

gradienty temperatury wewnątrz stopionego wsadu, w topniku oraz w przestrzeni, w której rośnie kryształ muszą być możliwie niskie.

- Opracowany model termiczny układu pozwolił na określenie głównych czynników wpływających na warunki termiczne w obszarze wzrostu, co pozwoliło na zbudowanie rzeczywistego układu termicznego umożliwiającego otrzymywanie monokryształów GaP o średnicy 4".

LITERATURA

- [1] Staniszewski B.: Wymiana ciepła, podstawy teoretyczne, PWN, Warszawa, 1963

- [2] Marshall H. D.: Increased single crystal length in low-pressure, LEC gallium arsenide, *J. Cryst. Growth*, 109, (1991), 218 - 223
- [3] Shibata M., Suzuki T., Kuma S., Inada T.: LEC growth of large GaAs single crystals, *J. Cryst. Growth*, 128, (1993), 439 - 443
- [4] Technologia syntezy fosforu galu metodą iniekcyjną, ITME, Warszawa, 2004
- [5] Dalecki W., Orłowski W., Gładysz M., Strzelecka S., Hruban A.: Trójtlenek boru do krystalizacji materiałów półprzewodnikowych otrzymywanych metodą LEC, *Mater. Elektron.*, 4, (1997), 23 - 33

WPLYW STRUMIENIA FOTONÓW NA OBRAZY PRAŻKÓW WIDMOWYCH HRPITS DLA RADIACYJNYCH CENTRÓW DEFECTOWYCH W MONOKRYSTAŁACH KRZEMU

Roman Kozłowski¹, Paweł Kamiński¹, Jarosław Żelazko¹

Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa,
e-mail: roman.kozlowski@itme.edu.pl

Streszczenie

Określono wpływ strumienia fotonów w zakresie od $9,0 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ do $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ na kształt i rozdzielczość prążków widmowych Laplace'a oraz prążków widmowych otrzymanych za pomocą procedury korelacyjnej dla radiacyjnych centrów defektowych w próbkach Si-MCz napromieniowanych dawkami neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ i $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. Stwierdzono, że największą rozdzielczość zarówno prążków widmowych Laplace'a, jak i prążków korelacyjnych uzyskiwana jest dla małego strumienia fotonów w zakresie od $9,0 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ do $1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Dla małych strumieni fotonów najszerszy jest również zakres szybkości emisji, w którym obserwowane są prążki widmowe. Stwierdzono, że strumień fotonów wpływa na rozkład koncentracji nośników ładunku w próbce. Pełną zmianę obsadzenia centrów defektowych w obu próbkach zapewniają rozkłady koncentracji nośników ładunku dla strumienia fotonów równego $\sim 6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Na podstawie widm Laplace'a uzyskanych w wyniku analizy relaksacyjnych przebiegów fotoprądu zmierzonych dla strumienia fotonów równego $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, określono dla napromieniowanych próbek parametry centrów defektowych, zaś na podstawie widm korelacyjnych określono względne wartości koncentracji centrów w tych próbkach.

Słowa kluczowe: HRPITS, radiacyjne centra defektowe, Si

Effect of Photon flux on HRPITS spectral images for radiation defect centres in Silicon single crystals

Abstract

An effect of photon flux in the range of $9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ to $6.1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ on the shape and resolution of the Laplace spectral fringes, as well as the fringes obtained by the correlation procedure for radiation defect centres in Si-MCz samples irradiated with neutron fluences $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ and $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ has been determined. The best resolution for both the Laplace and correlation spectral fringes was obtained for the photon flux ranging from $9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ to $1.6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. For the low photon flux, there was also the widest range of the emission rate in which the fringes were observed. The full change in the occupancy of defect centres in the both samples results from the distributions of the charge carriers produced by the photon flux equal to $6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. From the Laplace spectral fringes obtained from the analysis of the photocurrent relaxation waveforms, recorded for the flux equal to $6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, the parameters of the defect centre were determined. The relative concentrations of radiation defect centres in the samples irradiated

with the both neutron fluences were determined from the correlation spectra

Keywords: HRPITS, radiation defect centres, Si

1. WSTĘP

Monokrystaliczny krzem o rezystywności w zakresie od 1 do 5 k Ω cm wykorzystywany jest do wytwarzania detektorów umożliwiających wykrywanie cząstek elementarnych o wysokich energiach powstających w wyniku zderzeń protonów. W Europie, zarówno teoretyczne jak i eksperymentalne badania tych cząstek prowadzone są w CERN w Genewie. Jednym z ważnych problemów aparaturowych występujących w badaniach eksperymentalnych jest degradacja parametrów detektorów, obserwowana w szczególności podczas eksperymentów prowadzonych przy dużych dawkach protonów, powyżej 10^{14} cm⁻². Niekorzystne zmiany parametrów detektorów występujące pod wpływem napromieniowania cząstkami o wysokiej energii spowodowane są powstawaniem radiacyjnych centrów defektowych, wprowadzających zarówno płytkie, jak i głębokie poziomy energetyczne do przerwy zabronionej. Powstające centra defektowe powodują silną kompensację ładunkową, w wyniku której rezystywność materiału po napromieniowaniu wzrasta do $\sim 10^5$ Ω cm. Metodą szczególnie przydatną do badania właściwości tych centrów jest opracowana i wdrożona w ITME metoda niestacjonarnej spektroskopii fotoprądowej (HRPITS), która w przeciwieństwie do innych metod, np. niestacjonarnej spektroskopii pojemnościowej (DLTS), jest dedykowana do badania centrów defektowych w półprzewodnikach wysokorezystywnych.

W niniejszym artykule przedstawiono wyniki badań mających na celu określenie wpływu strumienia fotonów na intensywność i rozdzielczość prążków widmowych, otrzymywanych poprzez dwuwymiarową analizę relaksacyjnych przebiegów fotoprądu realizowaną w funkcji czasu oraz w funkcji temperatury [1]. Relaksacyjne przebiegi fotoprądu, które związane są z termiczną emisją nośników ładunku z radiacyjnych centrów defektowych, analizowane są zarówno metodą korelacyjną, jak i przy zastosowaniu odwrotnego przekształcenia Laplace'a.

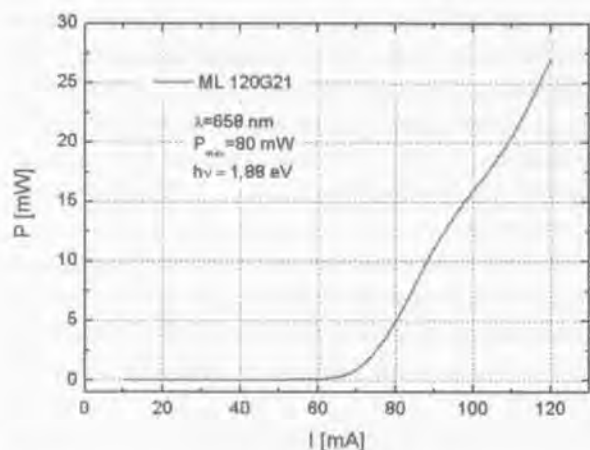
Do generacji nadmiarowych nośników ładunku zastosowano źródło fotonów w postaci diody laserowej emitującej wiązkę światła o długości fali 658 nm ($h\nu = 1,88$ eV). Moc wiązki zawierała się w zakresie od 0,04 mW do 27 mW i odpowiadała strumieniowi fotonów w przedziale od $9,0 \times 10^{15}$ do $6,1 \times 10^{18}$ cm⁻².

Badania wpływu strumienia fotonów na postać temperaturowych zmian stałych czasowych relaksacyjnych przebiegów fotoprądu przeprowadzono dla próbek pochodzących z monokryształu krzemu otrzymanego w polu magnetycznym napromieniowanych dwoma dawkami neutronów o energii 1 MeV: 3×10^{15} i 3×10^{16} cm⁻². Dla pogłębienia interpretacji wyników eksperymentalnych wykonano symulacje zależności rozkładów koncentracji nośników ładunku w próbkach w zależności od strumienia fotonów. Rozkłady te określano dla stanu ustalonego w chwili wyłączenia impulsu światła generującego nadmiarowe nośniki ładunku.

