

Министерство образования Республики Беларусь
Учреждение образования
«Белорусский государственный университет
информатики и радиоэлектроники»



Кафедра электронной техники и технологии

В.В. Баранов, Г.М. Шахлевич, Е.В. Телеш

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

по дисциплине «Материаловедение»
для студентов специальностей
«Проектирование и производство РЭС»,
«Электронно-оптическое аппаратостроение»,
«Медицинская электроника»
всех форм обучения

В 2-х частях

Часть 2

Минск 2003

УДК 620.22 (621.382)

ББК 32.85 я 73

Б 82

Баранов В.В.

Б82 Лабораторные работы по дисциплине «Материаловедение» для студ. спец. «Проектирование и производство РЭС», «Электронно-оптическое аппаратостроение», «Медицинская электроника» всех форм обучения: В 2 ч. Ч. 2 / В.В. Баранов, Г.М. Шахлевич, Е.В. Телеш. – Мн.: БГУИР, 2003. – 52 с.: ил.

ISBN 985-444-538-0 (ч. 2).

Лабораторные работы составлены в соответствии с программой дисциплины «Материаловедение» и включают исследования характеристик проводниковых, полупроводниковых, ферромагнитных и сегнетоэлектрических материалов.

Предназначены для закрепления и углубления теоретических знаний, полученных на лекциях и в процессе самостоятельного изучения дисциплины, приобретения практических навыков в измерении основных параметров электрорадиотехнических материалов.

УДК 620.22 (621.382)

ББК 32.85 я 73

Ч. 1: Шахлевич Г.М., Боженков В.В., Костюкевич А.А. Лабораторные работы по дисц. «Материаловедение» для студ. спец. «Проектирование и производство РЭС», «Электронно-оптическое аппаратостроение», «Медицинская электроника»: В 2 ч. – Мн.: БГУИР, 2001.

ISBN 985-444-538-0 (ч. 2)

ISBN 985-444-129-6

© Баранов В.В., Шахлевич Г.М.,
Телеш Е.В., 2003

© БГУИР, 2003

СОДЕРЖАНИЕ

Лабораторная работа № 1. Исследование электрофизических характеристик проводниковых материалов

Лабораторная работа № 2. Определение электрофизических характеристик полупроводниковых материалов

Лабораторная работа № 3. Исследование характеристик магнитных материалов

Лабораторная работа № 4. Исследование электрофизических свойств сегнетоэлектриков

Библиотека БГУИР

Лабораторная работа № 1

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПРОВОДНИКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Цели работы: ознакомиться с классификацией проводниковых материалов, основами проводимости металлов и сплавов, факторами, влияющими на электрофизические характеристики проводников; экспериментально определить удельное объемное сопротивление, температурный коэффициент сопротивления и коэффициент механического сопротивления ряда проводников.

Теоретические сведения

Проводниковые материалы широко применяются в электронной технике. В основном, это проводники 1-го рода, в которых протекание тока обусловлено дрейфом свободных электронов под действием внешнего электрического поля. В проводниках 2-го рода перенос тока осуществляется как ионами, так и электронами.

Согласно классической электронной теории металлов, твердый проводник представляет собой систему из узлов кристаллической ионной решетки, внутри которой находится «электронный газ», состоящий из коллективизированных (свободных) электронов. В коллективизированном состоянии от каждого атома отделяется от одного до двух электронов. Под действием внешнего электрического поля напряженностью \vec{E} свободные электроны помимо скорости теплового движения приобретают компоненту дрейфовой скорости. В изотропном металле направление плотности тока \vec{j} совпадает с направлением внешнего поля \vec{E} . В этом случае объемная электропроводность S_0 является скалярной величиной и связь между \vec{j} и \vec{E} определяется законом Ома

$$\vec{j} = \sigma_0 \vec{E}. \quad (1.1)$$

Теория электропроводности металлов Друде–Лоренца дает следующее выражение для электропроводности S_0 и удельного объемного сопротивления ρ_v :

$$S_0 = \frac{1}{r_v} = \frac{ne^2 l}{m^* v} = en\mu, \quad (1.2)$$

где n – концентрация свободных электронов; e – заряд электрона, $1,6 \cdot 10^{-19}$ Кл; l – средняя длина свободного пробега электронов; m^* – эффективная масса электрона; v – средняя скорость движения электрона; μ – подвижность

электронов, принимаемая равной скорости их дрейфа по полю напряженностью 1 В/м.

Удельное объемное сопротивление проводника правильной геометрической формы с поперечным сечением S и длиной L вычисляется по формуле

$$r_v = \frac{RS}{L} \text{ Ом м.} \quad (1.3)$$

Для различных металлов ρ_v в основном определяется длиной свободного пробега. Скорость теплового хаотического движения примерно одинакова для всех металлов. Незначительно отличаются также и концентрации свободных электронов, например, для серебра $n = 5,9 \cdot 10^{28} \text{ м}^{-3}$, для меди $n = 8,5 \cdot 10^{28} \text{ м}^{-3}$, для алюминия $n = 8,3 \cdot 10^{28} \text{ м}^{-3}$. Поэтому величина ρ_v в основном зависит от средней длины свободного пробега электронов в данном проводнике.

Рассмотрим факторы, влияющие на длину свободного пробега в металлах. Прежде всего, сильное влияние оказывает температура проводника, так как с ее ростом усиливаются колебания частиц в узлах кристаллической решетки, вероятность столкновения последних с электронами возрастает, что приводит к уменьшению подвижности носителей, соответственно к снижению средней длины свободного пробега и увеличению ρ_v (рассеивание на фононах). При температурах, близких к абсолютному нулю, тепловые колебания практически отсутствуют, поэтому рассеивание электронов происходит только на структурных дефектах. Степень влияния температуры на удельное объемное сопротивление оценивается температурным коэффициентом сопротивления (ТКС)

$$\alpha = \frac{1}{\rho_v^0} \frac{\Delta \rho_v}{\Delta T} \text{ град}^{-1} (\text{K}^{-1}), \quad (1.4)$$

где ρ_v^0 – удельное объемное сопротивление при начальной температуре; $\Delta \rho_v$ – изменение величины ρ при нагреве; ΔT – изменение температуры. Если пренебречь тепловым расширением проводника, то можно считать

$$a = \frac{1}{R_0} \frac{(R_T - R_0)}{T_T - T_0}, \quad (1.5)$$

где R_0 и R_T – сопротивление проводника соответственно до и после нагрева; T_0 и T_T – начальная и конечная температуры.

Для чистых непереходных металлов α приблизительно равно $4 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$. Переходные и ферромагнитные материалы имеют повышенное значение ТКС ($\sim 10^{-2} \text{ K}^{-1}$). Аномалии в температурных зависимостях ρ_v ферромагнитных материалов объясняются переходом последних в парамагнитное состояние при температурах выше температуры Кюри.

Чистые металлы характеризуются наименьшими значениями ρ_v . Наличие примесей искажает кристаллическую решетку и приводит к увеличению сопротивления. В реальных металлах имеются различные нарушения периодичности решетки (дислокации, вакансии, бивакансии, примеси инородных атомов и т.д.), что приводит к тому, что, кроме фононного электроны претерпевают и другие виды рассеивания. Атомы примеси, вакансии, дислокации, как правило, имеют эффективный электрический заряд, отличающийся от заряда основных атомов металла, поэтому они служат источниками рассеивания электронов. Установлено, что если атомы примеси имеют одинаковую валентность с атомами основного металла, то каждый атомный процент примеси повышает ρ_v основного металла на 10 %. Если валентность примесных атомов отличается от валентности основного металла, то атомный процент примеси повышает удельное сопротивление примерно на порядок. Это объясняется сильным искажением кристаллической решетки металла.

При небольшой концентрации примесей и дефектов в металле его удельное объемное сопротивление можно представить в соответствии с правилом Маттисона в виде

$$\rho_v = \rho_{\text{реш}}(T) + \rho_{\text{деф}} + \rho_{\text{прим}}, \quad (1.6)$$

где $\rho_{\text{реш}}(T)$ – зависящее от температуры сопротивление металла с идеальной структурой; $\rho_{\text{деф}}$ – сопротивление, обусловленное дефектами (остаточное сопротивление); $\rho_{\text{прим}}$ – вклад в сопротивление, вносимый примесями.

На удельное объемное сопротивление проводников влияет и деформация. Изменение ρ_v при упругом растяжении или сжатии можно приближенно оценить формулой

$$\rho_v^s = \rho_v^o (1 \pm j \sigma), \quad (1.7)$$

где ρ_v^s – удельное объемное сопротивление металла при механическом напряжении σ ; ρ_v^o – удельное объемное сопротивление металла, не подверженного механическому напряжению; ϕ – коэффициент механического напряжения. Знак "плюс" соответствует растяжению, а "минус" – сжатию.

Зависимость ρ_v от вида и величины упругой деформации объясняется изменением амплитуды колебаний атомов в узлах кристаллической решетки. Увеличение амплитуды при растяжении обуславливает уменьшение подвижности и длины свободного пробега электронов и, как следствие, возрастание ρ_v . Уменьшение амплитуды при сжатии, наоборот, приводит к снижению ρ_v . Величина ϕ составляет $10^{-10} - 10^{-13} \text{ Па}^{-1}$.

Пластическая деформация, как правило, повышает ρ_v на 5–8% из-за искажения кристаллической решетки, увеличения количества дефектов и границ зерен. В сплавах типа твердых растворов замещения этот эффект может проявляться значительно сильнее (рост ρ_v на 22–40%). При рекристаллизации

путем термической обработки (отжига) ρ_v может быть снижено до первоначального значения.

Агрегатное состояние проводника также оказывает сильное влияние на удельное объемное сопротивление. При плавлении металла ρ_v , как правило, скачкообразно увеличивается в 1,5–2 раза (рис. 1.1). Однако у таких металлов как висмут, сурьма, галлий, плотность которых при плавлении уменьшается, ρ_v при плавлении снижается.

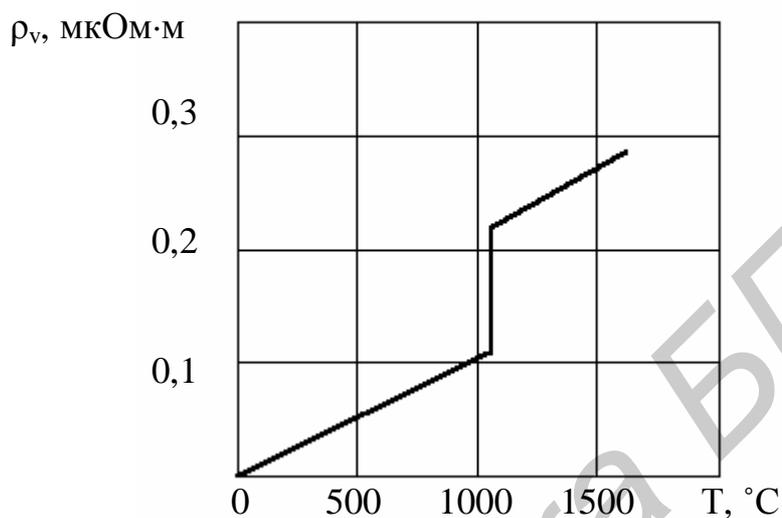


Рис. 1.1. Зависимость ρ_v меди от температуры, скачок при температуре плавления 1083 °C

Так как металлы и сплавы имеют поликристаллическую структуру, то размер зерна также влияет на удельное объемное сопротивление. Чем меньше размер зерен, тем больше границ между зернами придется преодолевать электрону, т.е. ρ_v возрастает.

Электрофизические характеристики металлических сплавов имеют свои особенности. Как указывалось выше, примеси и дефекты структуры увеличивают ρ_v . Значительное возрастание ρ_v наблюдается при сплавлении двух металлов в том случае, если они образуют твердый раствор, т.е. создают при затвердевании совместную кристаллизацию и атомы одного металла замещают атомы другого в кристаллической решетке. Зависимость удельного объемного сопротивления и температурного коэффициента сопротивления сплава меди и никеля, образующих твердый раствор замещения, от состава представлена на рис. 1.2. Кривая имеет максимум, соответствующий некоторому соотношению компонентов в сплаве; при уменьшении содержания каждого из них ρ_v падает, приближаясь к соответствующему ρ_v чистых металлов. В сплавах с неограниченной растворимостью максимум ρ_v приходится на 50%-ный состав. Этому отвечают и минимум ТКС и максимум твердости, что свидетельствует о химическом взаимодействии компонентов. Растворение переходных металлов в металлах 1-й группы (Cu, Au, Ag и т.д.)

ведет к значительному (аномальному) возрастанию ρ_v , что можно объяснить снижением числа свободных электронов из-за частичного ухода валентных электронов металла 1-й группы на заполнение свободных уровней в d- и f-зонах переходного металла.

