

Laborationsrapport

EXPERIMENTELL FYSIK F3

Fasta tillståndets fysik

Uppgift IV

Laborationsdatum: 22-26/4-2005

Labbhandledare: Maths Karlsson

Peter

Tomas

8 september 2005

Sammanfattning

Detta experiment hade tre relativt separata delar. Syftet med den första delen var att bestämma vilket grundämne ett prov märkt D bestod av. Detta skulle göras med hjälp av Debye-Scherrers röntgendiffraktionsmetod. Det man kan bestämma med denna metod är kristallstrukturen och gitterparametern för ett kristallint ämne. Kristallstrukturen visade sig vara en diamantstruktur och gitterparametern bestämdes till $\bar{a} = 5.4225 \pm 0.0423 \text{\AA}$, där felet är det maximala felet. Jämför man med tabulerade data visar sig Kisel stämma väl överens.

I experimentets andra del skulle transmittansen för GaAs undersökas. Detta gjordes med hjälp av två färdiga maskiner, Cary500 och Perkin Elmer 1725 FTIR. Experiment resulterade i att vi kunde bestämma GaAs bandgap till 1.4 eV .

Slutligen syftade extrauppgiften till att genom en mätning av resistansen temperaturberoende kunna extrapolera bandgapets storlek hos InSb. Detta gjordes också och bandgapet bestämdes till $0.27 \pm 0.02 \text{ eV}$.

Abstract

This experiment had three relatively separate parts. The purpose of the first part was to determine the contents of an unknown sample marked D. This was supposed to be done using Debye-Scherrers X-Ray diffraction method. With this method you can determine the crystal structure and lattice constant. The unknown sample turned out to have an Diamond-structure with a lattice parameter $\bar{a} = 5.4225 \pm 0.0423 \text{\AA}$. Compared with tabulated values this data seems to fit well with Silicon.

In the second part of the experiment, the transmittance of GaAs was to be examined, using two commercial machines namely Cary500 and Perkin Elmer 1725 FTIR. This part of the experiment resulted in the determination of the bandgap in GaAs to a value of 1.4 eV .

Finally we determined, by measuring the temperature dependence of the resistance in InSb, the bandgap to $0.27 \pm 0.02 \text{ eV}$.

Innehåll

1	Introduktion	1
2	Teori	1
2.1	Grunduppgift	1
2.1.1	Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer	1
2.1.2	Mätning av Transmittansen för GaAs	2
2.2	Extrauppgift	3
3	Experiment	3
3.1	Grunduppgift	3
3.1.1	Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer	3
3.1.2	Mätning av Transmittansen för GaAs	3
3.2	Extrauppgift	4
4	Resultat	5
4.1	Grunduppgift	5
4.1.1	Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer	5
4.1.2	Mätning av Transmittansen för GaAs	7
4.2	Extrauppgift	8
5	Diskussion och slutsats	9
	Referenser	12
	Appendix	13
A	Cary 500	13
A.1	Metodens princip	13
A.2	Mätinstrumentets uppbyggnad	13
A.3	Vad kan mätas med metoden?	15
A.3.1	Metodens styrka och svagheter	15
B	Perkin Elmer FTIR 1725	15
B.1	Metodens princip	15
B.2	Mätinstrumentets uppbyggnad	16
B.3	Vad kan mätas med metoden?	16
B.3.1	Metodens styrka och svagheter	16
C	Utrustning	17
C.1	Grunduppgift	17
C.1.1	Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer	17
C.1.2	Mätning av Transmissionen för GaAs	17

C.2	Extrauppgift	17
D	Matlab programkod	18
D.1	Grunduppgift	18
D.1.1	Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer	18
D.2	Extrauppgift	20
E	LabVIEW programkod	22
F	Lablog	23

1 Introduktion

I denna laboration ska vi genom användning av Debye-Scherrers röntgendiffraktionsmetod identifiera ett okänt prov märkt D, genom att beräkna gitterparameter och identifiera kristallstrukturen.

Laborationens grunduppgift består också av en transmittansmätning av GaAs i området 185-3300nm. Genom denna mätning kan vi bestämma bandgapets storlek. Vi kommer även att kunna verifiera att bandgapet är direkt.

Egentligen var syftet att transmissionen långt in i det infraröda spektrat skulle studeras, men på grund av att ett instrument var sönder begränsades detta.

I Extrauppgiften studerade vi sedan resistansen temperaturberoende hos InSb. Från detta kunde vi sedan härleda bandgapsenergin.

2 Teori

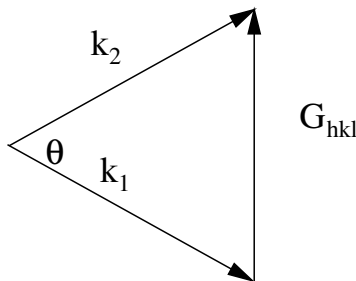
2.1 Grunduppgift

2.1.1 Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer

I grunduppgiftens första del skulle vi med hjälp av Debye-Scherrers diffraktionsmetod bestämma vilket grundämne ett prov märkt D bestod av.

Grundtanken i denna metod är följande: Ett fint pulveriserat prov (det vill säga alla godtyckliga kristallriktningar finns) belyses med röntgenstrålning med vågvektorn k_1 (våglängden är alltså känd). Då strålen träffar provet kommer den diffrakteras i flera riktningar, t ex k_2 . Vidare gäller att $k_2 = k_1 + G_{hkl}$, där G_{hkl} är reciproka gittervektorn för ett korn. Då det finns korn som ligger orienterade i alla riktningar är riktningen på G_{hkl} godtycklig. Villkoren som ställs på diffraktionsvektorn k_2 blir således $|k_1| = |k_2|$ och $|k_1 - k_2| = |G_{hkl}|$. Detta sammanfattas i figur 1. Om θ är vinkeln mellan inkommande och reflekterad strål blir således diffraktionsvillkoret

$$k_1 \sin \frac{\theta}{2} = \frac{1}{2} |G_{hkl}| = \frac{\pi}{a} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (1)$$



Figur 1: Sambandet mellan de olika gittervektorerna

Det man gör sedan är att man tittar på vilka vinklar röntgenstrålen har diffrakterats i. Genom att sedan använda ekvation (1) och jämföra ett antal av de diffrakterade vinklarna med möjliga värden för reciproka gitterstrukturer kan man identifiera strukturen och sedan bestämma gitterparametern.