2. METODYKA BADAŃ

Do badania wpływu strumienia fotonów na rozdzielczość oraz intensywność prążków widmowych dla radiacyjnych centrów defektowych wykorzystano próbki wycięte z płytek podłożowych monokrystalicznego krzemu otrzymanego w f-mie Okmetic (Finlandia) metodą Czochralskiego z zastosowaniem pola magnetycznego. Materiał wyjściowy charakteryzował się rezystywnością 1 k Ω cm, orientacją $\langle 100 \rangle$ i grubością 300 μ m. Koncentracja atomów tlenu wynosiła 5×10^{17} cm⁻³, zaś koncentracja atomów węgla była poniżej 5×10^{15} cm⁻³. Próbki MCz Si zostały napromieniowane w reaktorze TRIGA, znajdującym się w Ljubljanie (Słowenia), dawką neutronów o energii 1-MeV równą 3×10^{15} n/cm² – próbka A, oraz dawką równą 3×10^{16} n/cm² – próbka B. Po napromieniowaniu neutronami, głównie w wyniku kompensacji swobodnych nośników ładunku przez głębokie centra defektowe powstałe w wyniku napromieniowania, rezystywność próbek MCz Si dramatycznie wzrosła i osiągnęła wartość powyżej 3×10^4 Ω cm. W celu określenia właściwości centrów radiacyjnych zastosowano metodę niestacjonarnej spektroskopii fotoprądowej o wysokiej rozdzielczości (HRPITS). Na próbki MCz Si naniesiono próżniowo warstwę glinu (Al) tworząc dwa planarne kontakty omowe o wymiarach 2×2 mm² i odstępem między nimi równym 0,7 mm. Niestacjonarne przebiegi fotoprądu rejestrowano w zakresie temperatur 30 – 320 K ze skokiem temperatury równym 2 K. Do generacji nadmiarowych par elektron-dziura wytypowano diodę laserową emitującą promieniowanie światła o długości fali 658 nm ($h\nu = 1,88$ eV), której moc promieniowania zawierała się w zakresie od 0,04 mW do 27 mW, co odpowiadało strumieniowi fotonów od $9,0 \times 10^{15}$ do $6,1 \times 10^{18}$ cm⁻²s⁻¹. Zależność mocy

promieniowania od natężenia prądu dla zastosowanej diody laserowej przedstawiono na Rys. 1.



Rys. 1. Zależność mocy emitowanego promieniowania od natężenia prądu dla diody laserowej wykorzystanej do generacji nadmiarowych nośników ładunku w próbkach krzemu napromieniowanego neutronami.

Fig. 1. Current dependence of emitted power for a laser diode used to generation of excess charge carriers in samples of neutron irradiated silicon.

Strumień fotonów zmieniano poprzez zmianę natężenia prądu diody laserowej w zakresie od 50 do 120 mA. W przypadku próbki A niestacjonarne przebiegi fotoprądu zmierzono dla czterech wartości strumienia fotonów równych: $9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, $6,8 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, $3,6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ i $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, odpowiadających wartościom mocy promieniowania diody laserowej równym: 0,04 mW, 0,3 mW, 16 mW i 24 mW, zaś w przypadku próbki B niestacjonarne przebiegi fotoprądu zmierzono dla czterech wartości strumienia fotonów równych: $1,6 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, $7,3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, $2,5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ i $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, odpowiadających wartościom mocy promieniowania diody laserowej równym: 0,072 mW, 0,325 mW, 11 mW i 27 mW. Czas trwania impulsów zapalających był równy 50 ms, zaś okres ich powtarzania wynosił 260 ms. Do próbki przyłożone było napięcie polaryzujące zmieniane w zakresie od 5 do 30 V. Pomiar niestacjonarnych przebiegów fotoprądu wykonywano za pomocą przetwornika konduktancyjno - napięciowego f-my Keithley model 428 przy wzmocnieniu w zakresie $1 \times 10^5 - 1 \times 10^7 \text{ V/A}$. W celu zminimalizowania składowej szumowej z rejestrowanych niestacjonarnych przebiegów fotoprądu uśredniano od 150 do 500 przebiegów w zadanej temperaturze.

Strukturę defektową napromieniowanych monokryształów wizualizowano za pomocą dwuwymia-

rowej procedury korelacyjnej oraz dwuwymiarowej procedury opartej na odwrotnym przekształceniu Laplace'a [1]. W przypadku procedury korelacyjnej powierzchnia widmowa tworzona jest z wielu jednowymiarowych widm korelacyjnych $S_{kg}(Tj)$ dla G różnych wartości okien szybkości emisji e_{Tg} . Podobnie jak w przypadku dwuwymiarowego widma korelacyjnego, można utworzyć dwuwymiarowe widmo Laplace'a $S_L(e_T, T)$, składające się z jednowymiarowych widm $S_{Lj}(e_T)$ otrzymanych w wyniku analizy zaników fotoprądu zarejestrowanych w J różnych temperaturach. Analiza zaników fotoprądu realizowana jest za pomocą odwrotnego przekształcenia Laplace'a z wykorzystaniem programu CONTIN, który został opracowany i udostępniony przez S. Prowenchera [2]. Parametry centrów defektowych, zarówno w dwuwymiarowym widmie korelacyjnym jak i w dwuwymiarowym widmie Laplace'a, są wyznaczone poprzez dopasowanie linii grzbietowych fałd występujących na powierzchniach widmowych za pomocą równania Arrheniusa.

Koncentrację wykrytych radiacyjnych centrów defektowych określano zgodnie z zależnością:

$$N_T = \frac{U_{cal}}{qBe_T l E} \quad (1)$$

w której q jest wielkością ładunku elementarnego, l jest szerokością kontaktu omowego, E jest natężeniem pola elektrycznego w obszarze między kontaktami omowymi, zaś e_T jest wartością szybkości emisji w temperaturze T dla wykrytego centrum defektowego. Parametr B występujący w równaniu (1) wyznaczony jest z wyrażenia:

$$B = \exp(-t_1 e_T) - \exp(-t_2 e_T) \quad (2)$$

w którym $t_1 = 1,23/e_T$ zaś $t_2 = 3t_1$. Z kolei, wartość U_{cal} występująca w liczniku równania (1) dana jest zależnością:

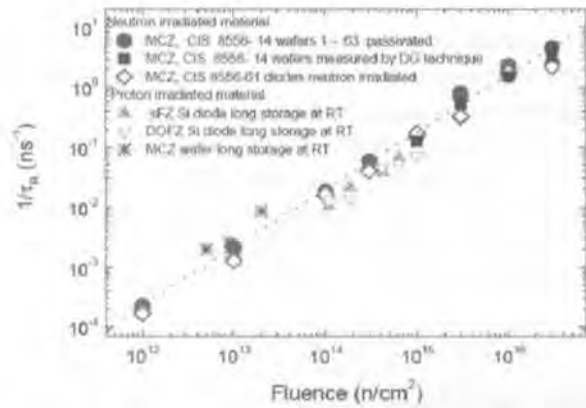
$$U_{cal} = \frac{S(T)\alpha(T)I_0}{\mu\tau} \quad (3)$$

w której $S(T)$ jest amplitudą prążka w widmie korelacyjnym dla wykrytego centrum defektowego odczytaną dla szybkości emisji e_T w temperaturze T , $\alpha(T)$ jest współczynnikiem absorpcji, I_0 jest amplitudą fotoprądu zarejestrowanego w temperaturze T , w chwili wyłączenia impulsu oświetlającego, zaś $\mu\tau$ jest iloczynem ruchliwości i czasu życia nośników ładunku. Poczyn ten jest wyznaczony na podstawie temperaturowych zmian amplitudy fotoprądu I_0 z uwzględnieniem warunków pomiaru: wielkości

poła elektrycznego w obszarze między kontaktami omowymi oraz mocy diody laserowej zastosowanej do generowania nadmiarowych nośników ładunku. Należy podkreślić, że wielkości $\alpha(T)$, $\mu\tau(T)$ zależą od temperatury i przy wyznaczaniu koncentracji radiacyjnych centrów defektowych brane są pod uwagę temperaturowe zmiany tych wielkości.

Czas życia nadmiarowych nośników ładunku w próbkach określono na podstawie wyników pomiaru zaniku fotoprzewodnictwa z detekcją mikrofalową uzyskanych na Uniwersytecie w Wilnie [3].

Na Rys. 2 przedstawiono zależność odwrotności rekombinacyjnego czasu życia nośników ładunku dla monokryształów Si-MCz oraz Si-FZ napromieniowanych neutronami i protonami od dawki cząstek [Gau07].



