

03,19

Применение TSW-метода для анализа тепловых характеристик германия

© О.В. Малышкина, О.Н. Калугина, М.Ю. Гавалян, И.А. Каплунов

Тверской государственный университет,
Тверь, Россия

E-mail: Olga.Malyshkina@mail.ru

(Поступила в Редакцию 21 апреля 2015 г.)

Показана возможность применения пирозлектрического метода исследования — метода прямоугольной тепловой волны — для анализа тепловых характеристик объемных несегнетоэлектрических материалов. Исследованы образцы поликристаллического и монокристаллического германия *n*-типа, легированные сурьмой в концентрации $3.7 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$. Установлена зависимость коэффициентов теплопроводности и тепловой диффузии (температуропроводности) от кристаллографического направления.

Работа выполнена в ЦКП Тверского государственного университета при поддержке Минобрнауки РФ в рамках реализации ФЦП „Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 гг.“ (соглашение 14.577.21.0004 RFMEF157714X0004).

1. Введение

Метод прямоугольной тепловой волны — метод TSW (thermal square wave method at single-frequency) [1–5] — изначально был разработан для анализа профиля поляризации объемных сегнетоактивных материалов в качестве альтернативы LIM-методу (the laser intensity modulation method) [6–10], позволяющему исследовать только тонкопленочные материалы. По сравнению с LIM-методом, TSW-метод имеет более простой математический аппарат. Координатные зависимости (профили) поляризации по толщине сегнетоэлектрического образца в нем рассчитываются по временной зависимости пиротока, регистрируемой с использованием аналогоцифрового преобразователя. В дальнейшем было показано, что TSW-метод позволяет анализировать состояние поляризации не только в объемных материалах и тонких пленках [4,11], но и в слоистых структурах [12], а также дает возможность оценить коэффициент тепловой диффузии (температуропроводности) тонких несегнетоэлектрических пленок, расположенных на сегнетоэлектрическом кристалле [13,14].

В настоящей работе реализовано применение TSW-метода для исследования массивных образцов материалов, не обладающих сегнетоэлектрическими свойствами, — кристаллов германия. Для германия, применяемого в электронике и оптике, важны теплофизические параметры материала [15]. Температурные ограничения применения германия (верхняя граница соответствует примерно 70°C и связана с активной генерацией собственных носителей заряда) обуславливают, с одной стороны, необходимость обеспечения хорошего теплоотвода, а с другой — оптимизацию характеристик путем регулирования состава [16].

Анализ прохождения температурной волны проведен для образцов монокристаллического (в кристаллогра-

фических направлениях [111], [110], [100]) и поликристаллического германия *n*-типа, легированных сурьмой в концентрации $3.7 \cdot 10^{14} \text{ cm}^{-3}$, с удельным сопротивлением $4 \Omega \cdot \text{cm}$.

2. Теория и методология исследования

При использовании в пирозлектрических исследованиях прямоугольно модулированного теплового потока пиротоклик однородно поляризованного сегнетоактивного материала повторяет его форму, если глубина проникновения температурной волны в образец l меньше одной трети толщины образца d , в противном случае наблюдается так называемый „пленочный“ отклик [17]. Авторы [18] отмечают, что пиротоклик повторяет форму тепловых импульсов, когда частота модуляции ($\omega = 2\pi f$) много больше обратного времени термической релаксации τ_r [19]

$$\frac{1}{\tau_r} \equiv \omega = \frac{2\alpha}{l^2}, \quad (1)$$

где α — коэффициент тепловой диффузии. В контексте формулы (1) глубина проникновения температурной волны в вещество, равная согласно [20]

$$l = \sqrt{2\alpha/\omega}, \quad (2)$$

может интерпретироваться как длина термической релаксации.