Для температурного коэффициента сопротивления обычно наблюдается следующая закономерность: относительно высокими значениями ТКС обладают чистые металлы, а у сплавов ТКС меньше и даже может приобретать не-

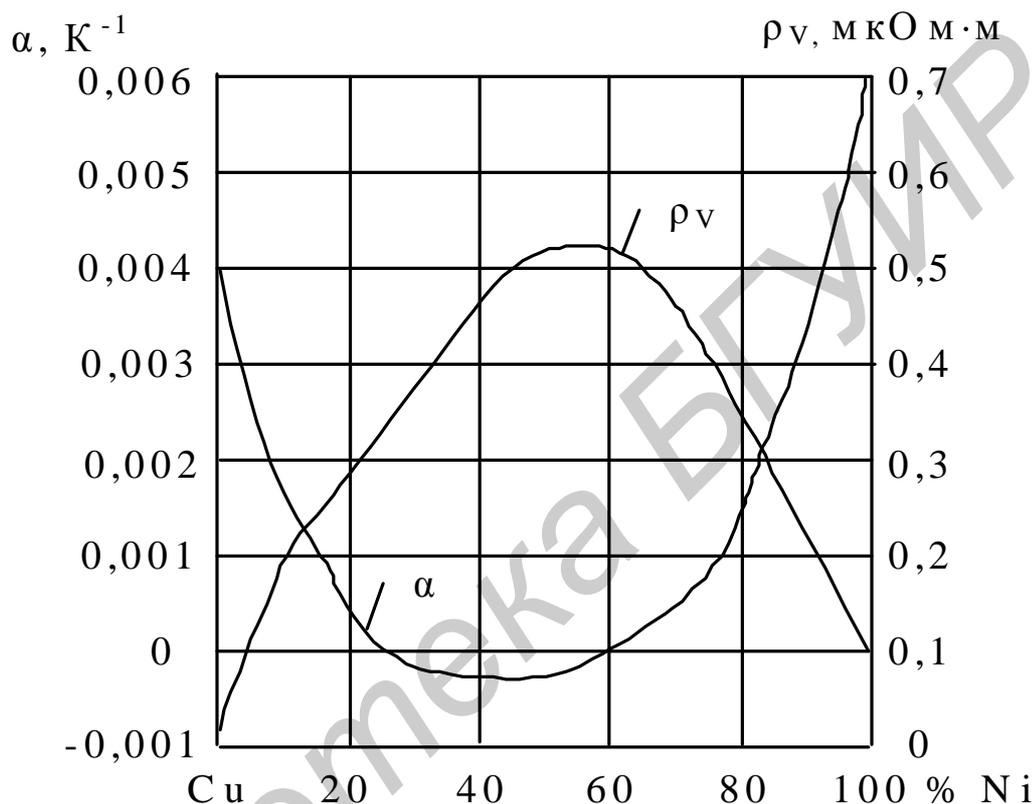


Рис. 1.2. Зависимость ρ_v и α от состава в сплавах Cu-Ni

большие по абсолютной величине отрицательные значения. Например, у константана (40–50 % Ni, остальное – Cu) кристаллическая решетка сильно искажена, и при нагреве происходит некоторое упорядочение решетки, что уменьшает рассеяние электронов и ведет к снижению ρ_v . В некоторых случаях при повышении температуры может возрасть и концентрация носителей.

Если компоненты сплава не растворимы друг в друге и искажение кристаллической решетки каждого из компонентов мало, то ρ_v сплава определяется арифметическим правилом смешения.

Классификация проводниковых материалов приведена на рис. 1.3.

К металлам высокой проводимости относятся медь, алюминий, благородные металлы (Au, Ag, Pd, Pt).

Самое низкое ρ_v у серебра ($0,0147 \cdot 10^{-6}$ Ом·м). Оно применяется для изготовления контактов сильноточных реле, выключателей, обкладок

конденсаторов, в качестве покрытия поверхности СВЧ-волноводов и др. Химическая стойкость серебра ниже, чем у других благородных металлов.

ρ_v меди несколько больше ($0,0175 \cdot 10^{-6}$ Ом·м). Этот металл отличается высокой обрабатываемостью, достаточно прочен, легко сваривается и паяется. Для изготовления проводников и контактных элементов используют медь марок М1 и М0. М1 содержит 99,9% Cu, при этом кислорода должно быть не бо-

Библиотека БГУИР

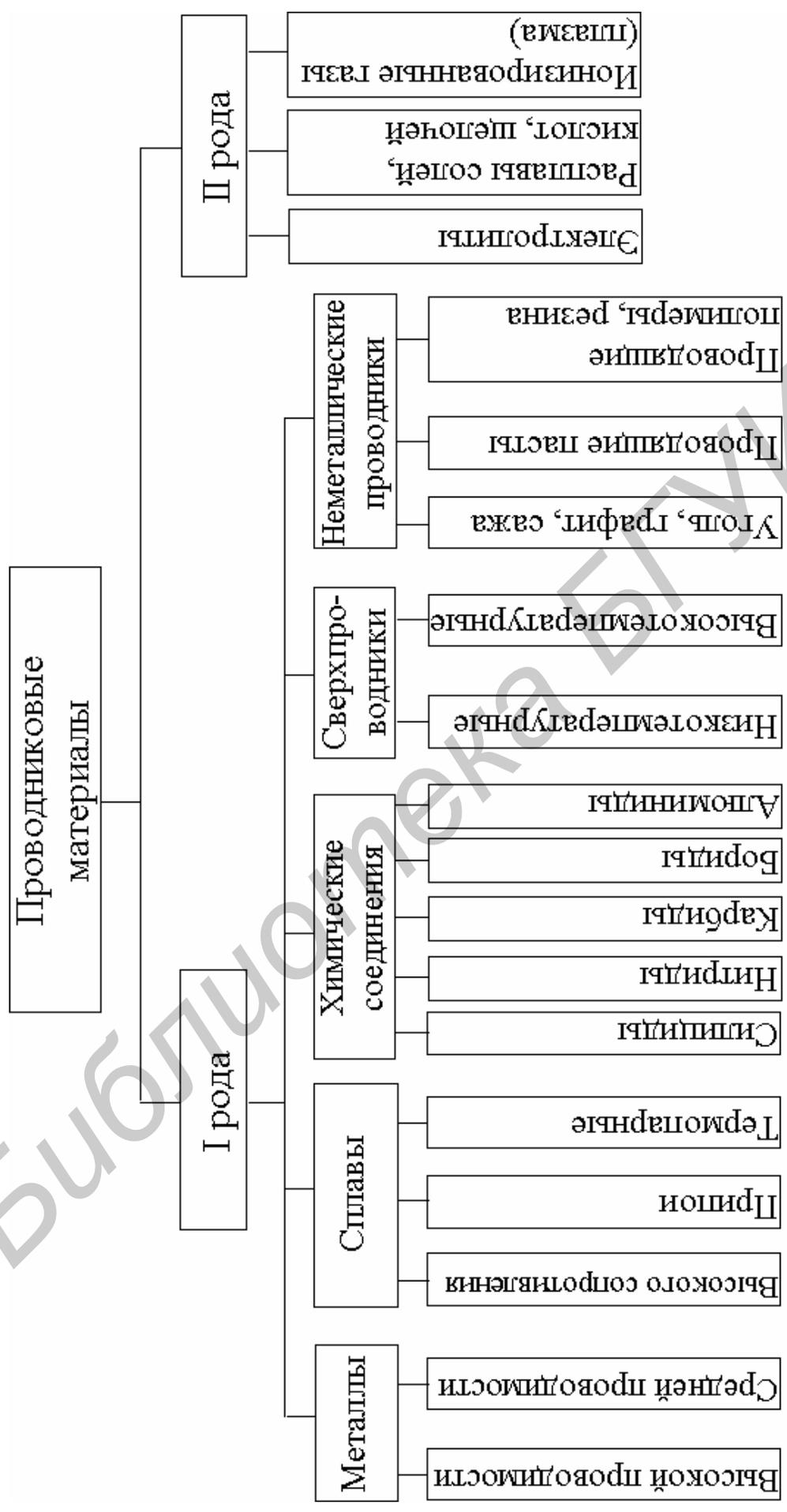


Рис. 1.3. Классификация проводниковых материалов

лее 0,08%, поскольку он значительно ухудшает ее механические свойства. В меди марки М0 должно содержаться не более 0,05% примесей, в том числе не свыше 0,02% кислорода. В качестве проводниковых материалов применяют также ее сплавы с небольшим содержанием Sn, Si, P, Be, Cr, Mg, Ca и др., называемые бронзами. При правильно подобранном составе они имеют значительно более высокие механические свойства. Сплавы меди с цинком (латуни) хорошо обрабатываются резанием, штамповкой, вытяжкой. Медь и ее сплавы широко применяются в РЭС и микроэлектронике: провода для катушек индуктивностей, трансформаторов, реле, пускателей, проводники печатных плат, металлизация интегральных схем, коллекторные пластины электродвигателей и т.д.

Удельное объемное сопротивление алюминия примерно в 1,63 раза больше, чем у меди, однако он более дешев, коррозионностоек, имеет меньшую плотность. Алюминий используется для обкладок конденсаторов, электродов и корпусов электролитических конденсаторов, металлизации и разварки интегральных схем, проводов линий электропередачи.

Золото, платина, палладий из-за своих высоких электропроводности, химической стойкости используются как материал для коррозионно-стойких покрытий в микросхемах, обкладок конденсаторов, проводящих паст.

К проводникам средней проводимости относятся переходные тугоплавкие металлы (Ti, W, Mo, Ta, V, Zr), а также никель. Их широко применяют в качестве элементов электровакуумных приборов, материалов токопроводящих систем интегральных схем.

К сплавам высокого сопротивления относятся манганин, константан, нихром, хромаль, фехраль. Манганин, названный так из-за наличия в нем марганца, широко применяется для изготовления образцовых и тонкопленочных резисторов, датчиков. Его примерный состав: 85% Cu, 12% Mn, 3% Ni. Значение ρ_v манганина $(0,42 - 0,48) \cdot 10^{-6}$ Ом·м, ТКС – $(6 - 50) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Константан – сплав, содержащий около 60% меди и 40% никеля. Название «константан» объясняется постоянством ρ_v при изменении температуры. Величина ρ_v константана равна $(0,48 - 0,52) \cdot 10^{-6}$ Ом·м, $\alpha = -(5 - 25) \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$. Он широко применяется для реостатов и электронагревательных элементов, длительно работающих при температуре 450 °С.

Нихром – сплав хрома с никелем – обладает еще более высокой эксплуатационной температурой (1000 – 1100 °С). Для защиты от окисления проволоку из нихрома помещают в металлическую трубку, промежуток между трубкой и проволокой заполняют диэлектриком с высокой теплопроводностью (MgO). Такие трубчатые электронагревательные элементы (ТЭНы) применяют, например, в электрических кипятильниках.

Хромоалюминиевые сплавы (хромаль, фехраль) намного дешевле нихромов, однако они менее технологичны, более тверды и хрупки.

Для изготовления термпар применяют следующие сплавы: копель (44% Ni, 56% Cu), алюмель (95% Ni, остальное – Al, Si и Mg), хромель (90% Ni, 10% Cr), платинородий (90% Pt, 10% Rh).

Неразъемные механические и электрические соединения в изделиях электронной техники часто получают пайкой. Для этого применяются мягкие ($T_{пл} \leq 250$ °С, предел прочности – 10 – 100 МПа) и твердые ($T_{пл} \geq 250$ °С, предел прочности – 100 – 800 МПа) припои. Их изготавливают на основе сплавов легкоплавких (Sn, Pb, Cd, In) и цветных

(Zn, Cu, Ag) металлов. Наибольшее применение для электромонтажной пайки, лужения выводов и в производстве полупроводниковых приборов имеют оловянно-свинцовые припои марок

ПОС-19 – ПОС-91 (цифра указывает процентное содержание олова).

Химические соединения тугоплавких переходных металлов с азотом, кремнием, бором, алюминием обладают малой величиной ρ_v (иногда даже меньше, чем у основного металла), высокой тугоплавкостью, химической стойкостью, твердостью, износостойкостью. Они широко применяются для изготовления тонкопленочных резисторов, слоев металлизации интегральных схем.

Некоторые металлы, сплавы и химические соединения способны при охлаждении до достаточно низкой температуры (1,2 – 20 К) переходить в сверхпроводящее состояние. Известны 27 простых сверхпроводников и более тысячи сплавов и соединений. В 1986 г. была открыта высокотемпературная сверхпроводимость у соединений типа YBaCuO. Такие сверхпроводники в настоящее время могут работать даже при 300 К.

Основным неметаллическим проводником является графит (электроды, щетки электродвигателей, высокоомные резисторы, микрофоны и др.).

Проводящая резина используется для изготовления клавиатуры калькуляторов, электронных игрушек, часов, компьютеров. Проводящие клеи, например «Контактол», применяется для соединения токопроводящих элементов в том случае, если нельзя применить сварку или пайку.

Описание лабораторных макетов

Для исследования зависимости сопротивления проводников от температуры в настоящей работе используется макет, структурная схема которого приведена на рис. 1.4. Проволочные образцы R1 – R5 намотаны на каркасы катушек и помещены в термостат Т. Для контроля температуры образцов применяются термомпара ТП и милливольтметр М2020. Перевод величины термоЭДС в градусы осуществляется по таблице, приведенной на передней панели лабораторного макета. Включение образцов в измерительную схему осуществляется микропереключателем Р1. Для уменьшения вклада в измеряемую величину неконтролируемого сопротивления контактов в качестве вторичных коммутирующих элементов используются герконы.

Исследование сопротивления проволочного образца в зависимости от величины механического напряжения производится с помощью приспособления, схема которого приведена на рис. 1.5.