Rys. 2. Odwrotność rekombinacyjnego czasu życia nośników ładunku dla różnego rodzaju napromieniowanych monokryształów Si-MCz i Si-FZ od dawki neutronów lub protonów [Gau07].

Fig. 2. Reciprocal of recombination lifetime of charge carriers for various type of irradiated Si-MCz and Si-FZ as a function of neutron or proton fluence [Gau07].

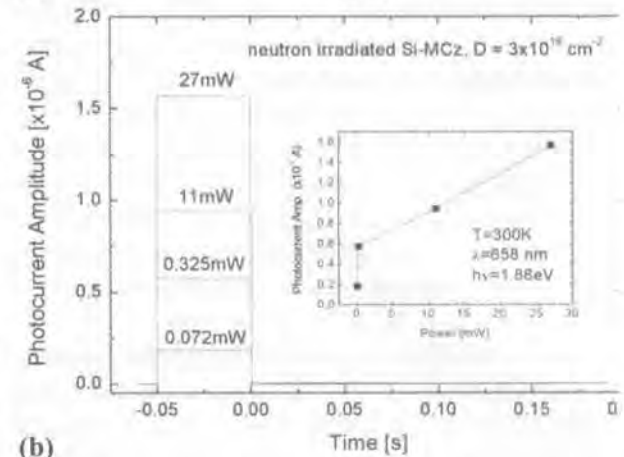
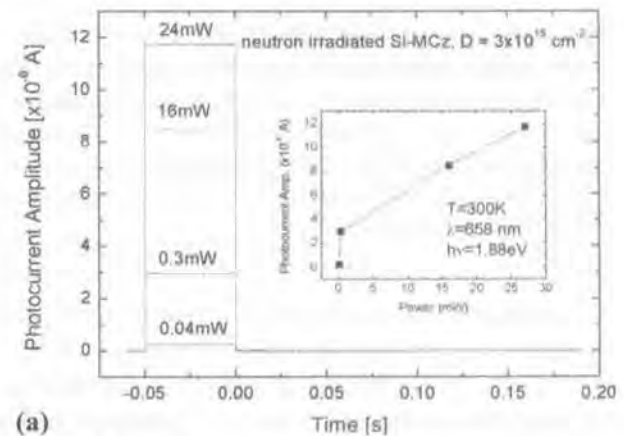
Zgodnie z danymi przedstawionymi na Rys. 2 przyjęto, że czas życia nadmiarowych nośników ładunku dla próbki A wynosi 2×10^{-9} s, zaś dla próbki B wynosi 2×10^{-10} s. Te wartości przyjęte zostały do obliczeń symulacyjnych rozkładów koncentracji nośników ładunku w próbkach w chwili wyłączenia impulsu światła.

3. WPŁYW STRUMIENIA FOTONÓW NA NIESTACJONARNE PRZEBIEGI FOTOPRĄDU

Na Rys. 3 (a) przedstawiono zależność wysokości impulsu fotoprądu dla próbki A od wartości mocy

promieniowania emitowanego przez diodę laserową, odpowiadającej wartościom strumienia fotonów: 9×10^{15} , $6,8 \times 10^{16}$, $3,6 \times 10^{18}$ i $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Wstawka ilustruje zależność amplitudy fotoprądu w chwili wyłączenia impulsu światła w funkcji mocy emitowanego promieniowania. Należy zauważyć, że ze wzrostem strumienia fotonów od $9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ ($0,04 \text{ mW}$) do $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (24 mW) wysokość impulsu fotoprądu wzrasta od $2,32 \times 10^{-7} \text{ A}$ do $1,17 \times 10^{-5} \text{ A}$.

Na Rys. 3 (b) przedstawiono zależność wysokości impulsu fotoprądu dla próbki B od wartości mocy promieniowania emitowanego przez diodę laserową, odpowiadającej wartościom strumienia fotonów: $1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, $7,3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, $2,5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ i $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Wstawka ilustruje zależność am-

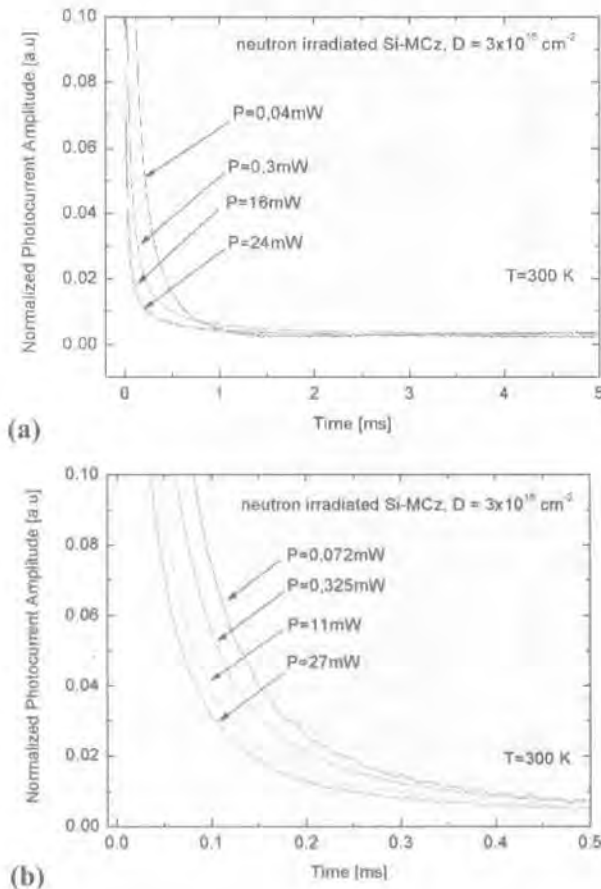


Rys. 3. Niestacjonarne przebiegi fotoprądu generowane impulsami światła o różnej mocy dla próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ (a) oraz próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ (b). Wstawki ilustrują zależność wysokości impulsu fotoprądu od mocy impulsu pobudzającego.

Fig. 3. Photocurrent transients generated at various power of light pulses for a sample irradiated with a neutron fluence of $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ (a) and a sample irradiated with a neutron fluence of $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ (b). The insets show dependences of the photocurrent pulse height on the power of the excitation pulse.

plitudy fotoprądu w chwili wyłączenia impulsu światła w funkcji mocy emitowanego promieniowania. Ze wzrostem strumienia fotonów od $1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (0,072 mW) do $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (27 mW) wysokość impulsu fotoprądu wzrasta od $1,83 \times 10^{-7} \text{ A}$ do $1,57 \times 10^{-6} \text{ A}$.

Rys. 4 ilustruje niestacjonarne przebiegi fotoprądu zarejestrowane w temperaturze 300 K wywołane termiczną emisją nośników ładunku z centrów defektowych obserwowane przy różnej mocy impulsu generującego nadmiarowe nośniki ładunku dla próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ - Rys. 4 (a), oraz dla próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ - Rys. 4 (b).



Rys. 4. Relaksacyjne przebiegi fotoprądu wywołane termiczną emisją nośników ładunku z centrów defektowych obserwowane przy różnej mocy impulsu generującego nadmiarowe nośniki ładunku dla próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ (a) oraz próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ (b).

Fig. 4. Relaxation waveforms related to thermal emission of charge carriers from defect centers observed at the various power of the charge carriers generation pulse for a sample irradiated with a neutron fluence of $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ (a) and a sample irradiated with a neutron fluence of $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ (b).

Jak wskazują dane przedstawione na Rys. 4(a) i Rys. 4 (b) stała czasowa relaksacyjnych przebiegów fotoprądu w danej temperaturze zależy od strumienia fotonów padających na próbkę. Widoczne jest skrócenie stałej czasowej ze wzrostem strumienia fotonów. Przy większym strumieniu fotonów generowana jest większa koncentracja par elektron – dziura i quasi - poziomy Fermiego dla elektronów i dziur położone są odpowiednio bliżej dna pasma przewodnictwa i wierzchołka pasma walencyjnego. Takie położenie tych poziomów sprzyja zapełnianiu centrów defektowych charakteryzujących się mniejszą energią aktywacji, a tym samym większą szybkością emisji nośników ładunków w danej temperaturze.