Когда на сегнетоэлектрик помещен несегнетоэлектрический материал, в начале импульса пиротоклика появляется „завал“, величина которого определяется толщиной и коэффициентом тепловой диффузии данного материала [14]. Если толщина материала много меньше толщины сегнетоэлектрика, частота модуляции теплового потока, используемого в эксперименте, может

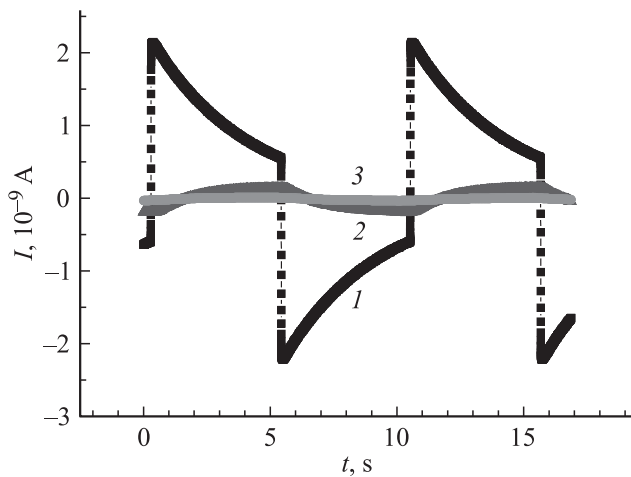


Рис. 1. Пироотклик кристалла танталата лития в случае, когда модулированный тепловой поток непосредственно воздействует на поверхность образца ТЛ (кривая 1), и при прохождении температурной волны через образец кристалла германия (2) и меди (3). Частота модуляции теплового потока $f = 0.1$ Hz.

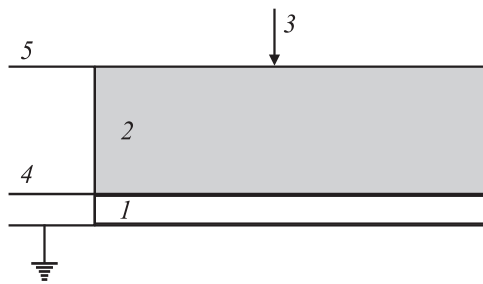


Рис. 2. Схема регистрации пироотклика. 1 — образец ТЛ, 2 — образец германия (или меди), 3 — прямоугольно модулированный луч лазера, 4 и 5 — варианты регистрации сигнала.

быть определена исходя из условия $l \leq d/3$. При анализе массивных образцов с толщиной h , большей толщины образца, необходимо выполнение условия $l > h$, т.е. чтобы длина термической релаксации температурной волны была больше толщины исследуемого материала.

В качестве примера на рис. 1 приведены пироотклики сегнетоэлектрического кристалла танталата лития (ТЛ) для случаев, когда модулированный тепловой поток непосредственно воздействует на ТЛ (кривая 1) и когда температурная волна проходит через образец кристалла германия (кривая 2) или образец сплава меди М1 (кривая 3), на частоте модуляции теплового потока $f = 0.1$ Hz. Для данной частоты длина термической релаксации кристалла ТЛ ($\alpha = 0.79 \cdot 10^{-6}$ м²/с) составляет ~ 1.5 мм для германия (расчет проведен для $\alpha = 30 \cdot 10^{-6}$ м²/с) она равна ~ 10 мм; для меди ($\alpha = 112 \cdot 10^{-6}$ м²/с [19]) — ~ 19 мм. Образец ТЛ имел толщину $d = 1$ мм, для образцов германия и меди $h = 5$ мм. На рис. 2 представлена схема регистрации пироэлектрического сигнала. Форма и величина пиро-