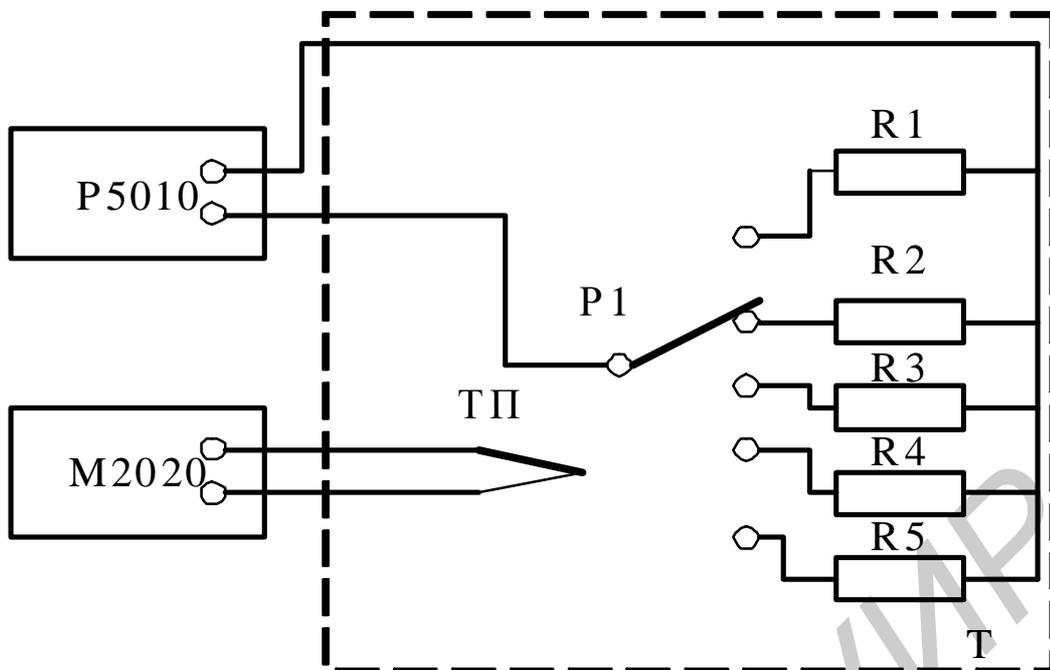


Рис. 1.4. Схема лабораторного макета для исследования температурной зависимости сопротивления

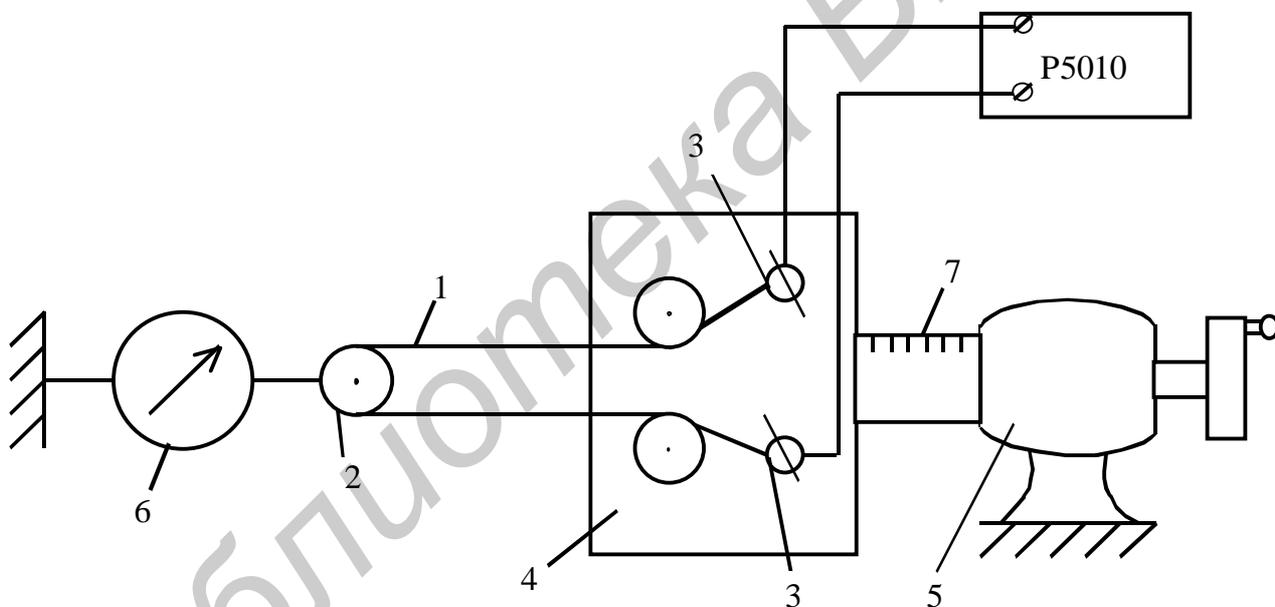


Рис. 1.5. Схема лабораторного макета для исследования зависимости сопротивления от механического напряжения

Исследуемая проволока 1 натягивается между роликами 2 и жестко закрепляется на клеммах 3, к которым присоединяется мост переменного тока P5010. Клеммы смонтированы на каретке 4, которая может перемещаться в продольном направлении с помощью винтового устройства 5. Усилие растяжения измеряется с помощью динамометра 6. Величина удлинения проволоки определяется по шкале 7, нанесенной на поверхность винта.

Порядок выполнения работы

1. Изучить описание лабораторной работы, а также стенд “Проводниковые материалы”.
2. При комнатной температуре измерить сопротивления пяти образцов, находящихся в термостате. Размеры образцов следующие:
 - 1) $l_1 = 4,16$ м, $S_1 = 2,0 \cdot 10^{-8}$ м²;
 - 2) $l_2 = 5,75$ м, $S_2 = 0,5 \cdot 10^{-8}$ м²;
 - 3) $l_3 = 4,25$ м, $S_3 = 7,07 \cdot 10^{-8}$ м²;
 - 4) $l_4 = 0,9$ м, $S_4 = 6,15 \cdot 10^{-8}$ м²;
 - 5) $l_5 = 4,3$ м, $S_5 = 7,07 \cdot 10^{-8}$ м².
3. Рассчитать удельное объемное сопротивление образцов по формуле 1.3.
4. Включить нагрев термостата и произвести измерение сопротивления образцов в диапазоне 20–120 °С, проводя измерение через каждые 20 °С.
5. Рассчитать ТКС всех образцов по формуле 1.5, принимая $\Delta T = T_T - T_0 = 120 - 20 = 100$ °С.
6. Построить графики зависимости сопротивления от температуры.
7. Данные измерений и расчетов занести в табл. 1.1.

Таблица 1.1

Протокол результатов исследования влияния температуры на электрическое сопротивление проволочных образцов

Номер образца	Размер образца		ρ_v при 20 °, Ом·м	ΔT , °С	α , К ⁻¹
	длина, м	площадь сечения, м ²			

8. Получить у лаборанта проволочные образцы проводниковых материалов (медь, сталь, никром, манганин, константан – для каждой бригады отдельный материал).
9. С помощью микрометра определить диаметр проволочного образца, с помощью линейки – длину образца l_0 (из длины образца исключить отрезки, которые будут закреплены в клеммах).
10. С помощью приспособления снять зависимость сопротивления каждого из образцов от величины растягивающего усилия F , Н (1 кгс \approx 10 Н). Растягивать до разрыва образца. По шкале на винте определить удлинение Δl проволоки, которое будет равно двойному показанию по шкале.
11. Используя формулу 1.7, рассчитать величину коэффициента механического напряжения ϕ . Площадь поперечного сечения после растяжения рассчитывается как $S_s = l_0 S_0 / l_s$, т.е. объем проволоки до и после растяжения не изменяется ($l_s = l_0 + \Delta l$). Механическое напряжение определяется как $s = F / S_s$.
12. Построить зависимость сопротивления проволочного образца от величины нагрузки. Результаты измерений и вычислений занести в табл. 1.2.

Таблица 1.2

Протокол результатов исследования влияния механического
напряжения на электрическое сопротивление проводников

№ п/п	Материал	$S_0, \text{м}^2$	$l_0, \text{м}$	$\rho_v^o, \text{Ом}\cdot\text{м}$	$S_\sigma, \text{м}^2$	$l_\sigma, \text{м}$	$\rho_v^\sigma, \text{Ом}\cdot\text{м}$	$\varphi, \text{Па}^{-1}$
----------	----------	-------------------	-----------------	------------------------------------	------------------------	----------------------	---	---------------------------

Содержание отчета

1. Цели работы.
2. Основные расчетные формулы.
3. Схемы эксперимента.
4. Таблицы 1.1 и 1.2 результатов экспериментов и расчетов.
5. Графики зависимостей $R = f(T)$ и $R = f(P)$.
6. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Что такое проводники 1-го и 2-го рода?
2. Основы теории электропроводности металлов.
3. Факторы, влияющие на удельное объемное сопротивление металлов.
4. Как влияет температура на сопротивление проводников?
5. Сформулируйте правило Маттисена.
6. Как влияют механические напряжения на сопротивление металлов?
7. Особенности электропроводности сплавов.
8. Когда у проводниковых материалов наблюдается отрицательный ТКС?
9. Классификация проводниковых материалов.
10. Металлы с высокой проводимостью.
11. Какие материалы относятся к проводникам с высоким сопротивлением?
12. Какие неметаллические проводниковые материалы вы знаете?
13. Области применения проводниковых материалов в РЭС и изделиях электронно-оптической техники.

Литература

1. Пасынков В.В., Сорокин В.С. Материалы электронной техники: Учебник для вузов. – М.: Лань, 2001. – 368 с.
2. Электрорадиоматериалы / Под ред. Б.М. Тареева. – М.: Высш. шк., 1978. – 336 с.
3. Достанко А.П., Баранов В.В., Шаталов В.В. Пленочные токопроводящие системы СБИС. – Мн.: Выш. шк., 1989. – 238 с.

Лабораторная работа № 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ПОЛУПРОВОДНИКОВЫХ МАТЕРИАЛОВ

Цели работы: ознакомиться с основными электрофизическими характеристиками полупроводниковых материалов и методами их измерения. Измерить время жизни неравновесных носителей заряда, удельное сопротивление и тип проводимости кремниевых образцов после ионной имплантации донорных и акцепторных примесей.

Теоретические сведения

К полупроводниковым относятся материалы, которые имеют ширину запрещенной зоны от 0,005 до 6 эВ, промежуточную относительно проводников и диэлектриков электропроводность и сильную чувствительность электрических свойств к внешним воздействиям и примесям. Полупроводники можно классифицировать:

- по виду и ширине запрещенной зоны – узкозонные, широкозонные и др.;
- по составу – элементарные и полупроводниковые соединения;
- по кристаллической структуре – монокристаллические, поликристаллические, аморфные (стеклообразные);
- по химическим свойствам – неорганические и органические;
- по проводимости – собственные и примесные (донорные и акцепторные).

Полупроводниковыми свойствами обладают следующие элементы: кремний, германий, селен, теллур, серое олово (α -Sn), алмаз, йод. Среди полупроводниковых соединений важное место занимают соединения типа A^3B^5 (арсенид галлия GaAs, фосфид галлия GaP, фосфид индия InP, антимонид индия InSb, нитрид алюминия AlN, нитрид бора BN и т.п.), типа A^4B^4 , например, карбид кремния SiC, типа A^2B^6 (селенид цинка ZnS, теллурид кадмия CdTe и др.). Полупроводниковые свойства присущи также тройным и четверным соединениям и твердым растворам ($CuInS_2$, $GaAlAsP$, $AlGaAsSb$, $GaAs_{1-x}P_x$, $Cd_xHg_{1-x}Te$ и т.п.). К полупроводникам относятся многие окислы: SnO_2 , In_2O_3 , Cu_2O , MnO , NiO , некоторые органические соединения (нафталин, фтолацианин) и большое число стеклообразных материалов, например, халькогенидные стёкла As_2Se_3 , As_2Te_3 (смотри стенд «Полупроводниковые материалы»).

К основным электрофизическим характеристикам полупроводников относятся ширина запрещённой зоны ΔE_g , удельное объёмное сопротивление ρ_v , удельная электропроводность γ , концентрация собственных носителей заряда, концентрация примесных носителей заряда, подвижность носителей заряда μ , температурный коэффициент удельного сопротивления, время жизни неравновесных носителей τ , тип проводимости и др.

Ширина запрещённой зоны ΔE_g – это энергия, которую необходимо сообщить валентному электрону, чтобы он покинул химическую связь и стал свободным носителем заряда. Как правило, ширина запрещённой зоны больше у тех полупроводников, которые имеют большую температуру плавления.

Удельная электропроводность γ характеризует способность материала проводить электрический ток. Для полупроводников:

$$g = en\mu_n + ep\mu_p, \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{м}^{-1}, \quad (2.1)$$

где n и μ_n , p и μ_p – концентрации и подвижности электронов и дырок соответственно; e – заряд электрона ($e = 1,6 \cdot 10^{-19}$ Кл). Удельное сопротивление обратно пропорционально удельной проводимости.

В собственных (беспримесных) полупроводниках при любой температуре T , K концентрации свободных электронов и дырок приблизительно одинаковы и равны

$$n_i \approx p_i = \sqrt{N_C N_V} \exp(-E_g / 2kT), \quad (2.2)$$

где N_C и N_V – плотности состояний у дна зоны проводимости и потолка валентной зоны соответственно, k – постоянная Больцмана.

Тип проводимости, удельное сопротивление, подвижность носителей и другие характеристики полупроводниковых материалов очень чувствительны к наличию примесей. В зависимости от ее вида и концентрации эти электрофизические параметры могут изменяться в тысячи и даже миллионы раз.

В примесных полупроводниках с электронной ($n \gg p$) и дырочной ($p \gg n$) проводимостью $n \approx p = n_i$ и

$$n \approx \sqrt{N_C N_D} \exp(-E_d / 2kT), \quad (2.3)$$

$$p \approx \sqrt{N_V N_A} \exp(-E_a / 2kT), \quad (2.4)$$

где N_D , E_d и N_V , E_a – концентрации и энергии ионизации донорной и акцепторной примесей соответственно.