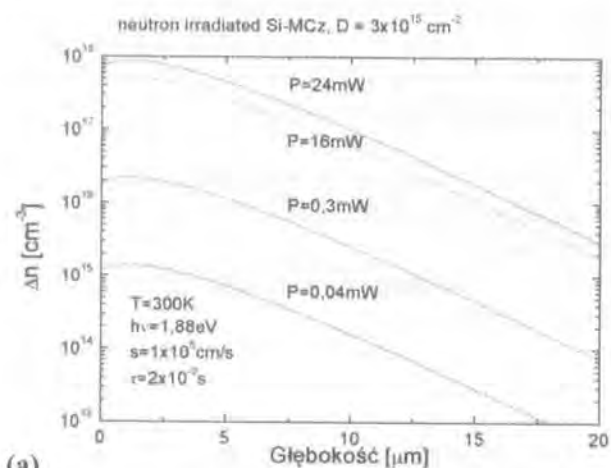
Symulacje rozkładów koncentracji nośników ładunku dla poszczególnych wartości strumienia fotonów przeprowadzono poprzez rozwiązanie równania dyfuzji [4] przy następujących założeniach:

- w chwili wyłączenia impulsu generującego nadmiarowe nośniki ładunku próbka jest w stanie ustalonym;
- nie występuje unoszenie nośników ładunku przez pole elektryczne;
- dyfuzja nośników zachodzi wyłącznie w głąb próbki, zgodnie z kierunkiem padania światła – oś y ;
- szybkość generacji nadmiarowych nośników ładunku jest funkcją głębokości wnikania światła $G(y) = G_0 e^{-\alpha y}$, gdzie G_0 opiswane jest wyrażeniem $G_0 = \eta \alpha (1-R) (\lambda P_0 / hcA)$, w którym η jest sprawnością kwantową generacji par elektron-dziura, R - współczynnikiem odbicia, λ - długością fali światła, $A = lw$ - polem oświetlanej powierzchni, P_0 - mocą promieniowania źródła światła, h - stałą Plancka oraz c - prędkością światła w próżni;
- spełnione są warunki brzegowe $D_p(d\Delta n/dy) = s\Delta n(0)$ dla $y = 0$ oraz $\Delta n(\infty) = 0$.

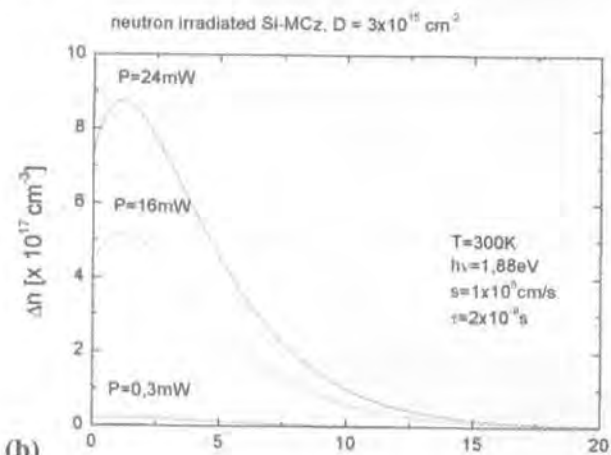
Na Rys. 5 przedstawiono symulowane rozkłady koncentracji nośników ładunku w głąb próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ dla czterech wartości strumienia fotonów: 9×10^{15} , $6,8 \times 10^{16}$, $3,6 \times 10^{18}$ i $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Do obliczeń przyjęto, na podstawie danych przedstawionych na Rys. 2, że czas życia nadmiarowych nośników ładunku dla tej próbki wynosi $2 \times 10^{-9} \text{ s}$. Otrzymane wyniki wskazują, że w zależności od strumienia fotonów w chwili wyłączenia impulsu światła występuje różny rozkład koncentracji nośników ładunku w głąb próbki. Największa koncentracja nośników obserwowana jest w obszarze przypowierzchniowym próbki, ponieważ w obszarze tym jest największa szybkość generacji nośników. Zgodnie z przyję-

tym modelem szybkość ta wykładniczo maleje ze wzrostem odległości od powierzchni próbki. Ze wzrostem strumienia fotonów od $9,0 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ do $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ koncentracja nadmiarowych nośników ładunku w obszarze przypowierzchniowym wzrasta od $1,0 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ do $9,0 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$. Zmniejszenie koncentracji nośników o rząd wielkości zachodzi na głębokości $\sim 10 \mu\text{m}$.

Na Rys. 6 przedstawiono symulowane rozkłady koncentracji nośników ładunku w głąb próbki B dla czterech wartości strumienia fotonów: $1,6 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, $7,3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, $2,5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ i $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$.



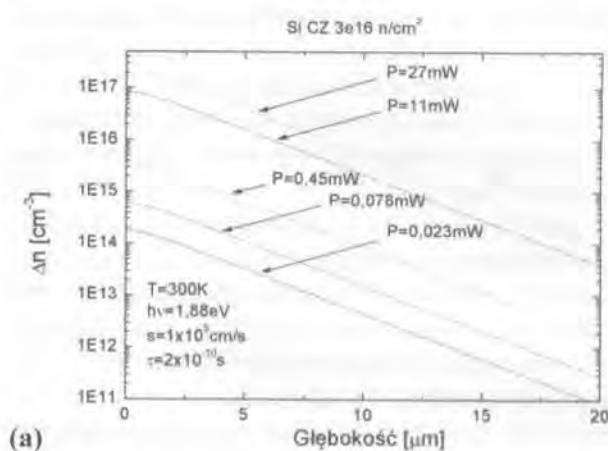
(a)



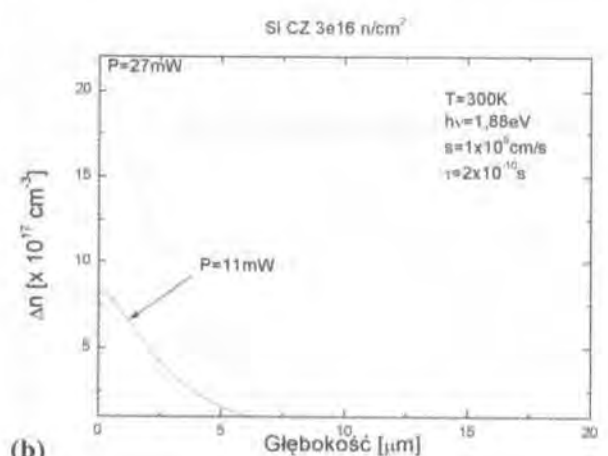
(b)

Rys. 5. Symulowane rozkłady koncentracji nadmiarowych nośników ładunku w chwili wyłączenia impulsu światła w głąb próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ dla różnych wartości mocy impulsu optycznego odpowiadających wartościom strumienia fotonów: $9,5 \times 10^{15}$, $6,8 \times 10^{16}$, $3,6 \times 10^{18}$ i $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Skala logarytmiczna (a), skala liniowa (b).

Fig. 5. Simulated charge carriers distributions at the moment of switching-off the light pulse calculated for various values of the light pulse power corresponding to the photon flux values: $9,5 \times 10^{15}$, $6,8 \times 10^{16}$, $3,6 \times 10^{18}$ and $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ for a sample irradiated with a neutron fluence of $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. Logarithmic scale (a), linear scale (b).



(a)



(b)