Mer explicit; har vi till exempel en *bcc* struktur kommer de två till belopp minsta reciproka gittervektorerna vara $\frac{2\pi}{a}(1, 1, 0)$ och $\frac{2\pi}{a}(2, 0, 0)$, där a är gitterparametern. Detta motiveras mer utförligt i [1]. För *fcc* är motsvarande vektorer $\frac{2\pi}{a}(1, 1, 1)$ och $\frac{2\pi}{a}(2, 0, 0)$. Slutligen, har vi en diamantstruktur får vi istället vektorerna $\frac{2\pi}{a}(1, 1, 1)$ och $\frac{2\pi}{a}(2, 2, 0)$. Om kvoten av ekvation (1) tas för första och andra diffraktionsvinkeln fås

$$\frac{\sin \frac{\theta_1}{2}}{\sin \frac{\theta_2}{2}} = \frac{\sqrt{h_1^2 + k_1^2 + l_1^2}}{\sqrt{h_2^2 + k_2^2 + l_2^2}} \quad (2)$$

Denna kvot har för *bcc* och *fcc* $1/\sqrt{2}$ resp $\sqrt{3}/2$ samt för diamant $\sqrt{3}/8$. Då väl kristallstrukturen är bestämd kan gitterparametern beräknas med ekvation (1). Genom att beräkna denna för alla tillgängliga uppmätta vinklar kommer parametern med tillräcklig noggrannhet att bestämmas.

2.1.2 Mätning av Transmittansen för GaAs

I andra delen av grunduppgiften skall transmissionsspektrat för *GaAs* mätas. *GaAs* har ett direkt bandgap vilket gör att direkt då strålningen har större energi än bandgapet kommer transmittansen börja sjunka drastiskt. *GaAs* har ett tabulerat bandgap på 1.4eV.

Uppgiften bestod i att mäta transmissionen på intervallet 6.7eV till 400cm⁻¹. Detta motsvarar 185nm < λ < 25000nm. De två apparater som skall användas är *Cary 500 Spectrophotometer* och *Perkin-Elmer Modell 1725 FTIR*. Dessa mäter transmissionen på intervallen 175nm < λ < 3300nm resp. 1390nm < λ < 27000nm. I *Cary 500* går ljuset ifrån en lampa, via grovfiltrering, in i en monokromator. Denna delar upp ljuset i dess olika våglängder. Ifrån monokromatorn leds sedan ljuset genom provet in i en detektor för att detekteras och mätas intensitet på. Genom att svepa över olika frekvenser med monokromatorn fås transmissionsspektrat. Förutom mätningarna på provet görs automatiskt referensmätningar. För utförligare beskrivning hänvisas till appendix A.

Perkin-Elmer-spektrometern är mer avancerad. Ljuset går här först igenom en *Michelson*-interferometer. Om ljus med intensiteten $I(k)$ kommer in i interferometern kommer den utgående intensiteten vara $I(k) \cos^2\left(\frac{kd}{2}\right) = I(k) \frac{1+\cos(kd)}{2}$, där d är skillnaden i optisk väg. Det man har gjort är alltså att man ändrat den optiska vägen i en av interferometerarmarna, och på så sätt ändrat interferensen. Efter interferometern går ljuset genom provet som har transmittansen $T(k)$. Totala utgående intensiteten blir därför:

$$u(d) = \int_{-\infty}^{\infty} I(k)T(k) \frac{1+\cos(kd)}{2} dk \quad (3)$$

Spektrometern mäter alltså intensiteten som en funktion av d , och genom att sedan ta fouriertansformen av $u(d)$ i (3) fås $I(k)T(k)$. Den första integralen ses som en medelinten-

sitet i $u(d)$. Genom att jämföra frekvenssammansättningen med och utan prov kan sedan $T(k)$ beräknas.

Utförligare diskussion om detta instrument ges i appendix B.

2.2 Extrauppgift

I extrauppgiften ska vi studera konduktivitetens temperaturberoende hos InSb. Då InSb inte är dopad sker endast intrinsisk ledning. Detta betyder att $n = p = \sqrt{n_0 p_0} e^{-E_g/2k_B T}$. Konduktiviteten blir därför:

$$\sigma = ne\mu_e + pe\mu_h = \sqrt{n_0 p_0} e(\mu_e + \mu_h) e^{-E_g/2k_B T} \quad (4)$$

InSb har vid rumstemperatur konduktiviteten $0.013/\Omega m$. Genom att studera temperaturberoendet kan ett värde på E_g erhållas.

Denna mätning är inte helt trivial. Vi kommer att få använda fyrapunktsmätning för att på ett korrekt sätt mäta resistansen. När vi sedan har mätt resistansen kan vi lätt invertera detta till konduktansen och på så sätt få ut bandgapsenergin.

3 Experiment

3.1 Grunduppgift

3.1.1 Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer

Experimentet genomfördes genom att provet, som redan var finfördelat, tömdes i ett tunnt glaströr. Med en tändsticka smältes glaströret sedan ihop och förslöt provet. Det tunna glaströret med provet monterades sedan i en HUBER Debye-Scherrer kamera. Här gjordes noggranna justeringar på kameran för att undvika att provet presseserades. Om provet skulle göra så hade resultatet blivit sämre. I ett mörkerrum sattes sedan en fotografisk film in i kameran. Slutligen monterades kameran på en Röntgengenerator (Siemens Kristalloflex 710) som belyste provet samtidigt som provet roterade. På detta sätt får vi precis det som efterfrågades i teorin.

Röntgenröret har en Cu-anod och med ett Ni-folie filtreras allt utom de båda K_α -linjerna bort. För koppar får vi då röntgenstrålning med våglängden $1.541837 \text{ \AA}$.

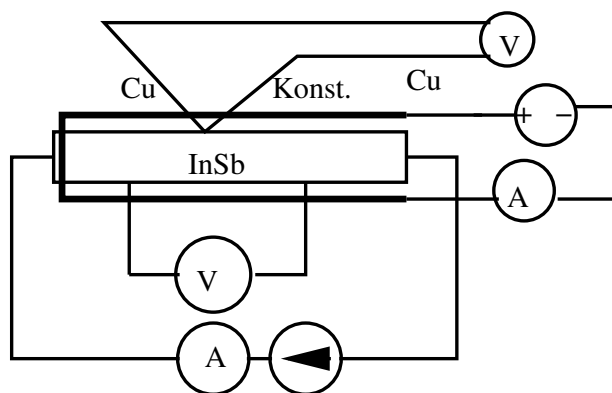
Utrustningen som användes ges i appendix C. Med hjälp av ekvation (1), bestäms sedan parametrarna. Eftersom vi kommer att få flera reflektioner skrevs ett Matlabprogram som när vi väl identifierat strukturen, jämförde samtliga reflektioner. Detta program ges i appendix D.