Легирование (внедрение) примеси проводят как в процессе выращивания слитка кремния методом вытягивания из расплава (по Чохральскому) или зонной плавки, так и в уже готовые пластины. В последнем случае это может осуществляться путем выращивания тонкого эпитаксиального слоя, методами диффузии и ионной имплантации.

Подвижность носителей заряда μ – это параметр, который характеризует скорость перемещения носителей в постоянном электрическом поле напряжённостью 1 В/м. Подвижность определяется интенсивностью рассеяния носителей заряда и зависит от концентрации и зарядового состояния примесей, дефектности кристаллической решётки и температуры.

Ширину запрещённой зоны определяют из зависимости $\ln \gamma$ от обратной температуры в области собственной проводимости. Тангенс угла наклона этой зависимости даёт значение ΔE_g .

Концентрации и подвижности носителей заряда, а также энергии ионизации и концентрации донорных и акцепторных примесей определяют по температурным зависимостям ЭДС Холла и другими методами.

Полная концентрация свободных носителей в полупроводнике определяется одновременно протекающими процессами – генерацией и рекомбинацией.

Рекомбинация может быть межзонной, через рекомбинационные уровни и уровни прилипания, но в любом случае происходит аннигиляция электрона и дырки, т.е. уменьшение количества свободных носителей заряда. При медленных тепловых процессах скорости генерации и рекомбинации выравниваются при некоторой постоянной концентрации, называемой равновесной. В условиях дополнительного возбуждения (облучение светом, бомбардировка различными частицами, вызывающими ионизацию, и т.п.), а также инъекции носителей через контакт из другого тела появляются избыточные или неравновесные носители заряда.

Процессы образования равновесных и неравновесных носителей принципиально отличаются. Последние образуются не в результате электрон-решеточных взаимодействий, а за счёт передачи энергии непосредственно валентным или находящимся на примесных уровнях электронам. При этом концентрация неравновесных носителей может быть распределена неравномерно по объёму, а сами они не находятся в тепловом равновесии с кристаллической решёткой. Избыточная энергия, передаваемая электрону, в дальнейшем быстро рассеивается на дефектах решётки и становится, как и подвижность, сравнимой с энергией равновесных носителей.

Среднее время жизни τ неравновесных электронов и дырок служит характеристикой их состояния. Оно определяется, например для электрона, как время между моментом его генерации и моментом захвата дыркой. τ зависит в первую очередь от скорости рекомбинации избыточных носителей. Для полупроводниковых приборов, особенно импульсных и высокочастотных, необходимо, чтобы время жизни неравновесных носителей было минимальным, так как оно определяет время переключения прибора, т.е. его рабочую частоту. Поэтому полупроводник иногда легируют примесями, образующими рекомбинационные уровни в запрещенной зоне с большим сечением захвата носителей, например золотом.

Одним из неравновесных процессов в полупроводнике является фотопроводимость, заключающаяся в изменении его проводящих свойств под действием электромагнитного излучения. В большинстве случаев облучение полупроводника светом сопровождается увеличением его электропроводности, что объясняется ростом концентрации свободных носителей.

Образование неравновесных носителей при воздействии квантов света обусловлено:

- ионизацией электронов, находящихся на донорных уровнях. При этом они переходят в зону проводимости, увеличивая концентрацию электронов проводимости;
- возбуждением электронов, находящихся в валентной зоне, с переводом их на акцепторные уровни. Тем самым создаются свободные дырки в валентной зоне и увеличивается дырочная проводимость полупроводника;
- переводом электронов из валентной зоны непосредственно в зону проводимости, что создает одновременно подвижные дырки и свободные электроны.

В первый момент после включения света в единице объема в каждую секунду создается g свободных электронов. Нарастание числа неравновесных носителей Δn будет идти по закону

$$\frac{d\Delta n}{dt} = g. \quad (2.5)$$

Рекомбинационные процессы, которые растут пропорционально числу избыточных носителей, постепенно уравнивают процессы генерации. Число фотоэлектронов, рекомбинирующих в единицу времени, равно $\Delta n/\tau$ и уравнение (2.5) с учетом рекомбинации записывается

$$\frac{d\Delta n}{dt} = g - \frac{\Delta n}{\tau}. \quad (2.6)$$

Решение этого дифференциального уравнения имеет вид

$$\Delta n = \Delta n_{cm} (1 - e^{-\frac{t}{\tau}}), \quad (2.7)$$

где $\Delta n_{cm} = g \tau$ – некоторая стационарная концентрация избыточных фотоэлектронов. А стационарная фотопроводимость

$$\Delta \sigma_{cm} = e \mu g \tau. \quad (2.8)$$

Как видно из (2.7), Δn асимптотически приближается к своему стационарному значению Δn_{cm} . Поэтому величину τ называют также временем релаксации для фотопроводимости.

После прекращения воздействия света генерация электронов прекращается, концентрация Δn за счет процесса рекомбинации убывает до нуля по экспоненциальному закону

$$\Delta n = \Delta n_{cm} e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (2.9)$$

и полупроводник возвращается в исходное состояние, характеризуемое равновесной концентрацией электронов.

Таким образом, полная кривая изменения проводимости при освещении полупроводника прямоугольными световыми импульсами имеет, согласно (2.7) и (2.9), вид, представленный на рис. 2.1.

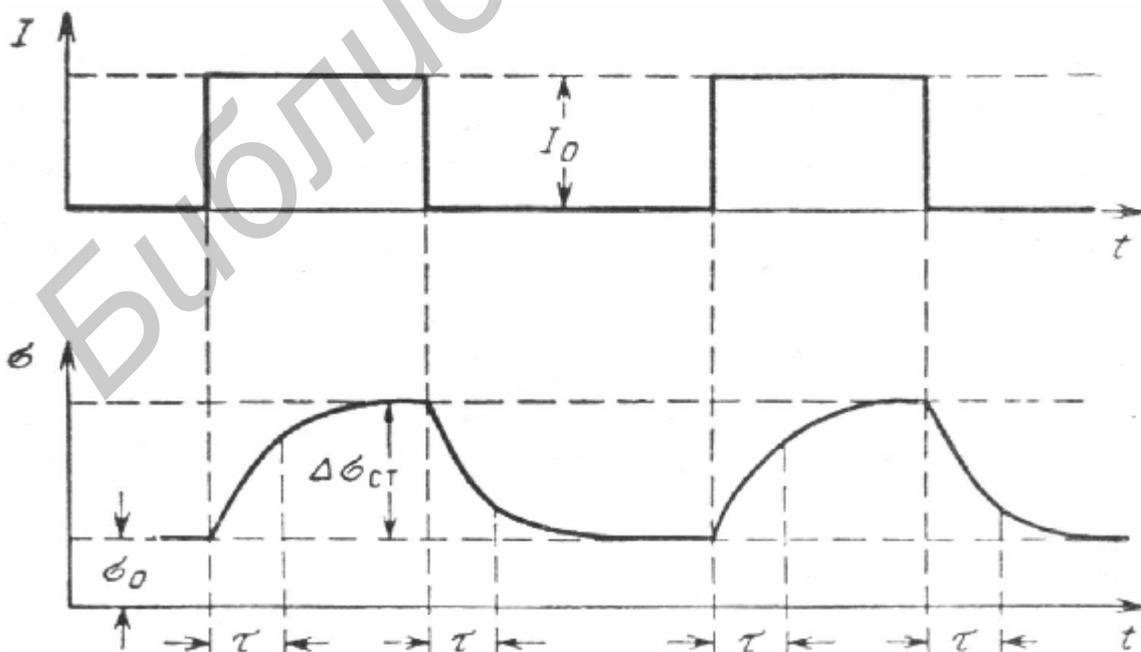


Рис. 2.1. Изменение проводимости при освещении полупроводника
прямоугольными импульсами света (I_0 и σ_0 – амплитуда импульсов
и темновая проводимость соответственно)

Имеется несколько способов определения концентрации и времени жизни неравновесных носителей заряда, основанных на измерении фотопроводимости. Так, способ подвижного светового зонда основан на том, что падающий на поверхность полупроводника пучок света создает в некотором объеме избыточную неравновесную концентрацию неосновных носителей, которая спадает с увеличением расстояния по экспоненциальному закону. Измеряя разность потенциалов различных точек поверхности образца относительно освещенного участка, можно определить расстояние, соответствующее диффузионной длине L , т.е. точку, в которой разность потенциалов уменьшается в e (2,73) раз по сравнению с освещенным участком. Тогда время жизни неравновесных носителей находят из простого выражения

$$t = L^2/D, \quad (2.10)$$

где D – коэффициент диффузии неравновесных носителей.

Методика эксперимента

Для измерения удельного объёмного сопротивления полупроводников существует ряд бесконтактных и контактных методов. Первые реализуются без механического контакта между измеряемым образцом и средством измерения. К ним относятся методы вихревых токов, плазменного резонанса, поглощения СВЧ-энергии и наиболее простые – ёмкостный и индуктивный методы. Для измерения ρ_v индуктивным методом применяют катушку индуктивности, по которой протекает переменный ток. Исследуемый образец помещают внутрь катушки или прижимают последнюю к поверхности образца. Образец влияет на индуктивность катушки и по характеристикам протекающего через неё тока можно определять электрические свойства образца. При ёмкостном методе измеряется добротность колебательного контура при помещении в него полупроводникового образца. Погрешность измерения составляет 5 – 20%.

Однако наибольшее распространение получили контактные методы измерения. Исторически одним из первых способов измерения ρ_v был двухзондовый метод. На торцевых гранях образца правильной геометрии, например в виде прямоугольного параллелепипеда или цилиндра, создают омические контакты. Через эти контакты пропускают ток. На одной из поверхностей образца вдоль линий тока устанавливают два контакта в виде металлических игловок – зондов. Для однородного образца удельное сопротивление равно

$$r_v = U_{12} S / I s, \text{ Ом}\cdot\text{м}, \quad (2.11)$$

где I – сила тока, А; U_{12} – разность потенциалов между зондами, В; S – расстояние между ними, м; s – площадь поперечного сечения образца, м².

Можно также измерить сопротивление образца R и, зная его геометрические размеры, определить ρ_v

$$r_v = R S / L, \text{ Ом}\cdot\text{м}, \quad (2.12)$$

где L – длина образца, м.

Погрешность двухзондового метода определяется в основном переходным сопротивлением омических контактов.

Существуют также одно-, трех-, пяти- и шестизондовые методы, методы встречных зондов и Ван-дер-Пау. Однако наибольшее практическое применение получил четырёхзондовый метод измерения удельного сопротивления. Кроме высоких метрологических показателей преимущество четырёхзондового метода состоит в том, что:

не требуется создания омических контактов;

возможно измерение удельного объёмного сопротивления образцов самой разнообразной формы и размеров, а также ρ_v отдельных слоёв полупроводниковых структур.

Основное условие его применения – наличие плоской поверхности, линейные размеры которой превосходят линейные размеры системы зондов. Схема устройства для измерения r_v четырёхзондовым методом приведена на рис. 2.2.

Точность этого метода сильно зависит от расстояния между зондами. Обычно оно берётся равным 1,5–0,5 мм, а для более точных измерений – 0,25 мм. Общая погрешность метода – 10–20%. На нее влияют также отклонения формы образца от условно принятой прямоугольной, точность изготовления контактной головки, геометрические размеры образца, состояние его поверхности, величины переходного сопротивления между металлическим зондом и поверхностью полупроводника и др. Значительно снижается точность измерений при малой толщине образцов.

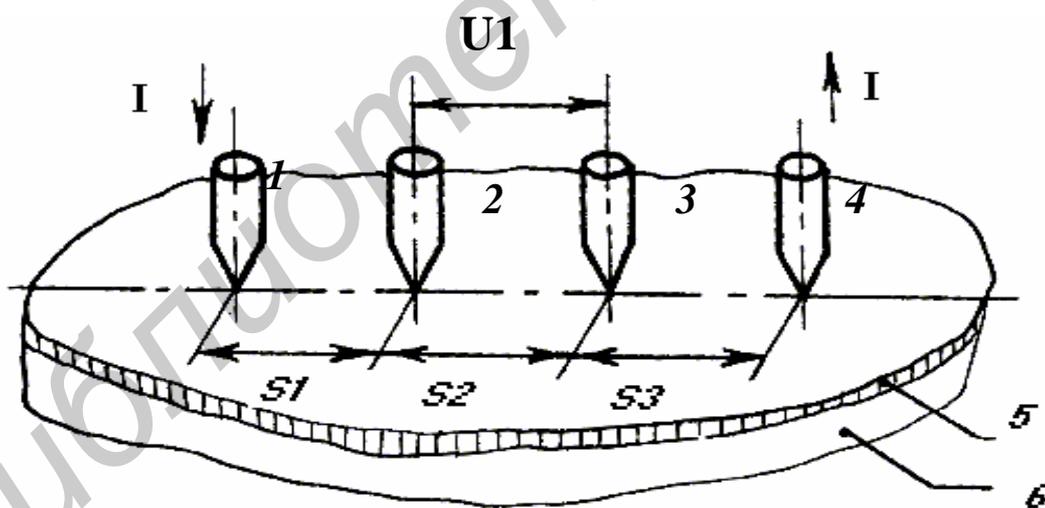


Рис. 2.2. Схема измерения ρ_v четырёхзондовым методом: 1, 4 – токовые зонды; 2, 3 – потенциальные зонды; 5 – подложка; 6 – легированный слой

Используемый в работе прибор ИУС-3 предназначен для измерения удельного поверхностного сопротивления однородных полупроводниковых пластин и монокристаллических плёнок толщиной от 0,5 до 100 мкм, нанесенных на полупроводниковые подложки противоположного типа проводимости или на изолированные подложки, резистивных и металлических плёнок на изолированных подложках толщиной не более 1 мм и диаметром не более 60 мм в диапазоне от 0,1 Ом/□ до 99,9 кОм/□.