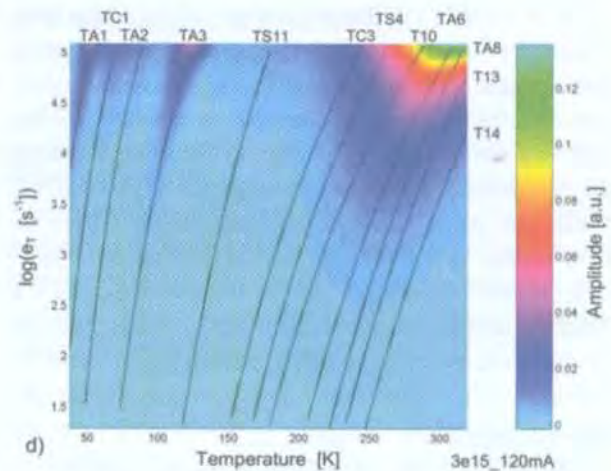
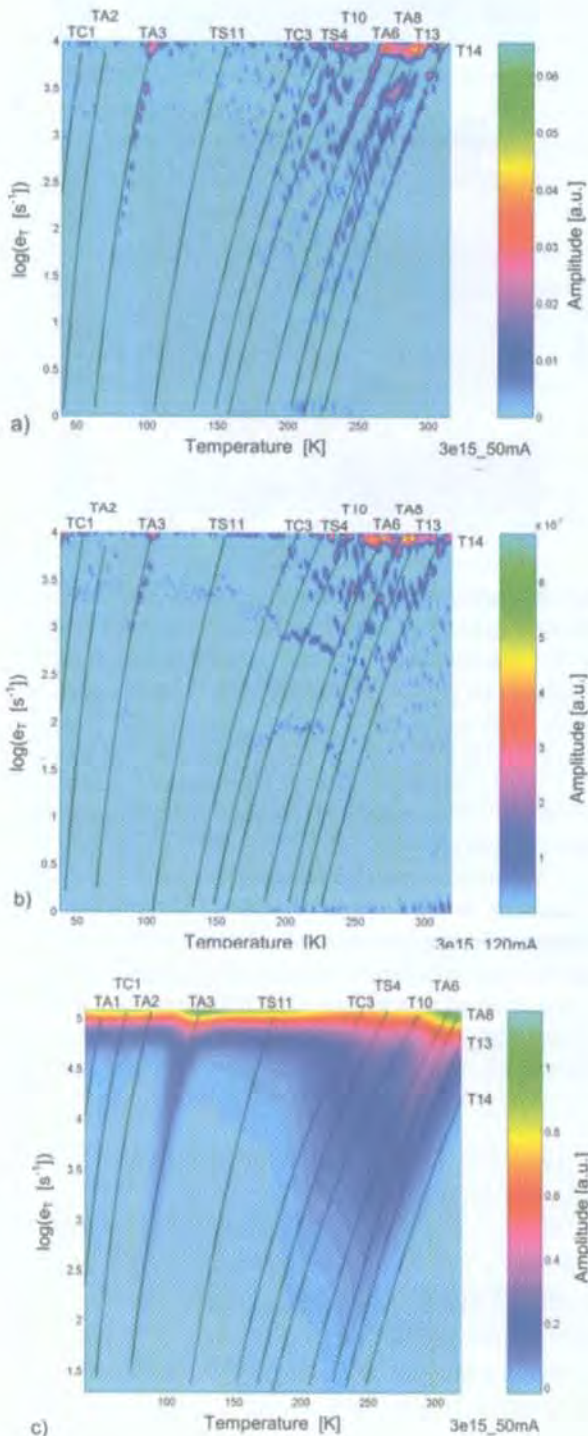
Rys. 6. Symulowane rozkłady koncentracji nadmiarowych nośników ładunku w chwili wyłączenia impulsu światła w głąb próbki napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ dla różnych wartości mocy impulsu optycznego odpowiadających wartościom strumienia fotonów: $5,2 \times 10^{15}$, $1,6 \times 10^{16}$, $7,3 \times 10^{16}$, $2,6 \times 10^{18}$ i $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Skala logarytmiczna (a), skala liniowa (b).

Fig. 6. Simulated charge carriers distributions at the moment of switching-off the light pulse calculated for various values of the light pulse power corresponding to the photon flux values: $5,2 \times 10^{15}$, $1,6 \times 10^{16}$, $7,3 \times 10^{16}$, $2,6 \times 10^{18}$ and $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ for a sample irradiated with a neutron fluence of $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. Logarithmic scale (a), linear scale (b).

Do obliczeń przyjęto, na podstawie danych przedstawionych na Rys. 2, że czas życia nadmiarowych nośników ładunku dla próbki B wynosi $2 \times 10^{-10} \text{ s}$. Podobnie jak dla próbki A, otrzymane wyniki wskazują, że największa koncentracja nośników obserwowana jest w obszarze przypowierzchniowym próbki. Zgodnie z przyjętym modelem szybkość ta wykładniczo maleje ze wzrostem odległości od powierzchni próbki. Ze wzrostem strumienia fotonów od $1,6 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ do $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ koncentracja nadmiarowych nośników ładunku

w obszarze przypowierzchniowym wzrasta od wartości $\sim 2 \times 10^{14} \text{ cm}^{-3}$ do wartości $1,0 \times 10^{17} \text{ cm}^{-3}$. Zmniejszenie koncentracji nośników o rząd wielkości zachodzi na głębokości $\sim 6 \mu\text{m}$.

Na Rys. 7 zobrazowano prążki widmowe Laplace'a (a) i (b) oraz widma korelacyjne (c) i (d) dla radiacyjnych centrów defektowych w próbce Si-MCz napromieniowanej dawką neutronów równą $3 \times 10^{15} \text{ n/cm}^2$ – próbka A, wyznaczone w wyniku analizy relaksacyjnych przebiegów fotoprądu zmie-



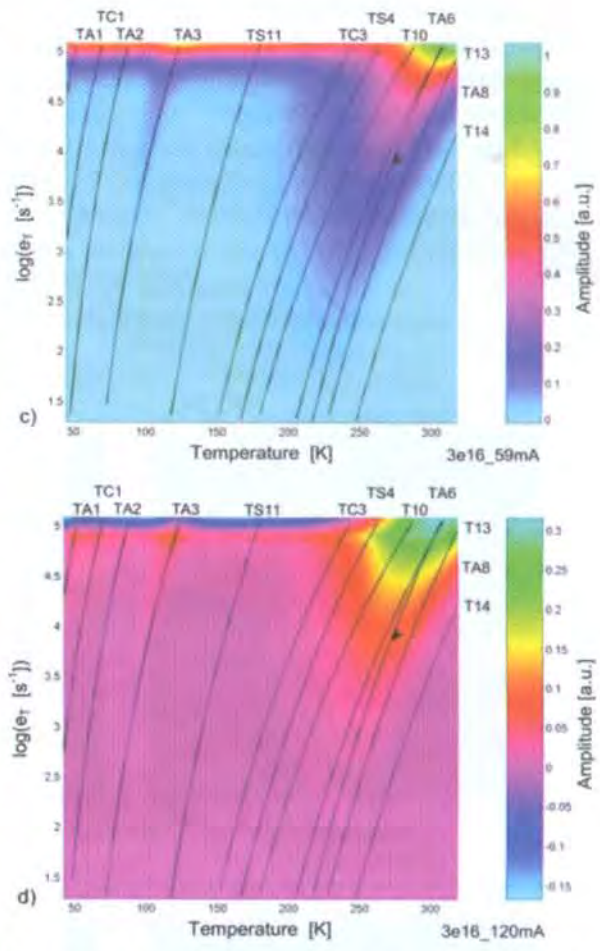
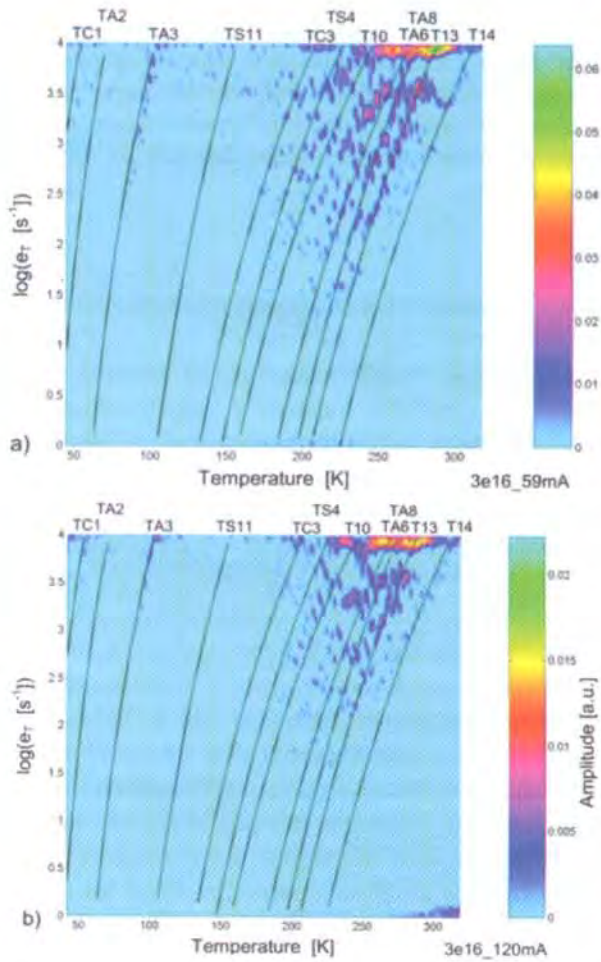
Rys. 7. Prążki widmowe Laplace'a (a) i (b) oraz widma korelacyjne (c) i (d) dla radiacyjnych centrów defektowych w próbce napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ uzyskane na podstawie relaksacyjnych przebiegów fotoprądu zmierzonych przy różnych wartościach strumienia fotonów: $9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (a) i (c) oraz $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (b) i (d). Linie ciągłe ilustrują temperaturowe zależności szybkości emisji nośników ładunku dla poszczególnych centrów defektowych.