отклика не зависели от того, регистрировался сигнал непосредственно с верхнего электрода ТЛ (линия 4) или с поверхности образца германия (или меди) (линия 5). Согласно условию эксперимента и формуле (2), температурная волна достигала поверхности ТЛ при прохождении как через образец германия, так и через образец меди. В то же время в первом случае (рис. 1, кривая 2) величина пироотклика значительно больше, чем во втором (рис. 1, кривая 3). Величина пироэлектрического тока прямо пропорциональна изменению температуры сегнетоэлектрика, а в случае модулированного изменения температуры — мощности теплового потока, нагревающего поверхность образца. Таким образом, поскольку коэффициент теплопроводности меди ($k = 390$ Вт/м·К [21]) в несколько раз больше, чем для германия ($k \sim 60$ Вт/м·К [22]), естественно предположить, что именно величина коэффициента теплопро-

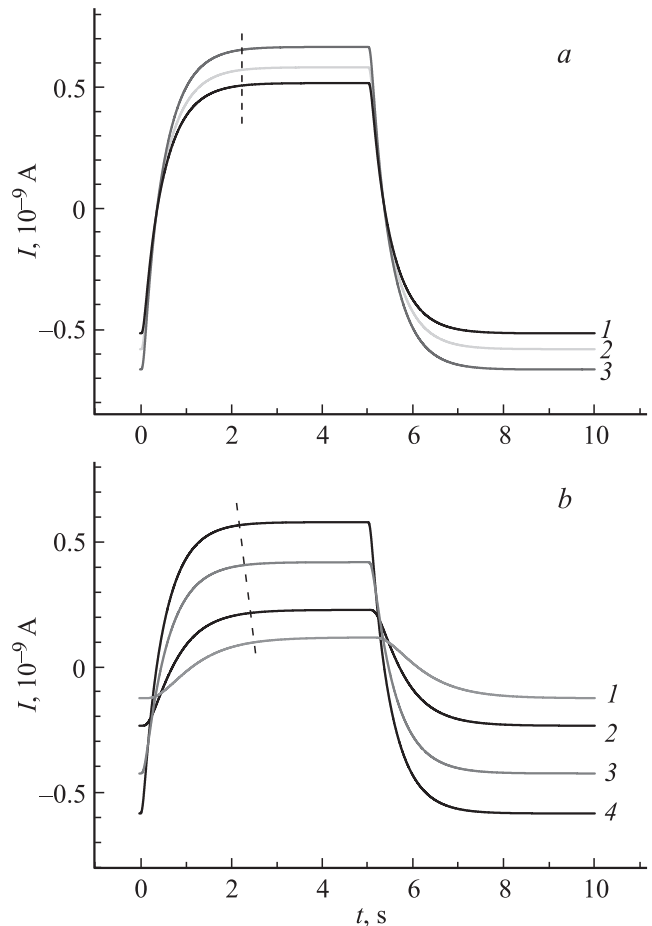


Рис. 3. Расчетные формы пироотклика ТЛ. *a* — при постоянном значении коэффициента тепловой диффузии ($30 \cdot 10^{-6}$ м²/с) и значениях коэффициента теплопроводности 70 (1), 60 (2) и 50 Вт/м·К (3). *b* — при постоянном значении коэффициента теплопроводности (60 Вт/м·К) и значениях коэффициента тепловой диффузии $5 \cdot 10^{-6}$ (1), $10 \cdot 10^{-6}$ (2), $20 \cdot 10^{-6}$ (3) и $30 \cdot 10^{-6}$ м²/с (4). Толщина образца, помещенного на ТЛ, составляет 5 мм. $f = 0.1$ Hz.