3.1.2 Mätning av Transmittansen för GaAs

Efter att ha förstått mätutrustningens uppbyggnad är själva experimentet relativt rättfram. Ett färdigt prov av GaAs monterades i mätfacket och med hjälp av en dator gjordes sedan mätningen. Tyvärr som redan indikerats fungerade inte FTIR, så att prata om någon experimentdel här är inte relevant.

3.2 Extrauppgift

Experimentruppställningen för extrauppgiften kan ses i figur 2. Termoelementet i kopplingen var av typ T. Den ena termokoppligen var i kontakt med halvledaren medan den andra var ute i luften. Termospänningen berodde alltså på skillnaden mellan halvledarens och rummets temperatur. För att minska effekten av att luften i lådan värmdes upp skruvade vi av plastlocket. Ifrån termolabben hade vi ett program som omvandlade en spänning till en temperatur. Detta var dock anpassat för att referenskopplingen skulle ligga i ett nollgradigt isbad. Vår referens var rumstempererad och inducerade därför en större motspänning än den hade gjort om referensen varit nollgradig. För att kompensera för detta adderades i programmet en konstant offsetspänning till den uppmätta termospänningen

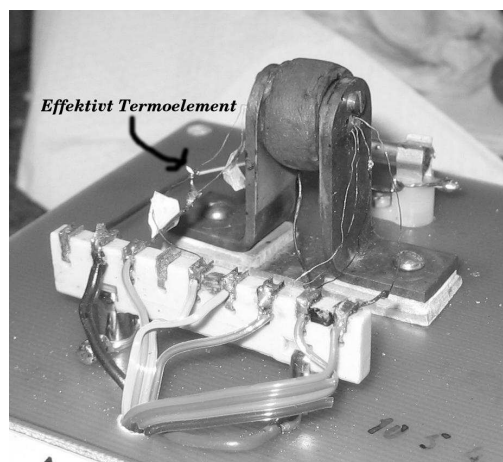
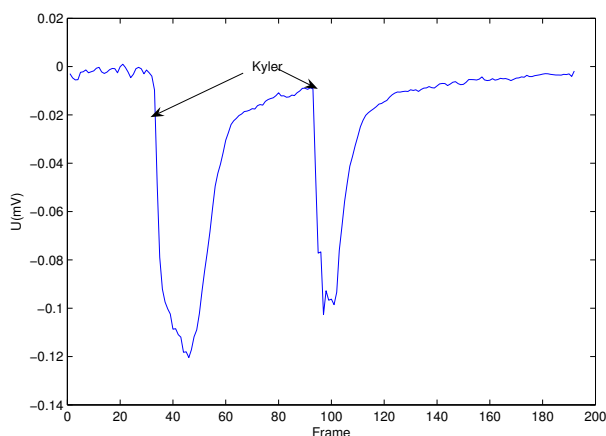


Figur 2: Kopplingschema för mätuppställning. Värdena ifrån multimetrarna lästes med hjälp av GPIB av i LabView.

Då U mättes som en funktion av temperaturen och med $I = 0$ visade det sig att denna inte var konstant. Någonstans i spänningsmätningen uppkom det alltså en terminducerad spänning. Kopplingsschemat för mätanordningen sade ingenting om att spänningsmätningen skulle vara assymetrisk, dvs att olika material användes på de båda sidorna av halvledaren. Den uppkomna spänningen visade dock att så inte var fallet. Genom att kyla olika strategiska punkter i spänningsmätningsskretsen med hjälp av kylspray hittade vi en punkt där två olika material möttes på ena sidan om halvledaren, se figur 3.

För att få reda på resistansen behövde vi ta reda derivatan av ström-spännings-sambandet som en funktion av temperaturen. Detta gjordes genom att för fyra matningsströmmar mäta spänningen som en funktion av temperaturen. Detta gjorde att man visste fyra (U, I) punkter för varje temperatur. Genom att göra en första gradens minstakvadratapproximation kunde sedan resistansen fås fram.

Temperatursvepet gjordes på intervallet 25°C till 95°C . För temperaturen som termoelementet gav behövde systemet vara något så när i termisk jämvikt. För att lyckas med detta ökade ökade vi temperaturen så långsamt att varje mätning tog cirka en timme. Om systemet skulle innehålla små temperaturfluktuationer skulle det inte göra så mycket då temperatursvepet gjordes på samma sätt i de olika mätningarna och eventuella offseter försvinner då man deriverar.



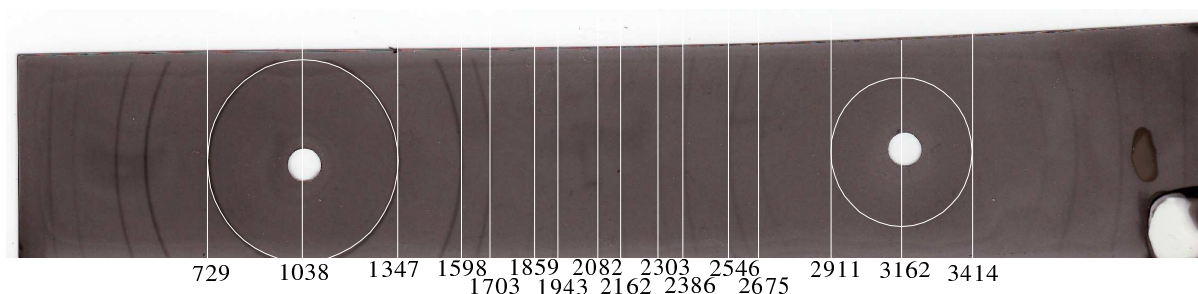
Figur 3: Bilden till vänster visar hur spänningen sjönk då vi kylde på en av lödningarna i spänningsmätningsskopplingen. Bilden till höger markerar var vi kylde då vi såg "gropen".

4 Resultat

4.1 Grunduppgift

4.1.1 Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer

Resultatet som vi fick efter vi framkallat filmen ges i figur 4. I bilden har vi förtydligat



Figur 4: Resultatet efter Röntgenexponeringen

med vita streck för varje reflektion. Siffrorna angivna i figuren är pixelnumret i bilden. Detta ges med en noggrannhet på fyra pixlar. Använder vi sedan ekvationerna (1, 2) får vi följande resultat se tabell 1. Matlabprogrammet som användes ges i appendix D.