Fig. 7. Laplace spectral fringes (a) and (b), as well as correlation spectral fringes (c) and (d), for radiation defect centers in a sample irradiated with a neutron fluence of $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$. The fringes were obtained from the photocurrent relaxation waveforms recorded at various values the photon flux: $9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (a) and (c), $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (b) and (d). The solid lines show the temperature dependences of emission rate for detected defect centers.

rzonych przy dwóch wartościach strumienia fotonów: $9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ i $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$.

Otrzymane wyniki wskazują, że zwartość oraz szerokość prążków Laplace'a odpowiadających poszczególnym radiacyjnym centrom defektowym wyraźnie zależy od strumienia fotonów generującego nadmiarowe nośniki ładunku. Ze wzrostem strumienia fotonów od $\Phi = 9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ do $\Phi = 5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ widoczne jest znaczące zmniejszenie intensywności oraz selektywności prążków. Na przykład dla strumienia fotonów $\Phi = 9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ bardzo wyraźne są prążki odpowiadające centrom defektowym TA3, TA6, TA8, T13 i T14, które dla strumienia fotonów $\Phi = 5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ są poszerzone, mniej zwarte, a także obserwowane są w znacznie węższym zakresie szybkości emisji. Tak więc, w celu uzyskania dużej rozdzielczości widm Laplace'a niestacjonarne przebiegi fotoprądu powinny być mierzone przy strumieniach fotonów

$\sim 9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Z drugiej strony ze wzrostem strumienia fotonów dla próbki A zaczynają być widoczne słabe prążki widmowe związane z głębokimi poziomami defektowymi położonymi w pobliżu środka przerwy energetycznej. Prążki te stają się wyraźne dla strumienia fotonów równego $5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Widoczne na Rys. 7 (c) i (d) linie ciągłe odpowiadają liniom grzbietowym fałd w widmach trójwymiarowych i podobnie jak w widmach Laplace'a ilustrują temperaturowe zależności szybkości emisji ładunku dla poszczególnych radiacyjnych centrów defektowych. Otrzymane obrazy wskazują, że dla małych strumieni fotonów – $\Phi = 9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ – korelacyjne prążki widmowe są węższe i lepiej wyodrębnione. W szczególności dla dużych strumieni fotonów – $\Phi = 5,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ – widoczne jest zlewianie się poszczególnych, związanych z termiczną emisją ładunków z głębokich centrów defektowych. Z drugiej strony dla dużych strumieni fotonów wzrasta względna intensywność prążków korelacyjnych, odpowiadających płytkim centrom defektowym TA1 i TA3. Tak więc ze wzrostem strumienia fotonów maleje selektywność widm korelacyjnych, natomiast wzrasta względna intensywność prążków związanych



Rys. 8. Prążki widmowe Laplace'a (a) i (b) oraz widma korelacyjne (c) i (d) dla radiacyjnych centrów defektowych w próbce napromieniowanej dawką neutronów $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ uzyskane na podstawie relaksacyjnych przebiegów fotoprądu zmierzonych przy różnych wartościach strumienia fotonów: $1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (a) i (c) oraz $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (b) i (d). Linie ciągłe ilustrują temperaturowe zależności szybkości emisji nośników ładunku dla poszczególnych centrów defektowych.

Fig. 8. Laplace spectral fringes (a) and (b), as well as correlation spectral fringes (c) and (d), for radiation defect centers in a sample irradiated with a neutron fluence of $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. The fringes were obtained from the photocurrent relaxation waveforms recorded at various values the photon flux: $1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (a) and (c), $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ (b) and (d). The solid lines show the temperature dependences of emission rate for detected defect centers.

z termiczną emisją nośników ładunku z płytkich centrów defektowych.

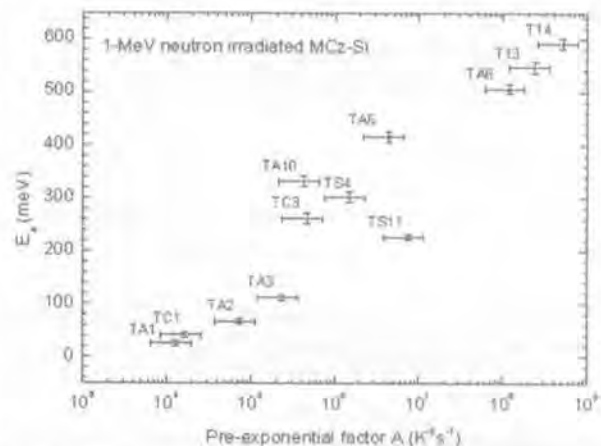
Na Rys. 8 (a) i (c) zobrazowano prążki widmowe Laplace'a dla radiacyjnych centrów defektowych w próbce Si-MCz napromieniowanej dawką neutronów równą $3 \times 10^{16} \text{ n/cm}^2$ – próbka B, wyznaczone w wyniku analizy relaksacyjnych przebiegów fotoprądu zmierzonych przy dwóch wartościach strumienia fotonów: $1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ i $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$.

Podobnie jak w przypadku prążków Laplace'a dla centrów defektowych w próbce A najlepsza rozdzielczość obserwowana jest dla najmniejszego strumienia fotonów $\Phi = 1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. W szczególności wąskie wyraźne prążki widoczne są dla centrów TA3, TA8 i T13. Należy jednak zwrócić uwagę, że dla próbki B nie są obserwowane prążki Laplace'a związane z bardzo głębokimi centrami defektowymi położonymi blisko środka przerwy energetycznej, nawet dla największego strumienia fotonów. Warto dodać, że czas życia nadmiarowych nośników ładunku w próbce B jest o rząd wielkości mniejszy od czasu życia nośników w próbce A i wynosi $2 \times 10^{-10} \text{ s}$. Na Rys. 8 (c) i (d) zilustrowano widma korelacyjne dla radiacyjnych centrów defektowych w próbce B otrzymane na podstawie relaksacyjnych przebiegów fotoprądu zmierzonych dla dwóch wartości strumienia fotonów: $1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ i $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Na przedstawionych obrazach widmowych widoczne jest wyraźne zmniejszenie rozdzielczości prążków widmowych odpowiadających głębokim centrom defektowym: TC3, TS4, T10, TA6, TA8, T13 i T14 oraz zwiększenia dolnej granicy zakresu szybkości emisji w którym prążki są obserwowane. Jednocześnie zwiększa się względna intensywność prążków związanych z płytkimi centrami defektowymi TA1 i TA3. W wyniku przeprowadzonej analizy widmowej w obu próbkach napromieniowanego Si-MCz stwierdzono występowanie dwunastu centrów defektowych obserwowanych w różnych zakresach temperatur.

Otrzymane wyniki wskazują, że stosunek amplitudy sygnału relaksacyjnego spowodowanego termiczną emisją nośników ładunku z centrów defektowych do amplitudy sygnału związanego z rekombinacją nośników jest znacznie większy w przypadku małego strumienia fotonów $\Phi = 9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, niż w przypadku dużego strumienia fotonów $\Phi = 6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Innymi słowy, udział sygnału relaksacyjnego związanego z termiczną emisją nośników ładunku, charakteryzującego się stałymi czasowymi w zakresie 10^{-1} do 10^{-5} s , w całkowitym sygnale relaksacyjnym, złożonym również z sygnału związanego z rekombinacją nośników i charakteryzującego się stałymi czasowymi w zakresie poniżej 10^{-5} s , jest większy w przypadku małego strumienia fotonów, pomimo że wysokość impulsu fotoprądu w chwili wyłączenia światła jest znacznie większa dla dużego strumienia fotonów.

4. PARAMETRY CENTRÓW DEFECTOWYCH

Na Rys. 9 zilustrowano graficznie wartości energii aktywacji i współczynnika A , zależnego od przekroju czynnego na wychwyty nośników ładunku dla centrów defektowych wykrytych w próbce A i w próbce B. Parametry te wyznaczono na podstawie temperaturowych zależności szybkości emisji nośników ładunku zilustrowanych liniami ciągłymi na Rys. 7 i Rys. 8.