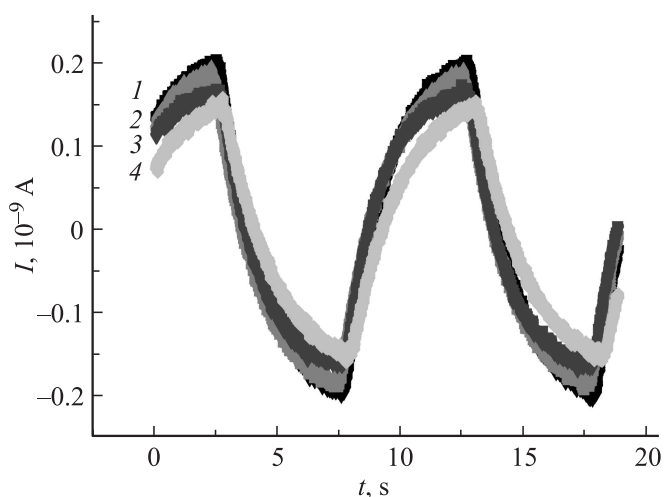


Рис. 4. Пироотклик TL, фиксируемый при прохождении температурной волны через образцы германия: 1 — поликристаллический, 2–4 — монокристаллический, кристаллографическое направление [110] (2), [111] (3), [100] (4).

водности материала, помещаемого на сегнетоэлектрик, определяет величину пироотклика последнего.

Проведем анализ формы и величины пироотклика TL в зависимости от значений коэффициентов теплопроводности и тепловой диффузии материала, через который проходит температурная волна. Для расчета пироотклика использовалась формула, полученная нами в работе [14], результат приведен на рис. 3. Из представленных расчетных форм пироотклика видно, что его значение (при прочих равных условиях) тем больше, чем меньше значение коэффициента теплопроводности (рис. 3, *a*). При уменьшении значения коэффициента тепловой диффузии имеет место обратная зависимость: величина пироотклика также уменьшается (рис. 3, *b*). В то же время если изменение значения коэффициента теплопроводности влияет только на величину пироотклика, то уменьшение коэффициента тепловой диффузии ведет также к изменению его формы: увеличивается „завал“, наблюдаемый в начале отклика (на рис. 3 отмечен пунктиром).