Tittar man på första diffraktionsvinkeln ser man direkt att det handlar om en diamantstruktur. Efterföljande punkter bara stärker verifikationen av resultatet. I den sista kolumnen har sedan gitterparametern räknats ut. Medelvärde på detta blir $a = 5.421 \text{ \AA}$. Letar man i tabeller hittar man till exempel i [1] att mätresultatet stämmer väl överens

n	x	θ	$\frac{\sin(\theta_1/2)}{\sin(\theta_n/2)} _{exp}$	$\frac{\sin(\theta_1/2)}{\sin(\theta_n/2)} _{diamant}$	Index	$a(\text{\AA})$
1	1374	0.4963	1.0000	1.0000	111	5.436 ± 0.1269
2	1598	0.8277	0.6107	0.6123	220	5.422 ± 0.0730
3	1703	0.9830	0.5204	0.5222	311	5.417 ± 0.0599
4	1859	1.2138	0.4306	0.4330	400	5.407 ± 0.0559
5	1943	1.3381	0.3960	0.3973	331	5.418 ± 0.0542
6	2082	1.5437	0.3521	0.3535	422	5.415 ± 0.0508
7	2162	1.6621	0.3325	0.3333	511	5.423 ± 0.0487
8	2303	1.8707	0.3052	0.3061	440	5.419 ± 0.0442
9	2386	1.9935	0.2925	0.2927	531	5.431 ± 0.0414
10	2546	2.2302	0.2735	0.2738	620	5.430 ± 0.0351
11	2672	2.4167	0.2627	0.2641	533	5.402 ± 0.0293
12	2911	2.7702	0.2499	0.2500	444	5.434 ± 0.0167

Tabell 1: Mätdata från Debye-Scherrer experimentet

med Kisel som har diamantstruktur och en gitterparameter på $a = 5.430 \text{\AA}$.

Feluppskattning

Använder man standardformeln för felfortplantning av maxfelet enligt [2] får man att det maximala felet i gitterparametern i ekvation (1) blir följande. Det första man gör är att man byter ut vågvektorn mot våglängd, detta gör att man får följande uttryck för a , se ekvation (5).

$$a = \frac{\lambda}{2\sin\frac{\Theta}{2}} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (5)$$

Maxfelet i dessa mätningar ges sedan av ekvation (6)

$$|\Delta a_{max}| = \left| \frac{\partial a}{\partial \lambda} \Delta \lambda_{max} \right| + \left| \frac{\partial a}{\partial \Theta} \Delta \Theta_{max} \right| \quad (6)$$

Där

$$\frac{\partial a}{\partial \lambda} = \frac{1}{2\sin\frac{\Theta}{2}} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad \frac{\partial a}{\partial \Theta} = \frac{\lambda}{4\left(\sin\frac{\Theta}{2}\right)^2} \cos\frac{\Theta}{2} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$

Enligt vad som angavs i laborationen kände vi våglängden med en precision på $\Delta \lambda = 0.5 \cdot 10^{-6} \text{\AA}$. Vinkelfelet är inte lika lätt att uppskatta utan kräver mera diskussion. Som redan sagts mäter vi varje reflektion med fyra pixlars noggrannhet. Formeln för att beräkna vinkeln ges av ekvation (7).

$$\Theta_n = \frac{x_n - x_0}{x_s - x_0} \pi \quad (7)$$

Här är x_0 ingången för strålen och x_s utgången för strålen. För att få det maximala vinkelfelet måste vi alltså göra en feluppskattning av ekvation (7). Detta ger följande se ekvation (8). Observera här att felet för samtliga termer är fyra pixlar.

$$\Delta\Theta_n = \left(\left| \frac{1}{x_s - x_0} \right| + \left| \frac{x_n - x_0}{(x_s - x_0)^2} - \frac{1}{x_s - x_0} \right| + \left| \frac{x_n - x_0}{(x_s - x_0)^2} \right| \right) \Delta x \pi \quad (8)$$

Detta ger ett totalt fel som redovisas i tabell 1.

Nu erhåller vi en oerhörd kunskap om vilka av våra mätningar som är mest kritiska. Detta kan man använda för att göra ett viktat medelvärde av gitterparametern.

Det vill säga; från tabell 1 ser vi vilka mätningar som borde spela liten roll, de med högst fel i. Ett viktat medelvärde skulle kunna anta formen given i ekvation (9).

$$\bar{a} = \sum_i v_i a_i \quad (9)$$

En möjlig vikt för att få beteendet vi vill är att v_i följer ekvation (10)

$$v_i = \frac{\frac{1}{\Delta a_i}}{\sum_j \frac{1}{\Delta a_j}} \quad (10)$$

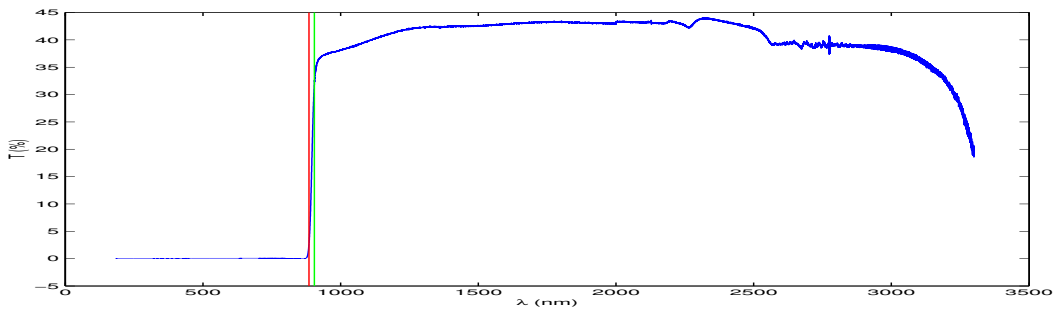
Använder vi detta och får vi istället $\bar{a} = 5.4225\text{\AA}$. Ett nytt uppskattat effektivt fel följer ur ekvation (11)

$$\Delta\bar{a} = \sum_i v_i \Delta a_i \quad (11)$$

Detta ger ett fel $\Delta\bar{a} = 0.0423\text{\AA}$.