Rys. 9. Graficzna wizualizacja parametrów radiacyjnych centrów defektowych wykrytych w próbkach A i B, wyznaczonych na podstawie prążków widmowych Laplace'a oraz widm korelacyjnych uzyskanych w wyniku analizy relaksacyjnych przebiegów fotoprądu zmierzonych przy strumieniu fotonów równym $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$.

Fig. 9. Graphical visualization of parameters of radiation defect centers detected in samples A and B. The parameters were determined from the both Laplace and correlation spectral fringes obtained by analysis of the photocurrent relaxations waveforms recorded at a photon flux of $6.1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$.

Wartości liczbowe parametrów centrów defektowych wykrytych w próbkach A i B oraz prawdopodobną identyfikację tych centrów przedstawiono w Tab. 1.

Wyniki przedstawione na Rys. 9 oraz w Tab. 1 ilustrują wpływ dawki neutronów na strukturę defektową Si-MCz po napromieniowaniu neutronami. W obu próbkach wykryto ten sam rodzaj radiacyjnych centrów defektowych, których energia aktywacji zmienia się w zakresie od 25 meV do 590 meV. Identyfikację centrów defektowych podaną w Tab. 1 przeprowadzono na podstawie istniejących danych literaturowych [5-15]. Zgodnie z tymi danymi centra TA1, TC1 i TA2 przypisane zostały płytkim donoram, które generowane są podczas napromie-

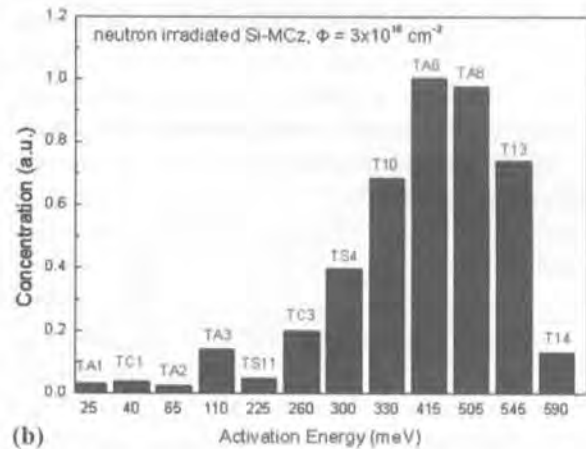
Tabela 1. Zestawienie wartości parametrów radiacyjnych centrów defektowych wyznaczonych metodą HRPITS dla próbek A i B napromieniowanych dawką neutronów równą 3×10^{15} oraz dawką 3×10^{16} cm^{-2} .

Table 1. Summary of defect centres parameters determined by HRPITS method for A and B samples irradiated with neutron fluences of 3×10^{15} and 3×10^{16} cm^{-2} respectively.

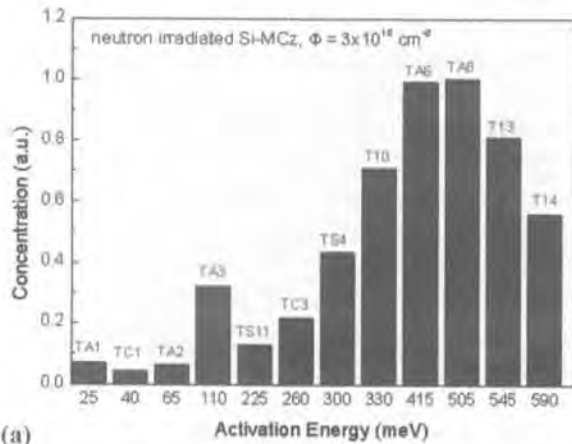
Oznaczenie pułapki	E_a^* (meV)	A^* ($\text{K}^{-2}\text{s}^{-1}$)	Prawdopodobna identyfikacja [5-15]
TA1	25±5	1.3×10^4	Płytkie donory
TC1	40±5	1.7×10^4	Płytkie donory
TA2	65±5	7.5×10^4	Płytkie donory
TA3	110±5	2.4×10^5	Klastry międzywęzłowych atomów Si (I_4)
TS11	225±10	7.5×10^6	V_2O (2-/-)
TC3	260±10	4.7×10^5	V_2 (2-/-)
TS4	300±10	1.5×10^6	Kompleksy typu V_xO_y (V_3O , V_4O_2 ...)
T10	330±10	4.3×10^5	Kompleksy typu V_xO_y (V_3O , V_4O_2 ...)
TA6	415±15	4.4×10^6	V_2 (-/0)
TA8	505±20	1.2×10^8	Kompleksy złożone z atomów tlenu i klastrów luk (V_4 , V_5)
T13	545±20	2.4×10^6	Centra I, (V_3)
T14	590±20	5.2×10^8	Klastry luk (V_5)

* E_a and A - energia aktywacji oraz współczynnik przedeksponencjalny w równaniu Arrheniusa $v_T = AT \exp(-E_a/kT)$

niowania neutronami i prawdopodobnie związane są z agregatami atomów tlenu. Centra TA3 związane są prawdopodobnie z agregatami międzywęzłowych atomów krzemu. Centra TS11 i TC3 przypisane zostały kompleksom V_2O (2-/-) i lukom podwójnym V_2 (2-/-). Centra TS4 i TC10 identyfikowane są z kompleksami typu V_xO złożonymi z agregatów luk oraz agregatów atomów tlenu. Centra TA6 przypisane zostały lukom podwójnym V_2 (-/0). Centra TA8 identyfikowane są z kompleksami złożonymi z atomów tlenu i agregatów luk (V_4 , V_5). Centra T13 i T14 przypisane są odpowiednio lukom potrójnym V_3 oraz agregatom złożonym z pięciu luk (V_5).



(b)



(a)

Rys. 10. Graficzna ilustracja wartości koncentracji centrów defektowych wykrytych w próbce A (a) oraz w próbce B (b), znormalizowanych względem koncentracji centrów TA8 w przypadku próbki A oraz względem koncentracji centrów TA6 w przypadku próbki B.

Fig. 10. Graphical illustration of the values of the concentrations defect centers detected in sample A (a) and sample B (b), normalized in respect to the value of the TA8 centre concentration for the sample A and to the value of the TA6 centre concentration for the sample B.

Na Rys. 10 przedstawiono graficzną ilustrację wartości koncentracji centrów defektowych wykrytych w próbce A (Rys. 10 (a)) oraz w próbce B

(Rys. 10 (b)). Wartości koncentracji znormalizowano względem wartości koncentracji centrów TA8 w przypadku próbki A oraz względem wartości koncentracji centrów TA6 w przypadku próbki B.

Otrzymane wyniki wskazują, że dominującymi radiacyjnymi centrami defektowymi w obu próbkach są głębokie centra TA6 i TA8, charakteryzujące się energią aktywacji odpowiednio 415 i 505 meV.

5. PODSUMOWANIE

Określono wpływ strumienia fotonów w zakresie od 9×10^{15} do $6,1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ na kształt i rozdzielczość prążków widmowych Laplace'a oraz prążków widmowych otrzymanych za pomocą procedury korelacyjnej dla radiacyjnych centrów defektowych w próbkach Si-MCz napromieniowanych dawkami neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ i $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$. Stwierdzono, że największą rozdzielczość zarówno prążków widmowych Laplace'a, jak i prążków korelacyjnych uzyskiwana jest dla małego strumienia fotonów w zakresie od $9 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ do $1,6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Dla małych strumieni fotonów najszerszy jest również zakres szybkości emisji, w którym obserwowane są prążki widmowe. Zaobserwowano, że dla dużego strumienia fotonów w widmach Laplace'a występują prążki widmowe związane z termiczną emisją nośników z głębokich poziomów energetycznych położonych w pobliżu środka przerwy zabronionej. Występowanie tych prążków zależne jest od czasu życia nośników ładunku i nie jest obserwowane w próbce charakteryzującej się czasem życia nośników równym $2 \times 10^{-10} \text{ s}$. Stwierdzono, że strumień fotonów wpływa na rozkład koncentracji nośników ładunku w próbce. Pełną zmianę obsadzenia centrów defektowych w obu próbkach zapewniają rozkłady koncentracji nośników ładunku dla strumienia fotonów równego $\sim 6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$. Na podstawie widm Laplace'a uzyskanych w wyniku analizy relaksacyjnych przebiegów fotoprądu zmierzonych dla strumienia fotonów w zakresie $\sim 6 \times 10^{18} \text{ cm}^{-2}\text{s}^{-1}$, określono dla obu próbek parametry centrów defektowych, zaś na podstawie intensywności widm korelacyjnych określono względne wartości koncentracji centrów defektowych w tych próbkach. Stwierdzono, że dominujące centra defektowe w próbkach napromieniowanych dawkami neutronów $3 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ i $3 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ charakteryzują się energią aktywacji 415 meV i 505 meV. Centra te są prawdopodobnie związane odpowiednio z lukami podwójnymi oraz kompleksami złożonymi z atomów tlenu i niewielkich klastrow luk.