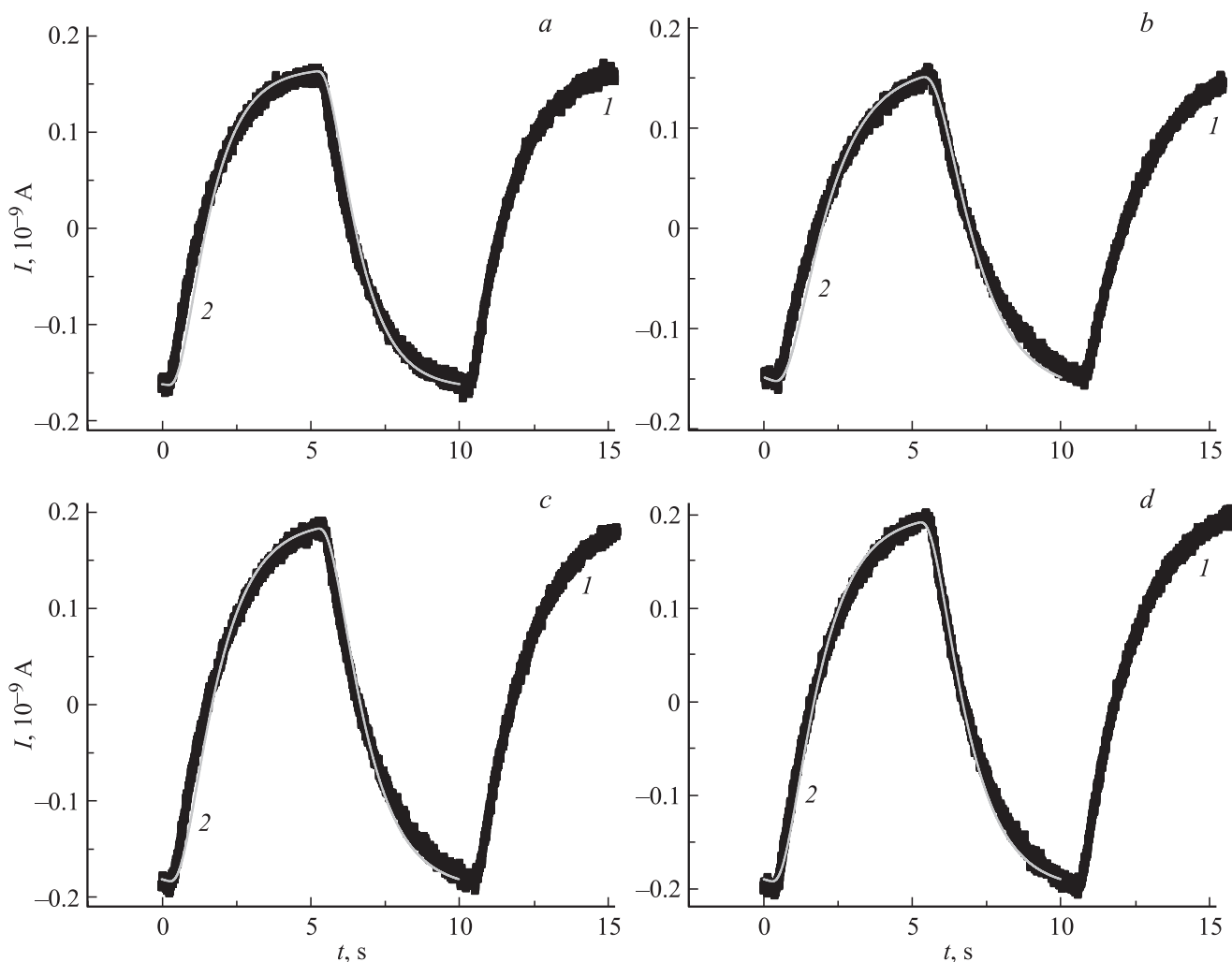


Рис. 5. Экспериментальные (1) и расчетные (2) формы пироотклика TL при прохождении температурной волны через монокристаллические образцы германия кристаллографического направления [111] (*a*), [100] (*b*), [110] (*c*). *d* — поликристаллический образец.

Теплофизические параметры германия, полученные TSW-методом

Образец германия	Коэффициент теплопроводности k , W/m · К	Коэффициент тепловой диффузии α , m ² /s
Монокристаллический, направление [111]	30	$3.5 \cdot 10^{-6}$
Монокристаллический, направление [100]	22	$2.5 \cdot 10^{-6}$
Монокристаллический, направление [110]	22	$3.0 \cdot 10^{-6}$
Поликристаллический	21	$3.0 \cdot 10^{-6}$

Наблюдаемая зависимость формы и величины пиротклика от тепловых характеристик материала позволяет при использовании описанной в работе [14] методики определения коэффициента тепловой диффузии варьировать при расчете два параметра: коэффициент теплопроводности и коэффициент тепловой диффузии.

3. Экспериментальные результаты и их обсуждение

Исследуемые образцы монокристаллического и поликристаллического германия имели размер $5 \times 10 \times 10$ mm (поверхности 10×10 mm соответствовали кристаллографическим плоскостям {111}, {110}, {100}). В качестве пироэлектрического материала использовался образец TL толщиной 1 mm и размером 10×10 mm. На рис. 4 представлены пиротклики TL, наблюдаемые при прохождении температурной волны (частотой 0.1 Hz) через образцы монокристаллического германия различных кристаллографических ориентаций, а также поликристаллического германия. Как можно видеть, величины пироткликов различны. Отсюда следует различие тепловых характеристик. Интересно отметить, что форма пиротклика отличается только в случае прохождения температурной волны через образец с ориентацией [111] (рис. 4, кривая 3): „завал“ меньше, чем у остальных, что указывает на большее значение коэффициента тепловой диффузии (ср. с рис. 3, b).