4.1.2 Mätning av Transmittansen för GaAs

Resultatet från denna mätning ges i figur 5. Det som främst intresserar oss i detta ex-



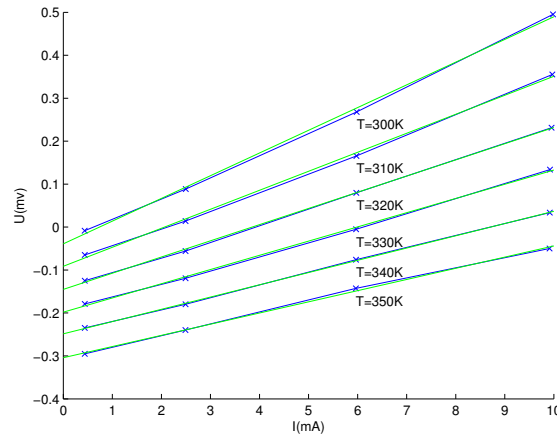
Figur 5: Resultatet efter transmittansmätningen

periment är bandgapsenergin. I figuren har vi lagt in våglängderna $\lambda = [885\text{nm}, 905\text{nm}]$, detta motsvarar bandgapsenergierna $E_G = [1.4\text{eV}, 1.37\text{eV}]$. Som man också kan se så sjunker transmittansen vid höga frekvenser. Jämförde man med andra prover förekom detta också, det vill säga att detta är främst en effekt av att vi närmat oss gränsen för maximal upplösning hos instrumentet.

4.2 Extrauppgift

Spänningen och temperaturen visade innehålla mycket brus. Detta gjorde att sambandet $U(T)$ som erhöles ur datan blev osäkert. För att få fram en stabil signal ersattes värdet i varje punkt med medelvärdet av de 150 närmaste punkterna. Då förändringarna i systemet kan betraktas som linjära under en tidsrymd av 150 frames borde medelvärdesbildningens inverkan vara liten. Om den skulle ge en förskjutning av temperaturen eller spänningen borde detta vara av underordnad betydelse då temperatursvepet gjordes på samma sätt vid alla mätningar.

Det uppmätta och minstakvadratapproximerade ström-spännings-sambandet för sex olika temperaturer kan ses i figur 6. Som man kan se stämmer en första ordningens min-



Figur 6: Kantiga linjen motsvarar mätvärden för de olika matningsströmmarna. Raka strecket motsvarar minstakvadratapproximation. Som man kan se är sambandet synnerligen linjärt och ohms lag gäller så när som på den terminducerade offsetspänningen.

stakvadratuppskattning väl överrens med datan. Då $\log(R)$ plottas som en funktion av $1/T$ fås figur 7. Som man kan se är sambandet ytterst linjärt. Om resistansen varierar med temperaturen som det föreslogs i teoriavsnittet fås formeln

$$E_g = 2k_B \frac{\partial(\ln R)}{\partial(1/T)} \quad (12)$$

Detta ger bandgapsenergin 0.27eV. Då en linjär minstakvadratuppskattning görs löser man ekvationen $A^T A b = A^T d$, där b är minstakvadratmetodsuppskattningskoefficienterna (b_2 motsvarar R eller koefficienten som ger E_g , dvs lutningen på våran minstakvadratapproximation $E(n)$), d är spänningen U eller $\ln R$ och A är en matris med 1 i första kolumnen och $x(i)$ i vårt fall I och $1/T$ i andra. Denna har lösningen $b = (A^T A)^{-1} A^T d = B d$. Då vektorn d innehåller ett fel Δd och då ovanstående samband är linjärt blir felet i lutningen

$$|\Delta b_2| = \left| \sum_i^n B_{2i} \Delta d_i \right| < \sum_i^n B_{2i} |\Delta d_i| \quad (13)$$

Istället för att se både $1/T$ och $\ln R$ som osäkra kan man approximativt se $1/T$ som bestämd och låta felet i $1/T$ visa sig som ett felaktigt avläsande av $\ln R$. Detta ger att

$$\Delta \ln R = \left| \frac{\partial \ln R}{\partial (1/T)} \Delta \left(\frac{1}{T} \right) \right| + \left| \frac{\partial \ln R}{\partial R} \Delta R \right| = \left| \frac{\partial \ln R}{\partial (1/T)} \frac{\Delta T}{T^2} \right| + \left| \frac{\Delta R}{R} \right| \quad (14)$$

Första termen i högerledet är den derivata laborationen gick ut på att mäta. Osäkerheten i ΔT sätts till $1^\circ C$. Detta kan tyckas som ett stort tal, men vi vet faktiskt inte hur temperaturfördelningen i halvledarkopplingen ser ut. Det svåra är nu att uppskatta ΔR . Även ΔR erhöles genom en minstakvadratapproximation. Strömmen var mycket lättmätt och innehöll mycket lite brus. Detta gör att felet som strömosäkerhet ger upphov till är försvinnande litet jämfört med osäkerheten i temperatur och spänning. Osäkerheten av spänningen(indatan) i minstakvadratuppskattningen kan skrivas som

$$\Delta U = \Delta U_{mat} + \left| \frac{\partial U}{\partial T} \Delta T \right| \quad (15)$$

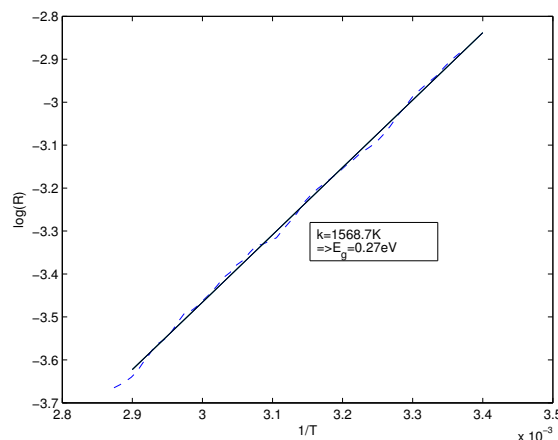
$\frac{\partial U}{\partial T}$ varierar naturligtvis med strömmen. Temperaturen har störst inverkan på spänningen för stora strömmar. Detta kan ses i figur 6 genom att linjerna går längre isär i högra sidan av bilden. Största $\frac{\partial U}{\partial T}$ kan därmed uppskattas till 0.015 mV/K . Om $\Delta U_{mat} = 0.01 \text{ mV}$ fås $\Delta U = 0.025 \text{ mV}$ och när minstakvadratmatriserna beräknas fås att $\Delta R < 0.0062 \Omega$. Då detta används för att beräkna maximala felet i energin fås 0.19 eV . Maximalfelsberäkningen överksattar felet grovt. Om vi istället gör en uppskattning av standardavvikelsen med formeln

$$\sigma = \sqrt{\sum_i^n (B_{2i} \Delta d_i)^2} \quad (16)$$

fås $\sigma_R \approx 0.0035 \Omega$ och $\sigma_E \approx 0.018 \text{ eV}$. Observera att man får ta ovanstående minstakvadratuppskattning med en nypa salt, men den borde ändå ge en fingervisning om felets storlek.