Что такое удельное поверхностное сопротивление, поясним на примере участка пленки прямоугольного сечения. Ее сопротивление, замеренное в направлении, параллельном поверхности (рис. 2.3), можно выразить формулой

$$R = r_v L/d b, \quad (2.13)$$

где r_v – удельное объемное сопротивление материала; d – толщина; L и b – соответственно длина и ширина участка пленки. Если $L = b$, тогда $R = r_v/d = r_{\square}$. Видно, что сопротивление квадрата не зависит от его размеров, а определяется удельным объемным сопротивлением и толщиной пленки. Если толщина пленки или полупроводниковой пластины d известна, то удельное объемное сопротивление легко определить, зная удельное поверхностное сопротивление

$$r_v = r_{\square} d. \quad (2.14)$$

При измерениях r_{\square} прибором ИУС-3 через внешние контакты 1 и 4 пропускается переменный ток, амплитуда которого изменяется при переключении диапазонов в пределах от 0,23 мкА (на 10-м диапазоне) до 23 мкА (на 1-м диапазоне). Ток создаёт в образце определенное распределение потенциала, зависящее от расстояния между контактами; тока I через внешние контакты и удельного поверхностного сопротивления образца. Затем находится отношение амплитуд напряжения U , возникающего между внутренними контактами 2 и 3,

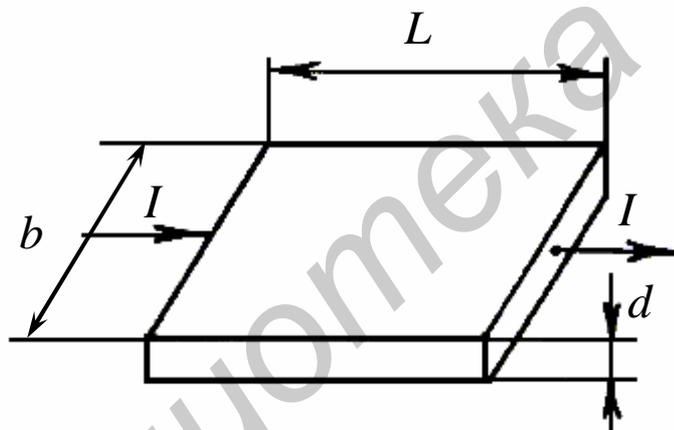


Рис. 2.3. К понятию удельного поверхностного сопротивления

и тока I внешних контактов 1 и 4. Величина удельного поверхностного сопротивления образца r_{\square} определяется выражением

$$r_{\square} = 4,532U/I. \quad (2.15)$$

В данной работе используют метод определения времени жизни носителей по кривым нарастания и спада сигнала фотопроводимости при освещении кремниевой пластины импульсами прямоугольной формы (рис. 2.4).

При $Dt = t$ на участке нарастания концентрации фотоэлектронов из выражения (2.7) следует

$$Dn = Dn_0(1-1/e) \gg 0,63 n_0, \quad (2.16)$$

а на участке спада из (2.8)

$$Dn = Dn_0 e^{-t/\tau} = Dn_0/e \gg 0,37 n_0. \quad (2.17)$$

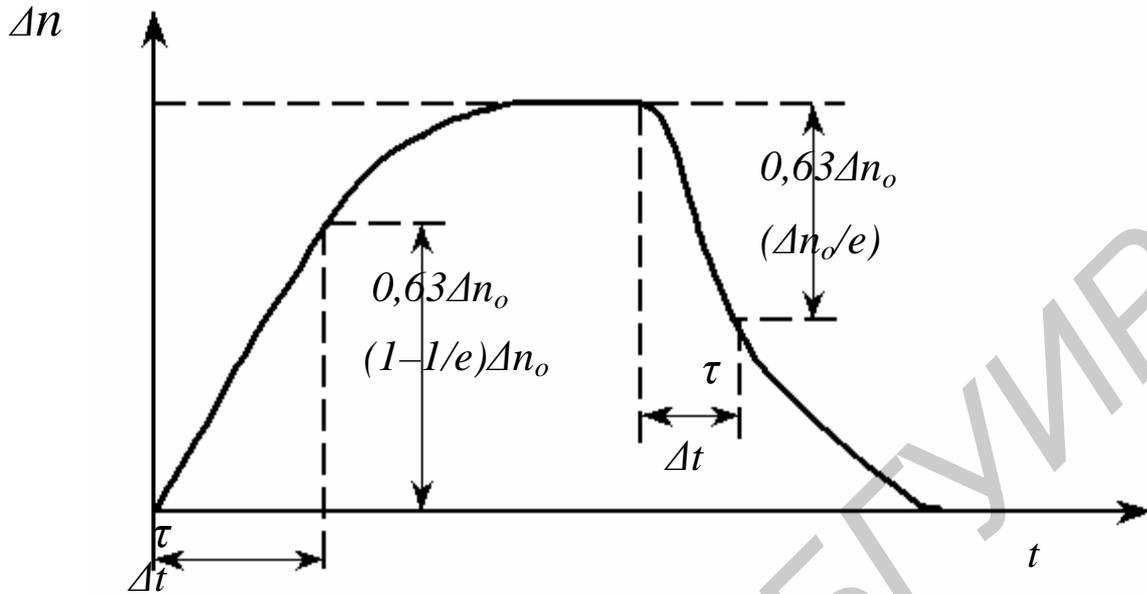


Рис. 2.4. Определение τ по кривым нарастания и спада сигнала фотопроводимости

На рис. 2.5 приведена схема макета для измерения времени жизни неравновесных носителей заряда. Для освещения образца используется гелиево-неоновый лазер с длиной волны 0,628 нм. Для модуляции светового потока установлен диск с отверстием, вращаемый мотором. В установившемся режиме частота модуляции составляет 1000 Гц. Промодулированный в виде прямоугольных импульсов световой поток падает на образец, который последовательно включен в цепь, состоящую из стабилизированного источника питания и нагрузочного сопротивления R_H . Поскольку R_H значительно меньше сопротивления образца, падение напряжения на нем, пропорциональное сигналу фотопроводимости, подается на осциллограф.

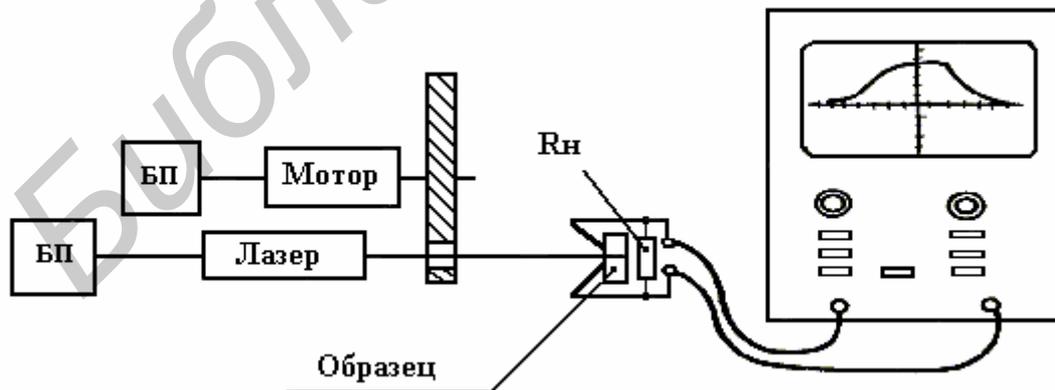


Рис. 2.5. Схема лабораторного макета для измерения времени жизни неравновесных носителей заряда

Во многих практических случаях важно знать тип проводимости полупроводника. Для его определения в настоящее время широко используются методы термозонда и вольт-амперной характеристики точечного контакта.

Метод термозонда основан на возникновении ЭДС между участками полупроводника с перепадом температуры, на нагретом участке происходит обеднение основными носителями заряда. Два зонда (рис. 2.6), расположенные на расстоянии 2–4 мм, прижимаются к поверхности полупроводника. Один из зондов нагревается до температуры 200–400 °С. По полярности термоЭДС, измеряемой гальванометром, определяется тип проводимости. В полупроводнике р-типа нагреваемый контакт будет иметь отрицательную полярность, а в полупроводнике n-типа – положительную. Метод особенно удобен для материалов с малым удельным сопротивлением.

Метод точечного контакта основан на возникновении выпрямляющего контакта между зондом из тонкого вольфрамового проводника и чистой протравленной поверхностью полупроводника. По форме вольт-амперной характеристики можно определить тип проводимости. Метод годится главным образом для материалов с большим удельным сопротивлением.

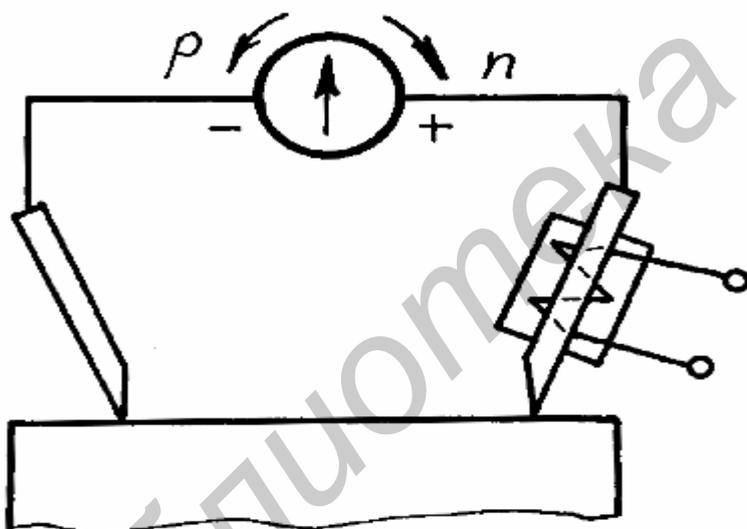


Рис. 2.6. Схема определения типа проводимости полупроводника методом термозонда

В настоящей работе используется модернизированный метод точечного контакта. Вольт-амперные характеристики будут строиться по точкам в зависимости от приложенного между полупроводниковой пластиной и контактом напряжения. В кремнии n-типа при приложении к точечному контакту положительного потенциала будет течь прямой ток, а в кремнии р-типа – наоборот.

Используемые приборы, инструмент и образцы

1. Наборы кремниевых подложек с различной дозой внедренной примеси.
2. Образец полупроводникового материала правильной геометрической формы с нанесенными торцевыми омическими контактами.
3. Образцы пластин кремния различного типа проводимости.
4. Измеритель удельного поверхностного сопротивления ИУС-3.
5. Лабораторный макет установки для определения времени жизни неравновесных носителей заряда.
6. Цифровой вольтметр.
7. Стенд для определения типа проводимости.
8. Штангенциркуль.

Порядок выполнения работы

В данной работе необходимо исследовать зависимость удельного поверхностного сопротивления от дозы D , мкКл/м², внедренных в кремниевые пластины ионов примеси; определить время жизни неосновных носителей заряда и тип проводимости полупроводника.

1. Получить у лаборанта исследуемые образцы полупроводниковых материалов. **Внимание:** при работе с образцами соблюдать осторожность, так как они очень хрупкие. Не касаться поверхности подложек пальцами!

2. С помощью штангенциркуля и цифрового мультиметра измерить размеры и сопротивление образца правильной геометрической формы.

Рассчитать величину удельного поверхностного сопротивления.

3. С помощью прибора ИУС-3 измерить удельное поверхностное сопротивление образцов ионно-легированного кремния. Построить график зависимости $\rho_{\square} = f(D)$.

4. Изучить лабораторный макет и с помощью преподавателя или лаборанта получить на экране осциллографа кинетическую зависимость сигнала фотопроводимости. Графическим способом определить время жизни неравновесных носителей заряда на участках спада и нарастания.

5. Методом точечного контакта определить тип проводимости образцов полупроводниковых материалов.

Содержание отчета

1. Цель работы.
2. Краткие теоретические сведения, основные расчетные формулы и зависимости.
3. Методики измерений ρ_{\square} , τ и схемы лабораторных макетов.
4. Экспериментальные данные и графические зависимости.
5. Результаты вычислений.
6. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Классификация полупроводниковых материалов.
2. Основные электрофизические свойства полупроводников.
3. Методы измерения удельного сопротивления.
4. Методика измерения удельного поверхностного сопротивления четырехзондовым методом.
5. От чего зависит точность измерения четырехзондовым методом?
6. Что такое время жизни носителей заряда и на какие характеристики полупроводниковых материалов и структур оно влияет?
7. Какие процессы протекают в полупроводниках при внешних воздействиях?
8. Для чего используется метод подвижного светового зонда?
9. Что и как определяется методом роста и затухания сигнала фотопроводимости?
10. Назовите методы определения типа проводимости.