Для количественной оценки значений тепловых характеристик было проведено сравнение экспериментальных форм пироткликов с расчетными (рис. 5). Значения теплофизических характеристик, при которых расчетные формы пиротклика совпали с наблюдаемыми экспериментально, приведены в таблице. Из представленных результатов видно, что наибольшие значения как коэффициента теплопроводности, так и коэффициента тепловой диффузии кристалл германия *n*-типа с удельным сопротивлением $4 \Omega \cdot \text{см}$ имеет в направлении [111]. Для направлений [110] и [100] получены одинаковые значения коэффициента теплопроводности и незначительно различающиеся по величине значения коэффициента тепловой диффузии. В случае поликристаллического

германия величины тепловых характеристик близки к полученным в этих направлениях.

4. Заключение

В работе проиллюстрирована возможность использования пироэлектрического TSW-метода для оценки значений коэффициентов теплопроводности и тепловой диффузии материалов, не обладающих сегнетоэлектрическими свойствами.

Показано, что величина коэффициентов теплопроводности и тепловой диффузии монокристаллического германия *n*-типа, легированного сурьмой в концентрации $3.7 \cdot 10^{14} \text{ см}^{-3}$, зависит от кристаллографического направления. Максимальные значения коэффициентов наблюдаются в направлении [111]. Поскольку в поликристаллическом германии измеренная величина *k* имеет минимальное значение, можно сделать вывод, что структура также оказывает влияние на величину коэффициента теплопроводности.

Список литературы

- [1] О.В. Малышкина, А.А. Мовчикова. ФТТ **48**, 965 (2006).
- [2] О.В. Малышкина, А.А. Мовчикова, G. Suchanek. ФТТ **49**, 2045 (2007).
- [3] О.В. Малышкина, А.А. Мовчикова. ФТТ **51**, 1307. (2009).
- [4] O.V. Malyshkina, A.A. Movchikova, R.M. Grechishkin, O.N. Kalugina. Ferroelectrics **400**, 63 (2010).
- [5] О.В. Малышкина, А.А. Мовчикова. Вестн. ТвГУ. Сер. Физика **13**, 63 (2011).
- [6] S.B. Lang, D.K. Das Gupta. Ferroelectrics **39**, 1249 (1981).
- [7] S.B. Lang. Ferroelectrics **106**, 269 (1990).
- [8] B. Ploss, R. Emmerich, S. Bauer. J. Appl. Phys. **72**, 5363 (1992).
- [9] S. Bauer, S. Bauer-Gogonea. IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul. **10**, 5, 883 (2003).
- [10] S.B. Lang. IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul. **11**, 1, 3 (2004).
- [11] О.В. Малышкина. ФТТ **52**, 704 (2010).
- [12] O.V. Malyshkina, A.A. Movchikova, M.S. Shashkov, O.N. Kalugina, Yu.A. Malyshkin, V.A. Golovnin, A.V. Daineko. Ferroelectrics **439**, 95 (2012).
- [13] O.V. Malyshkina, A.A. Movchikova, O.N. Kalugina, A.V. Daineko. Ferroelectrics **424**, 28 (2011).
- [14] А.А. Мовчикова, О.В. Малышкина, О.Н. Калугина. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования **1**, 37. (2012).
- [15] Ю.М. Смирнов, И.А. Каплунов. Материаловедение **5**. 48. (2004).
- [16] I.A. Kaplunov, Yu.M. Smirnov, A.I. Kolesnikov. J. Opt. Technol. **72**, 2, 214 (2005).
- [17] О.В. Малышкина, А.А. Мовчикова, Н.Б. Прокофьева, О.Н. Калугина. Вестн. ТвГУ. Сер. Физика **7**, 48. (2009).
- [18] М. Лайнс, А. Гласс. Сегнетоэлектрики и родственные им материалы. Мир, М. (1981). 736 с.
- [19] S. Bauer, V.A. Ploss. J. Appl. Phys. **68**, 6361 (1990).
- [20] Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. Механика сплошных сред. ГИТТЛ, М. (1953). 788 с.
- [21] А.И. Пехович, В.М. Жидких. Расчеты теплового режима твердых тел. Энергия, Л. (1976). 352 с.
- [22] Р. Смит. Полупроводники. Мир, М. (1982). 558 с.