7. LITERATURA

- [1] Pawłowski M., Kamiński P., Kozłowski R., Jankowski S., Wierzbowski M.: Intelligent measuring system for characterisation of defect centres in semi-insulating materials by photoinduced transient spectroscopy, *Metrology and Measurements Systems*, 11, 2, (2005), 207
- [2] Provencher S., Contin: A general purpose program for inverting noisy linear algebraic and integral equations, *Comp. Phys. Comm.*, 27, (1982), 229–242
- [3] Gaubas E., Kadys A., Uleckas A., Vaitkus J.: Investigation of fluence-dependent lifetime variations in proton and neutron highly irradiated Si, 10th RD50 - Workshop on Radiation Hard Semiconductor Devices for Very High Luminosity Colliders, Vilnius, Lithuania, 2-6 June, 2007
- [4] Kozłowski R.: Wyznacznice czasu życia nośników ładunku i poziomów rekombinacyjnych w materiałach wysokorezystywnych poprzez pomiar temperaturowej zależności fotoprądu, *Mater. Elektron.*, 1-2, 28, (2000), 5 - 17
- [5] Bleka J.H., Murin L., Monakhov E.V., Avset B.S., Svenson B.G.: On the identity of a crucial defect contributing to leakage current in silicon particle detectors, *Appl. Phys. Lett.*, 92 (7), (2008), 132102
- [6] Chadi D.J.: Oxygen-oxygen complexes and thermal donors in silicon, *Phys. Rev. B* 41 (15), 10, (1990), 595
- [7] Coomer B.J., Goss J.P., Jones R., Oberg S., Briddon P.R.: Interstitials aggregates and a new model for the 11/W optical center in silicon, *Physica B*, 273-274, (1999), 505-508
- [8] Davies G., Hayama S., Murin L., Krause-Rehberg R., Bondarenko V., Sengupta A., Davia C., Karpenko A.: Radiation damage in silicon exposed to high-energy protons, *Phys. Rev. B*, 73, (2006), 165202
- [9] Fujinami M., Miyagoe T., Sawada T., Suzuki R., Ohdaria T., Akahane T.: Identification of vacancy-oxygen complexes in oxygen-implanted silicon probed with slow positrons, *J. Appl. Phys.*, 95, (2004), 3404
- [10] Ganchenkov M.G., Oikkonen L.E., Borodin V.A., Nicolaysen S., Nieminen R.M.: Vacancies and E-centers in silicon as multi-symmetry defects, *Mat. Sc. Eng. B*, 159-160, (2009), 107
- [11] Hourahine B., Jones R., Safonov A. N., Oberg S., Briddon P. R., Estreicher S. K.: Identification of the hexavacancy in silicon with the B804 optical center, *Phys. Rev. B.*, 61, 19, (2000), 12594
- [12] Jones R., Carvalho A., Goss J.P., Briddon P.R.: The self-interstitial in silicon and germanium, *Mat. Sc. Eng. B*, 159-160, (2009), 112
- [13] Londos C.A., Antonaras G.D., Potsidi M.S., Misliuk A.: The influence of thermal treatments under

hydrostatic pressure prior to irradiation on the annealing characteristics of the VO defect in Si, *Mat. Sc. Eng. B*, 159-160, 122 (2009)

[14] Pintilie I., Fretwurst E., Lindstrom G., Stahl J.: Close to midgap trapping level in 60Co gamma irradiated silicon detectors, *Appl. Phys. Lett.*, 81 (1), (2002), 165

[15] Vines L., Monakhov E.V., Jensen J., Kuznetsov A.Yu., Svensson B.G.: Formation and annealing behavior of prominent point defects in MeV ion implanted n-type epitaxial Si, *Mat. Sc. Eng. B*, 159-160, (2009), 177

WŁAŚCIWOŚCI FIZYCZNE NANOPROSZKÓW Al_2O_3 -Ag WYTWORZONYCH METODĄ ROZKŁADU TERMICZNEGO-REDUKCJI ORAZ IMPREGNACJI NANOSREBREM KOLOIDALNYM

Agata Sidorowicz¹⁾, Agnieszka Jastrzębska²⁾, Andrzej Olszyna²⁾, Antoni Kunicki³⁾

¹⁾ Instytut Technologii Materiałów Elektronicznych, ul. Wólczyńska 133, 01-919 Warszawa
e-mail: sidorowicz@itme.edu.pl

²⁾ Wydział Inżynierii Materiałowej, Politechnika Warszawska, ul. Wołoska 141, 02-507 Warszawa

³⁾ Wydział Chemiczny, Politechnika Warszawska, ul. Noakowskiego 75, 00-662 Warszawa

Praca miała na celu zbadanie wpływu warunków wytwarzania nanoproszków Al_2O_3 -Ag jak również ilości dodanego srebra na ich właściwości fizyczne [1].

Nanoproszki Al_2O_3 -Ag zostały wytworzone metodą rozkładu termicznego-redukcji. W pierwszym etapie otrzymany prekursor poddano wygrzewaniu w temperaturze 700°C w atmosferze powietrza przez 24 h. Następnie, produkt pośredni Al_2O_3 -Ag₂O poddano redukcji w temperaturze 700°C w atmosferze wodoru przez 2 h w celu uzyskania produktu końcowego- nanoproszku Al_2O_3 -Ag. Metoda ta pozwoliła na otrzymanie serii próbek $Al_2O_3 + x$ wag% Ag ($x = 0.30, 1.35, 2.84, i 12.55$).

W celach porównawczych wytworzono również nanoproszki Al_2O_3 -Ag metodą impregnacji nanoproszku Al_2O_3 nanosrebrem z układu koloidalnego nanosrebro-hexan. Metodą tą otrzymano serię próbek $Al_2O_3 + x$ wag% Ag ($x = 0.30, 1.40, 2.85, oraz 12.70$).

Otrzymane nanoproszki Al_2O_3 -Ag poddano analizie takich parametrów fizycznych jak powierzchnia właściwa, objętość i rozmiar porów, a także gęstość rzeczywista. Produkty obu metod charakteryzują się znacznie rozwiniętą powierzchnią właściwą (ponad 200 m²/g) oraz dużą objętością porów (0,4–1,1 cm³/g).

Słowa kluczowe: nanoproszki Al_2O_3 -Ag

Physical properties of Al_2O_3 -Ag nanopowders produced by thermal decomposition-reduction and colloidal nanosilver impregnation

The main aim of this work was to investigate the influence of Al_2O_3 -Ag production parameters and Ag percentage addition on surface morphology and physical properties of the middle as well as final product.

The Al_2O_3 -Ag nanopowders were produced by two methods. The first one, thermal decomposition-reduction allowed receiving the series of samples: $Al_2O_3 + x$ wt% Ag ($x = 0.30, 1.35, 2.84, and 12.55$).

The second, was colloidal nanosilver-hexane impregnation. This method allowed receiving the series of samples: $Al_2O_3 + x$ wt% Ag ($x = 0.30, 1.40, 2.85, and 12.70$).

Morphology and physical properties were examined using scanning electron microscope, nitrogen sorption measurements and helium pycnometer.

Both methods allow to obtain Al_2O_3 -Ag nanopowders with comparable average particle size (between 40 and 100 nm), large specific BET surface area (over 200 m²/g) and large open porosity volume (between 0.4 - 1.1 cm³/g).

Keywords: Al_2O_3 -Ag nanopowders

1. WSTĘP

Srebro już od czasów starożytnych uznawane było jako środek leczniczy. W antycznym Rzymie rany wyższej rangi legionistów okładano srebrnymi monetami, dzięki czemu szybko się goiły. Jony srebra nie wykazują toksyczności wobec komórek ludzkich, przy czym najczęściej używanym w lecznictwie związkiem srebra jest azotan srebra ($AgNO_3$), stosowany w zakresie stężeń od 0,01% do 10%. W roztworach o stężeniu 0,1% działa on bakterioobójczo głównie na szczepy Gram-dodatnie, natomiast roztwór dziesięciokrotnie rozcieńczony