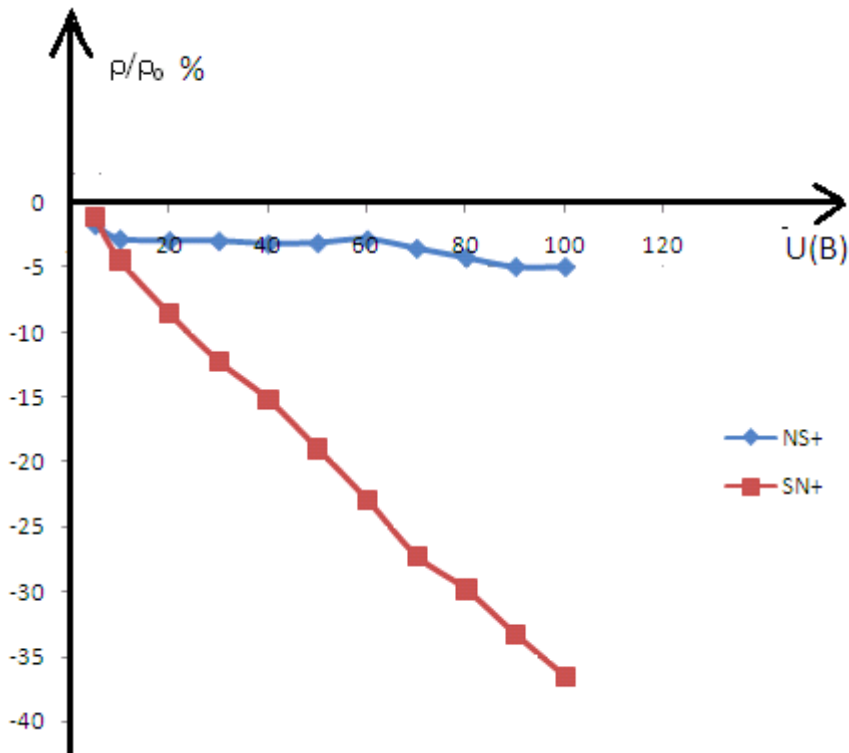


График 3.5 Магнетосопротивления Si<B,Mn> (после давления)

Из графика видно, что магнетосопротивление уменьшается, а ОМС(отрицательное магнитное сопротивление) увеличивается. ПМС(положительное магнитное сопротивление) Отсюда мы приходим к выводу, что внешнее давление изменяет электрофизические параметры полупроводниковых материалов.

В настоящее время получение совершенных полупроводниковых кристаллов с заданными электрофизическими параметрами, являются одной из наиболее актуальных проблем в технологии изготовления полупроводниковых приборов.

Как известно, при любых методах легирования полупроводников основными примесными атомами или при получении чистых кристаллов, невозможно полностью избежать возникновения неконтролируемых примесей и дефектов. Наличие таких примесей и дефектов сильно искажают

необходимые, заданные параметры получаемых полупроводниковых приборов. Существуют различные методы очистки материалов от неконтролируемых примесей, которые имеют свои преимущества и недостатки, например, при низкотемпературном отжиге, хотя и происходит отжиг неконтролируемых примесей, однако этот метод приводит к нежелательным побочным явлениям – это расплывание профиля легирования основных примесных атомов и т.д. [21].

Наши исследования влияния всестороннего сжатия на примесные состояния и Mn в кремнии показали, что воздействие всестороннего сжатия приводит к разрушению примесных скоплений и распаду отдельных атомов быстро диффундирующих примесей в объеме кремния. Данные исследования позволили установить, что всестороннее сжатие, в основном, оказывает влияние на состояние примесных атомов внедрения, если они образуют различного рода примесные преципитаты, кластеры, приводящие к образованию внутренних механических напряжений в решетке кристалла. Было показано, что для каждой примеси, зная ее энергию связи, можно подобрать определенное значение всестороннего сжатия, при котором давление будет оказывать существенное влияние именно на данную примесь, что дает возможность управления концентрацией данной примеси в объеме полупроводника. Таким образом, из результатов исследований влияния всестороннего сжатия на состояние Mn в кремнии можно сделать вывод, что с помощью всестороннего сжатия можно: управлять концентрацией

электроактивных атомов внедрения в кристалле; определить состояния примесных атомов в кристаллической решетке; получить компенсированные материалы с заданными электрическими параметрами.

На основе развитых в работе научных положений получена совокупность новых результатов, которые представляют собой весомый вклад в развитие физики полупроводников.

При этом решена важная научная проблема - исследованы особенности электрофизических и фотоэлектрических явлений(обусловленных присутствием многократно ионизированных примесных скоплений, кластеров и модуляцией зон) в сильнокомпенсированном кремнии и их проявления при деформации.

Решение этой проблемы позволило получить функциональную зависимость тензоэлектрических эффектов от степени компенсации материала, типа компенсирующей примеси и направления одноосно упругого сжатия; установить механизм тензоэлектрических эффектов в сильнокомпенсированном кремнии. Важной особенностью механизма тензоэлектрических эффектов является изменение средней высоты случайного потенциального рельефа, приводящее к изменению генерационно - рекомбинационных процессов и электропроводности в сильнокомпенсированном кремнии при упругом сжатии. Совокупность полученных результатов позволяет сформулировать новое научное направление в области физики полупроводников –«Тензоэлектрические

свойства полупроводников в условиях сильной компенсации и приборы на их основе».