5 Diskussion och slutsats

Det vi nu gjort är att vi först bestämde vilket grundämne ett okänt prov bestod med hjälp av Debye-Scherrers röntgendiffraktionsmetod. Det vi gjorde här var alltså att vi besköt ett fint pulver av provet med röntgenstrålning med en väldefinierad våglängd. Genom att titta på diffrakterade vinklar kunde vi sedan bestämma att kristallen hade diamantstruktur med en gitterparameter på $\bar{a} = 5.4225 \pm 0.0423 \text{ Å}$. Detta stämmer väl överens med tabulerade värden på 5.43 Å för kisel, som också har diamantstruktur. Tyvärr fick vi inte rätt på tredje decimalen, så till en nästa gång hade vi kunnat försöka ställa in provet ännu bättre. Vi hade också kunnat välja att titta på medelfelet istället för maxfelet, ibland är maxfelet lite väl kritiskt. Diffusheten i linjerna kommer av att provet har en effektiv bredd. Detta fel hade kunnat minskas genom att bygga en burk med större radie och exponerat under



Figur 7: Figuren visar $\ln(R)$ som en funktion av $1/T$. Om $R = R_0 e^{E_g/2kT}$ fås E_g till 0.27eV. Resistansen har här beräknats för varje hel grad mellan 297K och 349K.

längre tid så att ringarna längst bort, som ger noggrannast värde på gitterparametern, blir tydligare.

I den andra delen av grunduppgiften tittade vi på transmissionen genom GaAs. För att göra detta använde vi färdig mätutrustning. Genom denna mätning kunde vi sedan bestämma bandgapsenergin. Bandgapet i GaAs anges vara direkt i litteratur, tittar man dock noggrannt i vårt resultat ser vi vissa antydningar på att bandgapet inte skulle vara så. Ett indirekt bandgap yttrar sig som att vi har en ökande absorption precis innan bandgapet. Tyvärr kan vi inte förklara varför det är så, vi har heller inte lyckats förklara varför transmissionen på höga våglängder är så brokig som den ser ut att vara.

Som indikerats var vi inte heller riktigt nöjda med vår förmåga att bestämma bandgapsenergin. Till en nästa laboration hade man kunnat förbättra detta genom att kontrollera kalibreringen av instrumentet. Hade den andra maskinen också fungerat hade vi fått ett visst överlapp i mätningen där vi kunnat kontrollera vilka av brokigheterna som ämnet ger upphov till och vilka som följer ur maskinfel.

Det sista vi gjorde i vårt experiment var att vi undersökte resistansen temperaturberoende för InSb. Genom dessa mätningar kunde vi få fram bandgapsenergin till $0.27 \pm 0.02 \text{ eV}$. Tyvärr stämde inte bandgapsenergin med tabulerade värden. Då vi hade en oerhörd massa mätpunkter som låg på ett sätt som överrenstämde mycket bra med teorin är vi övertygade om att det var något fel på halvledaren. En möjlig förklaring till detta kan vara att provet är kontaminerat. Vissa typer av halvledare är väldigt svåra att få riktigt rena. För dopade halvledare brukar laddningsbärartätheten variera enligt $e^{E_g/kT}$, och med detta beroende fås istället $E_g = 0.135 \pm 0.01 \text{ eV}$. Förbättringar i mätningen skulle först och främst kunna göras på tre sätt. För det första skulle man kunna göra en koppling som inte har någon terminducerad spänning som gör att onödigt avancerade mätmetoder krävs. För det andra skulle man kunna ha ett referenstermoelementet i ett isbad och därigenom få noggrannare temperaturmätningar. För det tredje skulle man kunna variera värmeströmmen

med en funktionsgenerator. På så sätt skulle man få en jämnare och mer standardiserad uppvärmning. Den skulle även kunna göras långsammare vilket gör att man får fler punkter att ta medelvärde på och eventuella temperaturfluktuationer jämnas ut.

Referenser

- [1] C.Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, Wiley, New York, 1996.
- [2] C.Nordling, J.Österman, *Physics Handbook*, Studentlitteratur, Lund, 1999.

A Cary 500

A.1 Metodens princip

Cary500 bygger på en dispersiv metod. Principen för metoden är klassisk. Man har ett prov (fast, flytande eller gas) och låter strålning med intensiteten I_0 transmittas genom provet. Från provet får man sedan ut intensiteten I . En intressant enhet att titta på är absorptansen A , definierad enligt (17) och transmittansen T definierad enligt (18).

$$A = {}^{10}\log \frac{I}{I_0} = 0.434 \ln \frac{I}{I_0} \quad (17)$$

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (18)$$

Om strålningen till exempel kommer från en svartkropp innehåller I_0 samtliga våglängder. Mäter man sedan på I och jämför med I_0 kan man få information om vilka ämnen som funnits i provet. Det som händer med strålningen när den passerar provet är att vissa våglängder, unika för olika grundämnen och molekyler, absorberas.

Har vi ett prov i gasform orsakas av absorptionen främst tre saker: Elektronövergångar mellan olika elektronorbitaler, vibrationsövergångar och rotationsövergångar. Övergångarna mellan olika elektronorbitaler brukar framträda i det synliga spektrat, vibrationsövergångarna syns för korta våglängder i det infraröda spektrat och rotationsövergångarna för långa våglängder i det infraröda spektrat. Ofta följs en elektronövergång av vibrationsövergångar, det vill säga att elektrontoppen splittras. På samma sätt splittras en vibrationsövergång upp av rotationsövergångar. Storleken av dessa övergångar är unika för varje ämne och varje molekyl.