Литература

1. Пасынков В.В., Сорокин В.С. Материалы электронной техники. – М.: Лань, 2001. – 382 с.
2. Павлов Л.П. Методы определения основных параметров полупроводниковых материалов. – М.: Высш. шк., 1990. – 206 с.
3. Кадыкова Г.Н., Фонарев Г.С., Хвостикова В.Д. Материалы для производства изделий электронной техники. – М.: Высш. шк., 1987. – 247 с.
4. Колешко В.М., Гойденко П.П., Буйко Л.Д. Контроль в технологии микроэлектроники. – Мн.: Наука и техника, 1979. – 312 с.
5. Емельянов В.А., Баранов В.В., Буйко Л.Д., Петлицкая Т.В. Методы контроля параметров твердотельных структур. – Мн.: Бестпринт, 1998. – 108 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ХАРАКТЕРИСТИК МАГНИТНЫХ МАТЕРИАЛОВ

Цели работы: ознакомление с основными свойствами магнитных материалов; изучение процессов перемагничивания элементов из магнитных материалов в переменных магнитных полях; определение температуры Кюри исследуемых материалов; наблюдение доменной структуры и определение основных характеристик цилиндрических магнитных доменов (ЦМД) в пленках феррит-гранатов.

Теоретические сведения

В соответствии с современными представлениями магнитные свойства материалов обусловлены следующими тремя причинами:

- наличием у электрона спинового магнитного момента;
- орбитальным движением электронов в атоме, приводящим к появлению некоторого результирующего магнитного момента за счет пространственного движения электронного облака;
- магнитным моментом атомного ядра вследствие наличия спиновых моментов протонов и нейтронов.

Определяют наблюдаемые магнитные свойства материалов первые две причины, так как спиновый магнитный момент ядра не превышает 0,1% спинового магнитного момента электрона. Однако, если в атоме имеется четное число электронов, то, согласно принципу Паули, вследствие спаривания электронов с противоположными спинами результирующий магнитный момент окажется равным нулю. Поэтому спиновые магнитные моменты электронов проявляются лишь в веществах, имеющих недостроенные внутренние электронные оболочки, в частности, в ряде переходных металлов. Например, в оболочке 3d железа на 10 возможных орбиталях имеется лишь 6 электронов, причем спины пяти из них направлены параллельно и лишь одного – антипараллельно. Это имеет место и в других магнитных материалах – никеле и кобальте, гадолинии.

Дополнительным условием проявления магнитных свойств вещества является особое обменное электростатическое взаимодействие электронов, приводящее к взаимной ориентации их спинов.

За единицу измерения атомных магнитных моментов принят магнетон Бора

$$\mu_B = eh/4\pi m = 9,27 \cdot 10^{-24}, \text{ А} \cdot \text{м}^2, \quad (3.1)$$

где h – постоянная Планка; e и m – соответственно заряд и масса электрона.

На практике для оценки магнитных свойств материалов используются другие величины, которые характеризуют взаимодействие материала с внешним магнитным полем и являются более удобными для экспериментального определения. К ним относятся величины магнитной восприимчивости ζ и магнитной проницаемости μ :

$$\zeta = M/H, \quad (3.2)$$

где M – магнитный момент единицы объема, характеризующий намагниченность вещества; H – напряженность внешнего магнитного поля, А/м;

$$\mu = \mu_0(1 + \xi) = B/H, \quad (3.3)$$

где B – магнитная индукция, Тл; μ_0 – магнитная постоянная (магнитная проницаемость вакуума), равная $4\pi \cdot 10^{-7}$ Гн/м.

Диамagnetики и парамагнетики, у которых величина m приблизительно равна единице, относятся к слабомагнитным материалам.

Практическое применение в технике, и в частности в информатике и радиоэлектронике, получили сильномагнитные материалы (ферро- и ферримагнетики), у которых величина m значительно больше единицы и достигает значений 10^6 . Кроме того, их магнитные характеристики нелинейно зависят от температуры и внешнего магнитного поля – магнитные восприимчивость и проницаемость достигают максимума вблизи точки Кюри (T_C), а при более высоких температурах резко убывают, так как ферромагнетик переходит в парамагнитное состояние.

Зависимость намагниченности вещества от величины внешнего магнитного поля предопределяет явление гистерезиса и потери энергии при перемагничивании ферромагнетиков. Кроме того, в этих материалах имеет место спонтанная намагниченность, заключающаяся в том, что в отдельных макроскопических областях – доменах – магнитные моменты атомов располагаются параллельно. Результирующий магнитный момент образца из ферромагнитного вещества близок к нулю, если домены расположены в нем хаотично относительно друг друга, и отличен от нуля, если они имеют преимущественную ориентировку в пространстве. Последнее может быть обусловлено исходной ориентацией доменов на этапе изготовления образца или в результате их переориентации под действием достаточного по величине внешнего магнитного поля.

В относительно слабых магнитных полях ($H < 0,1$ А/м) зависимость магнитной индукции от напряженности магнитного поля линейная. Величина магнитной проницаемости определяется тангенсом угла наклона кривой $B = f(H)$:

$$\mu = B/\mu_0 H. \quad (3.4)$$

На зависимости магнитной индукции от напряженности поля (рис. 3.1) это соответствует углу α_H .

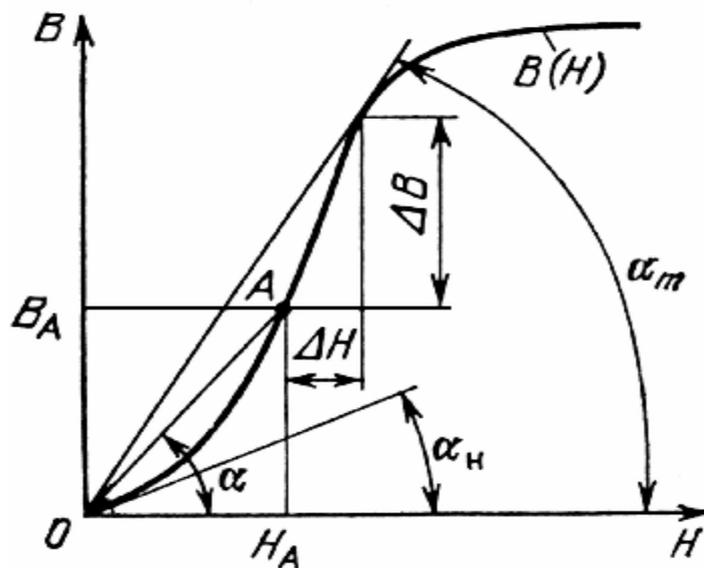


Рис. 3.1. Кривая намагничивания ферро- и ферримагнетиков

Состояние магнитного материала характеризуется при этом обратимым смещением границ доменов, т.е. при возрастании поля границы доменов смещаются таким образом, что благоприятно ориентированные относительно внешнего поля домены несколько увеличиваются в объеме, а при снятии внешнего поля границы доменов занимают исходные положения и величина магнитной индукции становится равной нулю. Магнитная проницаемость μ в этом случае считается начальной μ_H .

При повышении напряженности магнитного поля значение магнитной проницаемости увеличивается до максимальной, соответствующей углу наклона α_m . При этом на всем участке кривой, начиная с точки А (см. рис. 3.1), магнитный материал находится в состоянии необратимого смещения границ доменов, которое означает, что при снятии внешнего магнитного поля домены не возвращаются в исходное состояние и появляется остаточная намагниченность. Для достижения состояния с $B = 0$ требуется приложение противоположно направленного магнитного поля, т.е. возникает явление магнитного гистерезиса (отставания B от H), графически отображаемого петлей гистерезиса.

Величина магнитной проницаемости определяется положением рабочей точки и крутизной кривой $B = f(H)$. В этом случае вводятся понятия:

дифференциальной магнитной проницаемости, используемое для характеристики состояния магнитного материала при одновременном воздействии на него постоянного и переменного магнитного полей. Это имеет место, например, при работе магнитных усилителей;

импульсной магнитной проницаемости, определяемой на отрезке кривой в интервалах $\Delta H - \Delta B$.

При дальнейшем повышении напряженности магнитного поля начинает происходить поворот векторов намагниченности доменов в направлении внешнего поля и материал переходит в состояние магнитного насыщения, при котором подавляющее большинство доменов «выстраиваются» по направлению поля. Образуется как бы монодоменная структура и зависимость $B = f(H)$ становится почти горизонтальной.

Величина магнитной проницаемости при $T < T_C$ изменяется с температурой, так как изменяется амплитуда колебаний ионов в узлах кристаллической решетки магнитного

материала. Температурная зависимость μ определяется температурным коэффициентом магнитной проницаемости

$$\alpha_{\mu} = \frac{1}{\mu} \frac{d\mu}{dT}, \text{ K}^{-1}, \quad (3.5)$$

α_{μ} показывает относительное изменение величины магнитной проницаемости при изменении температуры на один градус.

Петлю гистерезиса удобно наблюдать в переменных магнитных полях. Форма петли гистерезиса магнитного материала зависит от его исходного состояния, скорости перемагничивания и максимальной напряженности магнитного поля, регулируя значение которого можно получить семейство петель гистерезиса ферромагнитного материала, как это показано на рис. 3.2.

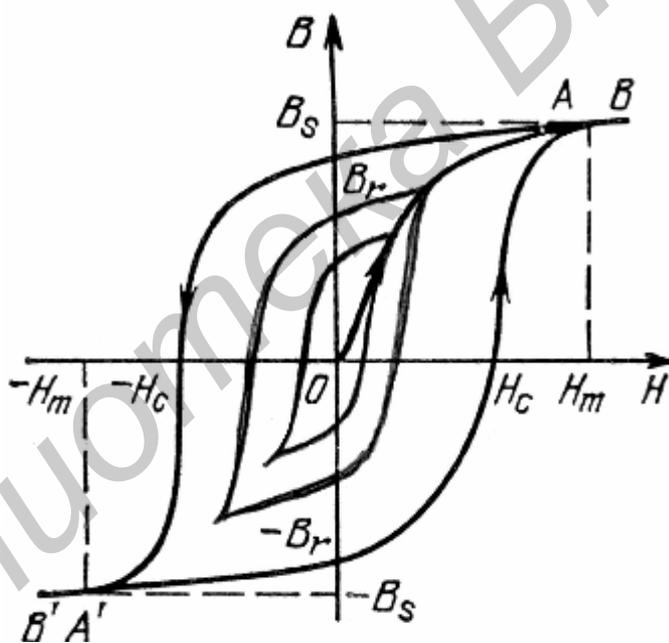


Рис. 3.2. Семейство петель гистерезиса ферромагнетика:

B_s и H_m — соответственно индукция и поле насыщения;

B_r — остаточная индукция; H_c — коэрцитивная сила

Для слабых магнитных полей петля гистерезиса имеет вид эллипса, а петля, полученная при условии насыщения, называется предельной и по ней определяют такие инженерные характеристики магнитного материала, как индукция насыщения B_s , остаточная индукция B_r и коэрцитивная сила H_c . Обычно используются абсолютные значения этих величин. Магнитные материалы с низким значением коэрцитивной силы и

большой магнитной проницаемостью называют магнитомягкими, а с высокими значениями B_r и H_c – магнитотвердыми.

Следует иметь в виду, что при определении характеризующих магнитный материал величин требуется медленное (квазистатическое) изменение поля. Полученная в таких условиях петля гистерезиса называется статической. Из нее также определяют величину магнитных потерь, которая пропорциональна площади петли. Удельные потери относят к массе материала, их величина зависит не только от вида материала, но и от таких факторов, как наличие примесей и дефектов кристаллического строения, остаточных механических напряжений, температуры.

При изучении магнитных материалов в переменных магнитных полях обнаруживается, что при том же значении максимальной индукции теперь уже динамическая петля гистерезиса становится шире и имеет большую площадь. Это связано с дополнительными магнитными потерями – на вихревые токи и на последействие. Последний вид потерь связан с магнитной вязкостью материала. Применяется также такая характеристика, как тангенс угла магнитных потерь $\operatorname{tg}\delta_m$. Угол δ_m показывает отставание по фазе магнитной индукции от напряженности поля, которое обусловлено действием вихревых токов, препятствующих изменению индукции, а также гистерезисом и магнитной вязкостью.

Для характеристики материалов, используемых в цепях переменного тока, вводятся следующие виды магнитной проницаемости: амплитудная или полная μ_p , упругая (консервативная) μ' , вязкая (потерь) μ'' и комплексная $\tilde{\mu}$, которая описывает процессы намагничивания наиболее полно. Зависимость магнитной проницаемости от частоты переменного магнитного поля называется дисперсией магнитной проницаемости. Она может иметь, как видно из рис. 3.3, релаксационный или резонансный характер.

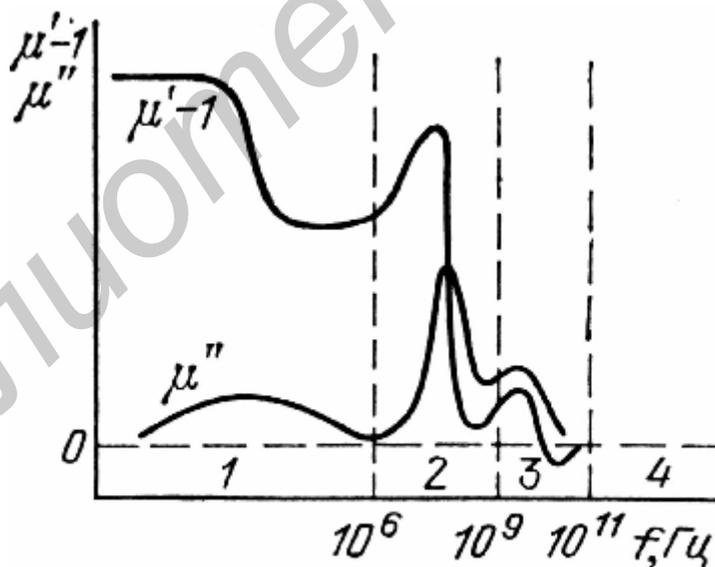


Рис. 3.3. Зависимости упругой и вязкой составляющих магнитной проницаемости от частоты внешнего поля

Под магнитной релаксацией понимают установление термодинамического равновесия системы магнитных доменов, в процессе которой происходит переход энергии движения магнитных доменов в теплоту со снижением внутренней энергии системы. Такой процесс объясняется рассеянием спиновых волн при взаимодействии

друг с другом, с фононами и электронами проводимости в металлах. Резонансные явления возникают при приближении частоты внешнего поля к частоте одного из типов колебаний, свойственных системе. Для всех ферромагнитных материалов они обусловлены избирательным поглощением энергии электромагнитного поля на частотах, совпадающих с собственными частотами колебаний границ доменов или с частотами прецессии магнитных моментов системы электронов, ответственных за магнетизм этих материалов.