Измерения давления и вызываемых им эффектов, то здесь технические трудности почти целиком связаны с деформациями аппарата, вызываемыми самим давлением. В диапазоне нескольких сот атмосфер, который долгое время оставался главной областью исследований, деформация аппарата не оказывала серьезного влияния на точность измерения давления, так как давление можно было измерять ртутным манометром. время оставался главной областью исследований, деформация аппарата не оказывала серьезного влияния на точность измерения давления, так как давление можно было измерять ртутным манометром. Но даже в этом диапазоне сравнительно низких давлений деформация материалов существенным образом сказывалась на точности измерения таких чувствительных параметров, как сжимаемость жидкостей. В "пьезометрах", устроенных по принципу термометра, сжимаемость определялась по смещению уровня жидкости в капилляре при воздействии давления на баллон. При таких условиях поправка на деформацию пьезометра составляет весьма заметную долю полного эффекта. К тому же погрешности в измерении сжимаемости сказывались на результатах измерения давления, т.к. при высоких давлениях, достижимых с открытым ртутным манометром, становится существенной поправка на сжимаемость ртути. Первый шаг к устранению такого рода неопределенностей в измерении давления сделал Амага, применивший

манометр со "свободным" поршнем. Такой манометр требует величайшей точности изготовления. Поршень должен быть так подогнан, чтобы не было ни заметной протечки, ни заметного трения. При использовании такого манометра давление определяется по полной силе, с которой жидкость, находящаяся под давлением, выталкивает поршень. Давление в работе Амага не превышало 3000 атм. (При таких давлениях поправки на деформацию манометра не очень значительны и могут быть с хорошей точностью вычислены на основе теории упругости, ныне хорошо разработанной.)

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработана и создана установка всестороннего гидростатического сжатия для исследования электрофизических, гальваномагнитных, емкостных, оптических свойств полупроводников под давлением.

2. Исследовано влияние всестороннего гидростатического давления на Si<Mn> в интервале давлений $X=10^5 \div 10^6$ Па

Таким образом, из результатов исследований влияния всестороннего сжатия на состояние Mn в кремнии можно сделать вывод, что с помощью всестороннего сжатия можно:

3.управлять концентрацией электроактивных атомов внедрения в кристалле;

4.с помощью установки гидростатического давления можно изменять свойства наноразмерных кластеров;

5.получить компенсированные материалы с заданными электрическими параметрами.

6. исследовано влияние всестороннего давления на состояния кластеров примесных атомов и исследовано фотоэлектрические, магнитные свойства под всесторонним давлением

7.Выяснилось, что у образцов Si<B,Mn> удельное сопротивление уменьшается, а фоточувствительность повышается после давления

8. с помощью всестороннего давления мы можем управлять удельным сопротивлением кремния с марганцем.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Болтакс Б.И., Бахадырханов М.К., Городецкий С.С., Куликов Г.С. Компенсированный кремний.-Изд-во «Наука», Л. 120 с.
2. П. Бриджмен « Физика высоких давлений», 1999г
3. Свенсон К, «Физика высоких давлений» 2003г
4. Carlson R. O. Phys. Rev., 2001, vol. 104, № 4, p. 937
5. Бахадырханов М.К., Болтакс Б.И., Куликов Г.С. Диффузия, электроперенос и растворимость примеси марганца в кремнии // ФТТ, 14, с. 1671-1676.
6. «Твёрдые тела под высоки давлением» под ред В. Пола и Д. Варшаура Изд. «Мир», 2006г
7. Д.Займан «Принципы теории твёрдого тела» 2000г
8. Д.С Циклис «Техника физико-химических исследований при высоких давлениях» 2000г
9. Республиканский межвузовский сборник «Актуальные вопросы в области технических и социально-экономических наук» Часть 1 Ташкент 2013г 202-203стр.
10. Бахадырханов М.К, Рахмонов Б.Р, Бейсенова Л. А «Паметка для студента по специальности электроника» 2010г
11. Полупроводниковые тензодатчики. // Под. Ред. М. Дина; пер. с англ. М. ; Л.: Энергия, 1995. 212с.
12. Эрлер В., Вальтер Л. Электрические измерения неэлектрических величин полупроводниковыми тензорезисторами. М., "Мир", 1994. 285с.
13. М. К Бахадырханов, С.Б Исамов, Н. Ф Зикриллаев «Моделирование и технология» журнал 2012г том41 №6 433стр.
14. М. К Бахадырханов, С.Б Исамов, Х. М Илиев «Неорганические материалы»журнал 2012г том 48 №3
15. Ицкевич Е.С «Физика высоких давлений» 1997г
16. А Данилович «Давление, его влияние на вещество и его свойства» 2008г

- 17.К. В Шалимова «Физика полупроводников» 2005г., 317стр
- 18.Н.Б.Бранд, А.К. Томащук «Сверхпроводимость при высоких давлениях»
1995г 95-125стр.
- 19.Журнал « Техника Юлдузлари» Ташкент 2012г., 3-4часть 22-25стр.
- 20.Груздев С.В., Прошин Е.М. Импульсная тензометрия. М.:Энергия, 1997.
- 21.dic.academic.ru
- 22.www.Sgyp.ru
- 23.est.-www.nrl.mavy.mie
- 24.www.alhimic.ru
- 25.foez.narod.ru/20htm
- 26.www.wikipedia.ru
- 27.www.softmetall.ru
- 28.www.webois.org.ua
- 29.www.elektrosad.ru
- 30.www.dissercat.com