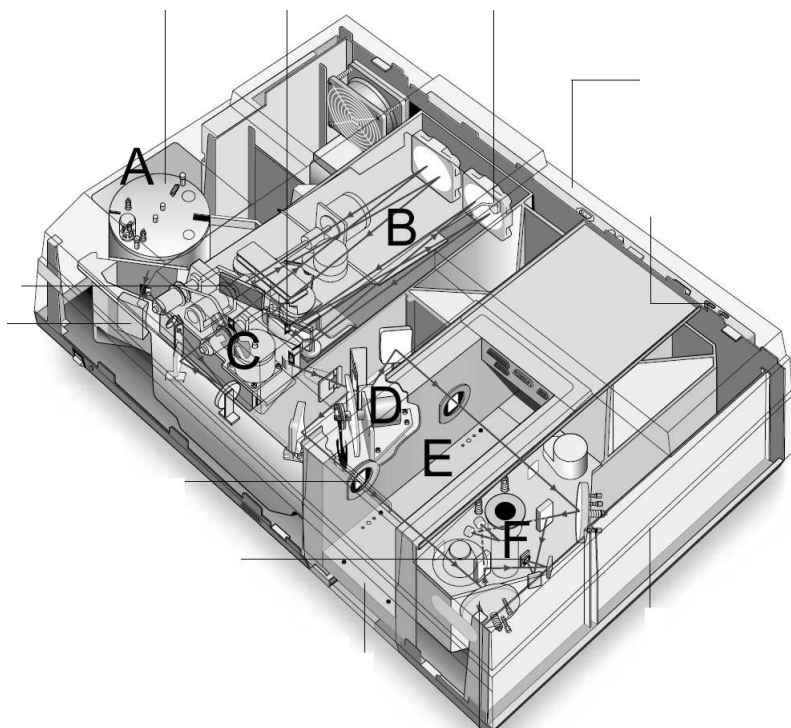
För ett fast prov, som ett halvledarämne kan man istället se bandövergången. Då energin blir tillräckligt hög kommer infallande fotoner att absorberas och transmittansen sjunker.

Det vi har är alltså en strålning med intensiteten I som innehåller information om provets sammansättning. För att ta reda på vilka våglängder ($\propto 1/\text{energi}$) som absorberats måste vi sönderdela I och titta på intensiteten för varje våglängd, detta gör en spektrometer.

A.2 Mätinstrumentets uppbyggnad

Öppnar man instrumentet ser det ungefär ut som i figur 8. Det vi har här är A, en lampa. Lampan är egentligen två lampor som byts när man bytar mätintervall. Cary 500 mäter i intervallet $175\text{nm} - 3300\text{nm}$. För att kunna mäta från det ultraviolette ljuset till det infraröda krävs två olika käll-lampor (i UV D_2 och i det synliga QI).

Strålningen från källan går sedan genom ett filter till B och C som är två spegelvända monokromatorer. Filtret har man för att underlätta monokromatorns arbete, till exempel andra ordningens interferenser av lägre våglängder skall ej kunna ses när man mäter på en viss våglängd. Den första monokromatorn delar upp ljuset med ett gitter (1200 linjer/mm i



Figur 8: Principen för Cary 500

UV-synliga 300 linjer/mm för IR). Genom att vinkla gittret och låta det reflekterade ljuset gå genom en slutare isoleras endast en våglängd av ljuset. Detta ljus går sedan genom den andra monokromatorn, endast för att avvikelser introducerade i den första ska tas bort. Till monokromatorerna finns en ingångsslutare och en utgångsslutare, genom att justera bredden på dessa bestäms upplösningen på instrumentet.

Efter monokromatorn går ljuset till en delare D, (chopper). Detta är en cirkulär platta som roterar med frekvensen 30Hz. Den cirkulära plattan är indelad i tre lika stora delar. En del är en spegel som leder ljuset till ena ingångshålet i provkammaren E, den andra delen är bortskuren för att leda ljuset till det andra ingångshålet i provkammaren. Den tredje biten av skivan är svart för att absorbera så mycket ljus som möjligt. Det är under denna tid som gittret flyttas, det vill säga vi byter våglängd att mäta på. Med Cary 500 kan man ställa in att man vill göra flera mätningar på samma våglängd, då roterar inte gittret efter varje varv på skivan. Fördelen med den ovan beskrivna tekniken är att man gör referensmätningen och provmätningen med exakt samma våglängd. Den tidigare vanliga tekniken var att man bara lät gittret snurra. Detta innebär att referensmätningen och provmätningen gjordes med viss offset.

I E finns sedan ett prov och en referens som ljuset går genom. Efter detta speglas ljuset in till en detektor F, som är en vanlig fotomultiplikatortub, där intensiteten omvandlas till en elektrisk signal. Man mäter alltså först på det ena provet och registrerar intensiteten, sedan mäter man på det andra provet och jämför de båda intensiteterna. Eventuella skill-

nader visar sig sedan som en dal i resultatet. Resultatet visas grafiskt, absorption som funktion av våglängd.

A.3 Vad kan mätas med metoden?

Precis som ovan beskrivits kommer vi alltså att mäta förekomsten av olika ämnen. Men man kan alltså också använda maskinen för att bestämma bandgapsenergin för halvledare.

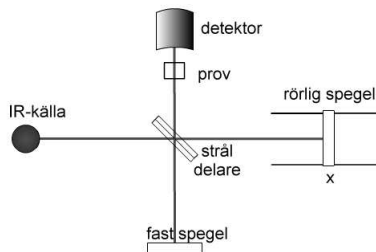
A.3.1 Metodens styrka och svagheter

Mätmetoden är väldigt kraftfull. Upplösningen kan man få så god som 0.1 nm i UV/synliga och 0.4 nm i NIR (det nära infraröda) området. Den största fördelen med denna apparat är det breda våglängdsintervallet man kan mäta över. En stor svaghet är dock att metoden är intensitetsberoende. Ju starkare signal man behöver, desto mer ljus måste man släppa genom spalterna, desto bredare våglängdsintervall och desto sämre upplösning.

B Perkin Elmer FTIR 1725

B.1 Metodens princip

Metoden bygger på att man använder Fouriertransform. Principen följer ur figur 9, detta är en vanlig michelsoninterferometer fast provet är satt efter de båda strålarna konvergerat. Det man gör är att man flyttar den ena spegeln kontinuerligt samtidigt som man registrerar



Figur 9: Principen för FTIR

intensiteten i detektorn. Det man får är en väldigt stark signal när de båda strålarna är i fas. Signalen går sedan snabbt mot noll när fasen ändrar sig. Antar man att signalen endast har två komponenter superponerade se (19)

$$u_{1,2} = A \cos(\omega t - kx_{1,2}) \quad (19)$$

Superponerar man dessa får man intensiteten enligt (20). Här är $y = (x_2 - x_1)/2$

$$I(y) = (u_1 + u_2)^2 = A^2 \frac{[1 + \cos(ky)]}{2} \quad (20)$$

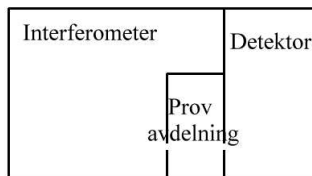
Definierar man vågtalet som $\nu = \frac{1}{\lambda}$ och låter amplituden på de olika vågorna variera med vågtalet $A^2 = G_\nu$ får vi $I(y) = 0.5G_\nu [1 + \cos(2\pi\nu y)]$. Om man sedan lägger ihop flera vågor med olika amplitud och vågtal får man (21)

$$I(y) = 0.5 \int_0^\infty G(\nu) [1 + \cos(2\pi\nu y)] d\nu \quad (21)$$

Det vi mäter på är $I(y)$. Men vi är intresserade av amplituden som funktion av vågtalet. Detta får vi genom att Fouriertransformera (21). Detta görs vanligen via FFT direkt i mätdata.