На относительно низкой частоте (до нескольких мегагерц) определенный вклад в рассеяние энергии поля вносят также потери, связанные с магнитострикционными колебаниями, проявляющимися в результате деформации кристаллической решетки при намагничивании материала. Из основных ферромагнитных элементов (Fe, Co, Ni) наибольшей магнитострикцией обладает Ni.

В диапазоне радиочастот (до единиц гигагерц) резонансные явления вызваны взаимодействием границ доменов и релаксацией граничных слоев, которая в ферромагнитных металлах и их сплавах связана с микроскопическими вихревыми токами, а в ферритах – со спин-спиновыми и спин-решеточными взаимодействиями. Максимальное значение μ наблюдается, когда частота внешнего поля совпадает с собственной частотой колебаний граничных слоев.

В области СВЧ частотные зависимости потерь обусловлены ферромагнитным резонансом, который связан главным образом с прецессией спинов и релаксацией магнитных моментов; смещение же границ доменов практически не происходит в силу своей некоторой инерционности.

Для инженерной оценки предельной частоты, на которой могут работать магнитные материалы, используется понятие критической частоты. Она определяется по снижению $\operatorname{tg}\delta_m$ до определенного значения, например для ферритов до величины 0,02 или 0,1, которые дополнительно оговариваются.

При намагничивании ферромагнетиков во внешнем магнитном поле проявляется также эффект Томсона, заключающийся в изменении удельного электрического сопротивления. Он объясняется тем, что в намагниченном материале искривляются траектории электронов проводимости под действием силы Лоренца. В большинстве ферромагнетиков удельное сопротивление возрастает, когда ток направлен вдоль или против направления намагниченности, и снижается, когда векторы плотности тока и намагниченности перпендикулярны (соответственно продольный и поперечный эффекты Томсона).

Кроме того, для магнитных материалов характерен магнитооптический эффект (эффект Фарадея), заключающийся в изменении вектора поляризации пучка света при прохождении через магнитную среду. Разумеется, этот эффект проявляется при использовании прозрачных магнитных материалов или тонких магнитных пленок, так как при толщине менее 0,1 мкм металлические пленки частично прозрачны. Эффект Фарадея используется для наблюдения доменной структуры (рис. 3.4), создания оптических вентилях, циркуляторов, модуляторов в оптоэлектронных приборах и устройствах. С середины 90-х годов магнитооптический эффект получил широкое практическое применение в устройствах памяти, допускающих многократную запись больших информационных объемов. Одной из наиболее информативных магнитооптических характеристик является коэффициент оптической добротности – отношение удельного фарадеевского вращения к коэффициенту поглощения материала.

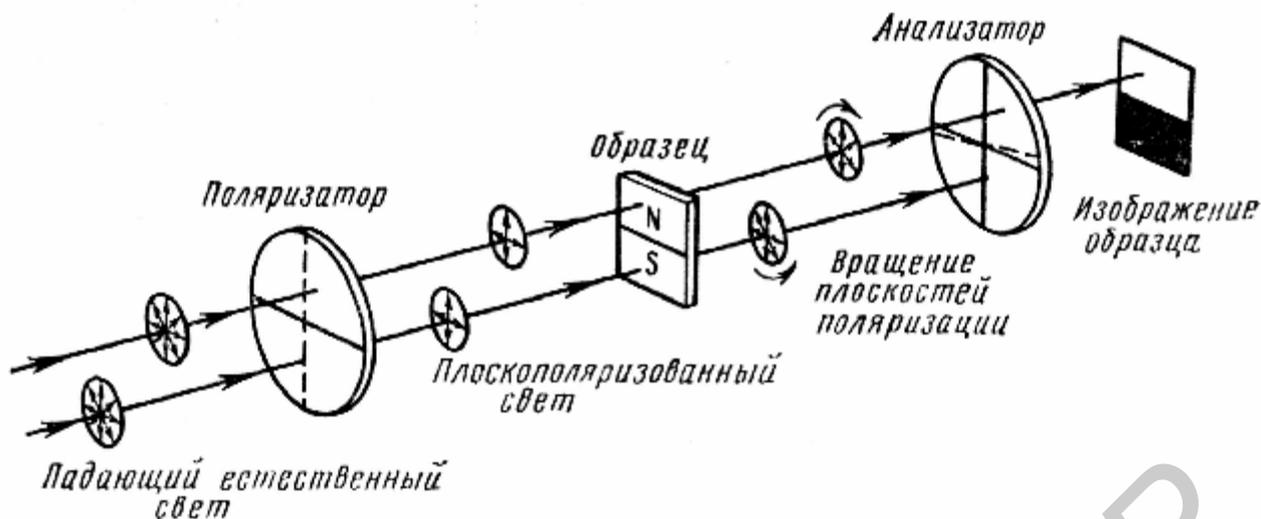


Рис. 3.4. Использование эффекта Фарадея для наблюдения доменной структуры тонких магнитных пленок

К магнитомягким материалам, которые отличаются малой коэрцитивной силой, большой индукцией насыщения и также должны обеспечивать минимальные потери мощности при работе в переменных полях, относятся:

1. Железо повышенной чистоты, в частности электролитическое; карбонильное, полученное методом химического осаждения из газовой фазы; технически чистое армко-железо, низкоуглеродистая электротехническая сталь и др.

2. Кремнистая электротехническая сталь, имеющая низкую коэрцитивную силу, повышенное электросопротивление и меньшие магнитные потери.

3. Сплавы высокой проницаемости: пермаллой (на железоникелевой основе), имеющие μ_n до 100 000 и отличающиеся сильной зависимостью магнитных характеристик от механических напряжений, в том числе вносимых размерной обработкой; более дешевые, но нетехнологичные альсиферы (9,5% Si, 5,6% Al, Fe – остальное) с $\mu = 7000$; альфенолы (16% Al, Fe – остальное), отличающиеся повышенной устойчивостью к истиранию; терменолы (15% Al, 3% Mo, Fe – остальное); многокомпонентные аморфные сплавы, в которых содержится до 85% Fe, Ni, Co основы, стеклообразователь (Si, C, P, B) и легирующие элементы из числа переходных металлов (Cr, Ta, Mn и др.).

4. Магнитомягкие ферриты, обладающие магнитной проницаемостью на уровне тысяч единиц, малой коэрцитивной силой и наиболее низкими магнитными потерями. Последнее объясняется тем, что ферриты (ферримагнетики по своей природе) являются диэлектрическими материалами, в которых подавляются потери на вихревые токи. Типичными представителями материалов этого класса являются оксиды типа магнетита ($m\text{FeO} \cdot n\text{Fe}_2\text{O}_3$), в которых некоторые из ионов Fe^{++} замещены двухвалентным металлом (Me) – Mn, Ni, Zn, Mg и др.

Наиболее широкое применение получили никель-цинковые, магниевомарганцевые и марганцево-цинковые ферриты со структурой шпинели ($\text{MgO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$), которые имеют общую формулу $\text{MeO} \cdot \text{MeO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$. Их намагниченность насыщения составляет 0,2 – 0,7 Тл. В диапазоне СВЧ наилучшими свойствами обладают феррит-гранаты, имеющие формулы $(\text{Y}_2\text{O}_3)_3 \cdot (\text{Fe}_2\text{O}_3)_5$, $(\text{R}_2\text{O}_3)_3 \cdot (\text{Fe}_2\text{O}_3)_5$ или $\text{R}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, где R – трехвалентный ион редкоземельного металла, например гадолиния, иттерия и др., а также ортоферриты,

имеющие формулу $RFeO_3$. Некоторые виды феррит-гранатов прозрачны в оптическом диапазоне и используются в качестве среды для создания особых лазеров, в которых управление частотой и поляризацией излучения осуществляется внешним магнитным полем, воздействующим непосредственно на рабочую среду.

Некоторые характеристики магнитомягких материалов приведены в табл. 3.1, а коэффициент оптической добротности, характеризующий магнитооптические свойства феррит-гранатов, – в табл. 3.2.

Таблица 3.1
Основные характеристики магнитомягких материалов

Материал	μ_n	μ_m	H_c , А/м	ρ_v , Ом·м	$f_{кр}$, МГц
Низкоуглеродистая сталь	250–400	$5 \cdot 10^3$	32–95	10^{-7}	–
Электролитическое железо	600	$15 \cdot 10^3$	30	10^{-7}	–
Карбонильное железо	$3 \cdot 10^3$	$20 \cdot 10^3$	6,4	10^{-7}	–
Электротехническая сталь	200–600	$6 \cdot 10^3$	10–65	$4 \cdot 10^{-7}$	–
Пермаллой (50% Ni, 50% Fe)	$3 \cdot 10^3$	$50 \cdot 10^3$	5–32	$9 \cdot 10^{-7}$	–
Пермаллой (79% Ni, Fe – ост.)	$35 \cdot 10^3$	$20 \cdot 10^4$	0,8–4,0	$5 \cdot 10^{-7}$	–
Суперпермаллой (79% Ni, 5% Mo, 15% Fe, 0,5% Mn)	до 10^5	$1,5 \cdot 10^6$	0,3	$6 \cdot 10^{-7}$	–
Ферриты:					
20000НМ	$25 \cdot 10^3$	$35 \cdot 10^3$	0,25	10^{-2}	0,005
2000НН	$2 \cdot 10^3$	$2,5 \cdot 10^3$	10–700	0,5	0,6
600НН	$0,7 \cdot 10^3$	$1,6 \cdot 10^3$	10–400	10^4	0,4
150НН	$0,1 \cdot 10^3$	$0,3 \cdot 10^3$	–	10^4	25
100 ВЧ	80–120	280	300	10^5	80

Помимо ферритов низкие потери на вихревые токи имеют магнитодиэлектрики, также используемые в области радиочастот и СВЧ. Их изготавливают путем прессования ферромагнитного порошка (карбонильного железа, альсифера и др.) с изолирующей связкой (фенолформальдегидные смолы, стекла, стеклоэмали, полистирол и др.). Таким образом, они представляют собой композицию из тонкодисперсного порошка низкокоэрцитивного ферромагнитного сплава, частицы которого изолированы друг от друга, но механически связаны диэлектрическим материалом. Доля изолирующего материала обычно составляет 5 – 15%.

Таблица 3.2

Коэффициент оптической добротности кристаллов, % / дБ

Длина волны излучения, мкм	Феррит-гранаты		Ортоферрит $RFeO_3$
	$Y_3Fe_5O_{12}$	$Gd_3Fe_5O_{12}$	
0,5	0,3	0,1	–
0,6	0,4	0,2	10
1,06	7,0	5,0	свыше 10
1,5	свыше 100	100	100

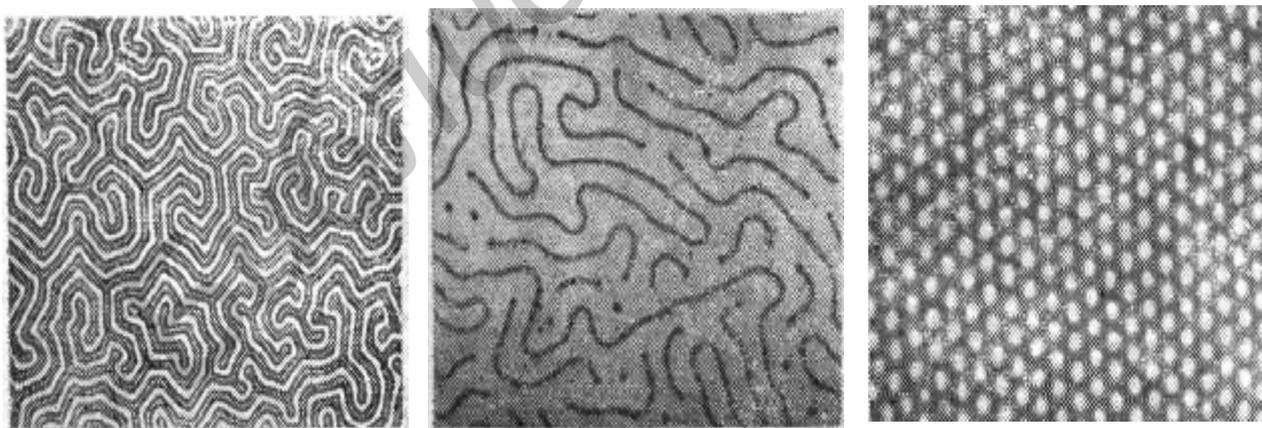
В магнитных материалах с прямоугольной петлей гистерезиса (ППГ) статическая петля гистерезиса имеет коэффициент прямоугольности $\beta = B_s/B_r$ не менее 0,85. Кроме

того, они должны иметь малое время переключения (микросекунды) и высокую стабильность свойств. Таким требованиям наиболее полно удовлетворяют некоторые виды ферритов, например системы $MgO \cdot MnO \cdot Fe_2O_3$, содержащие примеси Zn и Ca . Эти материалы получили применение в устройствах автоматики, вычислительной техники, средствах связи.