B.2 Mätinstrumentets uppbyggnad

Utöver principen som ovan nämnts finns det inte så mycket att säga om mätinstrumentets uppbyggnad, principiellt ser det ut som i figur 10. En keramisk luftkyld källa hålls vid



Figur 10: Principen för mätinstrumentet

1400K och emitterar strålning till interferometern. Efter interferometern går strålen ut till ett utrymme där man kan placera sitt prov. Det man först måste göra är att köra en bakgrundsmätning så att man kompenserar för atmosfären och våglängdsberoende absorptioner i KBr stråldelaren.

Efter provet kommer detektorn som är en temperatur stabiliserad FR-DTGS (Fast Recovery - Deuterated Tri-Glycine Sulphate) detektor.

B.3 Vad kan mätas med metoden?

Det som mäts med metoden är samma sak som för Cary500.

B.3.1 Metodens styrka och svagheter

Fördelen med metoden är att man kan mäta alla frekvenser samtidigt. Metoden blir på detta sätt mycket snabbare än den första dispersiva metoden. Ett problem man har med den dispersiva metoden är också att ju bättre upplösning man kräver desto mindre intensitet får man ut (man måste stänga slutarna). I allmänhet har det infraröda ljuset låg intensitet, för FTIR behöver man inga slutare eftersom man inte behöver isolera någon frekvens, på så sätt får man en större intensitet. En annan fördel är att upplösningen är lika bra för alla våglängder. I manualen anges att upplösningen går från $2 - 64\text{cm}^{-1}$.

C Utrustning

C.1 Grunduppgift

C.1.1 Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer

- Prov D
- Tunna Glasrör
- Tändstickor
- HUBER DS-Kamera
- Röntgengenerator Siemens Kristalloflex 710
- 35 mm röntgenfilm, framkallnings- och fixeringsvätskor
- Centreringsmikroskop

C.1.2 Mätning av Transmissionen för GaAs

- Monterat GaAs prov
- Cary500 Spectrophotometer med tillhörande styrdator
- Perkin Elmer FTIR 1725 med tillhörande styrdator

C.2 Extrauppgift

- Färdigt monterat prov med InSb för resistans och temperaturmätning
- 2 HP-34401A Multimetrar
- Pc med GPIB och LabVIEW
- 6V batteri
- Kylspray

D Matlab programkod

D.1 Grunduppgift

D.1.1 Strukturbestämning med hjälp av Debye-Scherrer

BraFasta.m

```
d=[1374 1598 1703 1859 1943 2082 2162 2303 2386 2546 2672 2911]';d0=1038.5;ds=3162;
theta=pi.*(d-d0)./(ds-d0);
sin2=sin(theta(1)/2)./sin(theta./2);
DimondIndex(30);
ind=ans(1:length(d),:);
Jamforelse=[d theta sin2 ind(:,4) ind(:,1:3)];
Jamforelse=[Jamforelse 1.541837./2.*sqrt(Jamforelse(:,5).^2+Jamforelse(:,6).^2+Jamforels
```

DiamondIndex.m

```

function out=DimondIndex(n)
%Skaffar indexen
i=1;
for(x=0:n)
    for(y=0:n)
        for(z=0:n)
            if(abs(1+(-1)^(x+y)+(-1)^(x+z)+(-1)^(y+z))>0.001)
                if(abs(1+(-1)^((x+y+z)/2))>0.001)
                    o(i,1)=x;
                    o(i,2)=y;
                    o(i,3)=z;
                    i=i+1;
                end
            end
        end
    end
end
Nr=0;
o
%Sorterar indexen
out=zeros(1,4)
lastsmallest=0;
for(a=1:(i-1))
    smallest=1000000000000000;
    ind=-1;
    for(b=1:(i-1))
        d=o(b,1)^2+o(b,2)^2+o(b,3)^2;
        if(d<smallest&& d>lastsmallest)
            ind=b;
            smallest=d;
        end
    end
    if(ind>0)
        out(Nr+1,:)=[o(ind,:) sqrt(3)/(sqrt(o(ind,1)^2+o(ind,2)^2+o(ind,3)^2))];
        Nr=Nr+1;
    end
    lastsmallest=smallest;
end
end

```

D.2 Extrauppgift

AntiBrus.m

```
function Vout=AntiBrus(Vin,n)
for(i=floor(n/2)+1):(length(Vin)-floor(n/2))
    Vout(i-floor(n/2))=sum(Vin((i-floor(n/2)):(i+floor(n/2))))/(2*floor(n/2)+1);
end
```

GetN.m

```
function N=GetN(T,t)
bestDiff=1000;
for(i=1:length(t))
    if(abs(t(i)-T)<bestDiff)
        N=i;
        bestDiff=abs(t(i)-T);
    end
end
```

GetR.m

```
function R=GetR(T,t1,t2,t3,t4,u1,u2,u3,u4,i1,i2,i3,i4)
for(i=1:length(T))
    n1=GetN(T(i),t1);
    n2=GetN(T(i),t2);
    n3=GetN(T(i),t3);
    n4=GetN(T(i),t4);
    iv=[i1(n1) i2(n2) i3(n3) i4(n4)];
    uv=[u1(n1) u2(n2) u3(n3) u4(n4)];
    k=polyfit(iv,uv,1);
    R(i)=k(1);
%    R(i)=(u1(n1)-u2(n2))/(i1(n1)-i2(n2));
end
```

PlotLines.m

```
function PlotLines(T,t1,t2,t3,t4,u1,u2,u3,u4,i1,i2,i3,i4)
clg;
hold on;
for(i=1:length(T))
    n1=GetN(T(i),t1);
    n2=GetN(T(i),t2);
    n3=GetN(T(i),t3);
    n4=GetN(T(i),t4);
    iv=[i1(n1) i2(n2) i3(n3) i4(n4)];
    uv=[u1(n1) u2(n2) u3(n3) u4(n4)];
    plot(iv,uv,'-x');
    k=polyfit(iv,uv,1);
    plot([0 10],[k(2),10*k(1)+k(2)],'-g')
    text(iv(3),uv(3)-0.03,sprintf('T=%dK',T(i)));
end
xlabel('I(mA)')
ylabel('U(mv)')
```

E LabVIEW programkod

F Lablog