Тенденции к микроминиатюризации и повышению быстродействия элементов магнитной электроники потребовали использования специфических доменных структур – полосовых, цилиндрических магнитных доменов и др., образующихся в тонких магнитных пленках. Для получения информации используют различные свойства этих доменов: смещение границ, возможность генерации, управляемого движения и локализации доменов в заданном месте, поворот доменных границ и др. Доменные структуры, параметрами которых можно управлять с помощью внешних воздействий (магнитных, тепловых, механических, оптических), называют управляемыми. Наибольший практический интерес среди них имеют ЦМД-структуры, которые возникают при определенных условиях в тонких монокристаллических пластинках или пленках некоторых ферритов с сильной одноосной магнитной анизотропией.

Если из монокристалла такого магнетика вырезать тонкую (< 50 мкм) пластинку в направлении, перпендикулярном оси легкого намагничивания, то в ней возникает лабиринтная доменная структура (рис. 3.5,а). Векторы намагничивания в доменах ориентированы вдоль нормали к поверхности в положительном или отрицательном направлениях, чему на рисунке соответствуют темные и светлые участки.

При воздействии на пластинку внешнего магнитного поля $H_{вн}$, направленного перпендикулярно поверхности, лабиринтные домены по мере увеличения его напряженности сначала разрываются, приобретая гантельную форму, а затем формируется структура с ЦМД (рис. 3.5, б, в), радиус которых постепенно уменьшается. Наконец, вся пластинка намагничивается однородно в направлении внешнего поля, т.е. ЦМД существуют только в определенном диапазоне значений $H_{вн}$, хотя в реальных материалах возможно их устойчивое существование и без внешнего поля. Для этого «разрезают» полосовые домены с помощью специальных магнитных аппликаций и генераторов ЦМД, в которых используются вращающиеся магнитные поля.



а

б

в

Рис. 3.5. Доменная структура в материалах-носителях ЦМД: а – лабиринтная ($H_{вн} = 0$); б – переходная ($H_{вн}$ – мало); в – решетка ЦМД ($H_{вн}$ – велико)

Для практического применения разработаны материалы (например, пленки иттриевых или РЗМ-ортоферритов на сапфире, феррит-гранатов) с ЦМД радиусом менее микрометра и высокой подвижностью в неоднородных магнитных полях. В основном данные параметры определяют эффективность этих материалов в устройствах хранения и обработки информации.

Структурная схема измерений

Для изучения динамической петли гистерезиса магнитного материала на различных частотах с помощью осциллографа необходимо собрать установку, структурная схема которой показана на рис. 3.6.

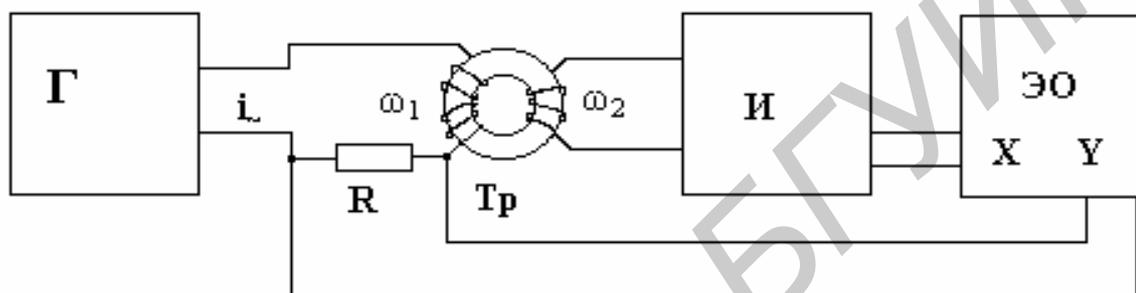


Рис. 3.6. Схема установки для исследования процессов намагничивания в переменных полях

В качестве исследуемого образца используется ферро- или ферромагнитный тороид T_p . Его первичная обмотка с числом витков ω_1 питается от генератора Γ током переменной частоты i_{\sim} через сопротивление R . Падение напряжения на этом сопротивлении, пропорциональное напряженности H намагничивающего сердечник магнитного поля, подается на горизонтальные отклоняющие пластины осциллографа ЭО. На вертикальные пластины подается после преобразования интегратором И ЭДС, индуцируемая во вторичной обмотке с числом витков ω_2 . Величина этой ЭДС пропорциональна индукции B .

Чтобы найти напряженность поля H , воспользуемся формулой

$$H = \mu\mu_0\omega_1 i_{\sim}, \quad (3.6)$$

где μ – магнитная проницаемость образца; μ_0 – магнитная проницаемость вакуума ($\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7}$ Г/м). Тогда напряжение на горизонтальных пластинах осциллографа U_x

$$U_x = i_{\sim}R = R/\mu\mu_0\omega_1 H. \quad (3.7)$$

ЭДС индукции E во вторичной обмотке тороида

$$E = -\frac{d\Phi}{dt} = -S\omega_2 \frac{dB}{dt}, \quad (3.8)$$

где Φ – поток вектора магнитной индукции в образце. Поскольку ω_2 мало, самоиндукцией можно пренебречь. Тогда при известном сечении тороида S напряжение на вертикальных пластинах осциллографа

$$U_y = -k\omega_2 SB, \quad (3.9)$$

где k – постоянная интегратора И.

В результате на вход “Х” подается напряжение, пропорциональное H , а на “У” – пропорциональное B и на экране осциллографа получается петля гистерезиса $B = f(H)$. Изменяя величину тока i , можно получить семейство петель гистерезиса, вплоть до насыщающей, при различных частотах f .

Порядок выполнения работы

1. Ознакомиться с описанием лабораторной работы и инструкциями к приборам и оборудованию.
2. Получить у лаборанта образцы магнитных материалов и необходимые для выполнения работы принадлежности.
3. Получить петли гистерезиса исследуемых образцов с помощью осциллографа, собрав установку по схеме, изображенной на рис. 3.6.
4. Прокалибровать шкалу экрана осциллографа и по максимальной петле гистерезиса, используя выражения (3.7), (3.9), определить значения H_c , B_s , B_r и коэффициент квадратичности α исследуемых материалов при 20, 40 и 60 °С.
5. Построить зависимость магнитных характеристик образцов H_c , B_r и B_s от частоты при 20 °С в интервале 1 – 200 кГц.
6. Используя биологический микроскоп, по указаниям преподавателя собрать схему для наблюдения доменной структуры пленок носителей ЦМД в проходящем поляризованном свете (рис. 3.4). Установить на предметный столик плоский соленоид с образцом пленки феррит-граната и, вращая анализатор, получить четкое изображение доменной структуры.
7. Прокалибровать шкалу окуляра микроскопа по объект-микрометру и определить геометрические характеристики наблюдаемых лабиринтных структур (рис. 3.5,а).
8. Подключить соленоид к источнику питания и наблюдать перестройку доменной структуры при изменении тока через соленоид. Используя откалиброванный датчик Холла, определить значения напряженности магнитного поля, при которых в пленке формируется переходная структура (рис. 3.5,б) и цилиндрические магнитные домены (рис. 3.5,в). Определить диаметр и плотность ЦМД.

Содержание отчета

1. Цель работы.
2. Краткие теоретические сведения, основные расчетные формулы и зависимости.
3. Методики определения магнитных характеристик и наблюдения доменной структуры и схемы лабораторных макетов.
4. Экспериментальные данные и графические зависимости.
5. Результаты вычислений H_c , B_s , B_r , коэффициента квадратичности α и размеров ЦМД исследуемых материалов.
6. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Чем определяется намагниченность вещества?
2. Какими параметрами характеризуются магнитные материалы?
3. Что представляет собой дисперсия магнитной проницаемости?
4. Какими причинами обусловлен магнитный гистерезис?
5. Какие факторы влияют на форму петли гистерезиса магнитных материалов различного назначения?
6. Что представляет собой эффект Томсона?
7. Что представляет собой эффект Фарадея?
8. Какие материалы относятся к магнитомягким?
9. Каковы особенности магнитомягких материалов?
10. Какие материалы применяются в диапазоне радиочастот и СВЧ?
11. Что представляют собой ферриты?
12. Что представляют собой магнитодиэлектрики?
13. Какие доменные структуры относятся к управляемым?
14. Природа ЦМД, методы их наблюдения и применение в устройствах магнитной электроники.

Литература

1. Пасынков В.В., Сорокин В.С. Материалы электронной техники. – М.: Лань, 2001. – 368 с.
2. Материалы микроэлектронной техники / Под ред. В.М. Андреева. – М.: Радио и связь, 1989. – 352 с.
3. Преображенский А.А., Бишард Е.Г. Магнитные материалы и элементы. – М.: Высш. шк., 1986. – 352 с.
4. Материалы в приборостроении и автоматике: Справочник / Под ред. Ю.М. Пятина. – М.: Машиностроение, 1982. – 528 с.

ИССЛЕДОВАНИЕ ЭЛЕКТРОФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ СЕГНЕТОЭЛЕКТРИКОВ

Цели работы: изучение основных электрофизических свойств сегнетоэлектриков, особенностей их структуры и областей применения в РЭС и электронно-оптической технике. Экспериментальное исследование поляризации сегнетоэлектриков в постоянных и переменных полях, измерение диэлектрической проницаемости и диэлектрических потерь, исследование температурной зависимости этих параметров, определение температуры Кюри.

Теоретические сведения

К сегнетоэлектрикам относятся материалы, которые обладают в определенном интервале температур спонтанной поляризацией, причем ее направление может изменяться при внешних воздействиях. Примером такого воздействия может служить электрическое поле, направление которого отлично от направления вектора поляризованности. Самопроизвольная поляризация в сегнетоэлектриках возникает вследствие внутренних процессов и во многом обуславливает доменную структуру этих материалов, т.е. наличие областей с некоторыми векторами поляризованности \vec{P}_{Si} . Обычные диэлектрики не имеют таких областей, и при отсутствии внешнего электрического поля поляризации не наблюдается. Однако суммарный вектор поляризованности всего образца \vec{P}_S обычно равен нулю из-за разнонаправленности отдельных доменов. Только очень мелкие кристаллы могут быть однодоменными. Линейные размеры доменов – 1–1000 мкм. В монокристаллах относительная ориентация электрических моментов доменов определяется симметрией кристаллической решетки.

Внешнее электрическое поле изменяет направление векторов поляризованности и смещает доменные границы так, что все они ориентируются по направлению поля. Такая очень сильная поляризация материала объясняет свойственные сегнетоэлектрикам сверхвысокие (сотни тысяч) значения диэлектрической проницаемости. Зависимость поляризованности образца от величины напряженности электрического поля E для сегнетоэлектриков отличается нелинейностью и при циклическом изменении E приобретает вид замкнутой кривой, называемой петлей гистерезиса (рис. 4.1).

Участок кривой ob относится к случаю поляризации образца сегнетоэлектрика с хаотично расположенными доменами, например, имеющему место после термообработки. На участке до точки d функция $P = f(E)$ линейна как и в обычных диэлектриках. По мере возрастания величины E домены переориентируются в направлении поля (участок db). Затем кривая входит в область насыщения (участок bc), соответствующую состоянию материала, когда все домены ориентированы по направлению поля (однодоменное состояние). При этом наблюдается максимальная поляризованность сегнетоэлектрика. По мере уменьшения величины E поляризованность изменяется нелинейно по кривой в направлении, указанном стрелкой. При отсутствии

внешнего поля ($E = 0$) остаточная поляризация сохраняется вследствие преимущественной ориентации векторов поляризованности доменов \vec{P}_{Si} .

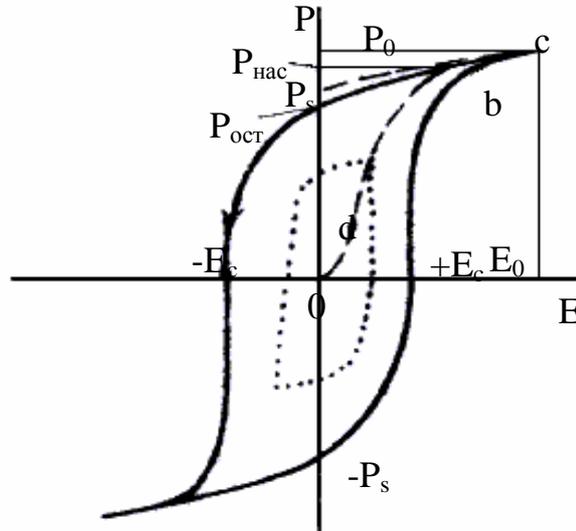


Рис. 4.1. Петля гистерезиса сегнетоэлектриков: E_c – коэрцитивная сила; P_0 – максимальная, P_S – спонтанная, $P_{ост}$ – остаточная поляризованности сегнетоэлектрика

Однако величина $P_{ост}$ несколько меньше, чем P_S из-за небольшой разориентированности векторов \vec{P}_{Si} . В свою очередь P_S меньше $P_{нас}$ и P_0 вследствие того, что при отсутствии поля не наблюдается обычных механизмов индуцированной поляризации, таких как электронный, ионный, дипольный и др. При воздействии поля обратного знака имеет место переполяризация, которая наиболее быстро протекает при напряженностях поля, близких к E_c , т.е. величине, при которой происходит изменение направления спонтанной поляризации. При увеличении E можно достигнуть состояния насыщения $P_{нас}$, аналогичного точке c . Цикл завершается при изменении направления поля. В слабых электрических полях петля гистерезиса не разворачивается, поскольку поляризация носит упругий характер. Если напряженность внешнего поля недостаточная для выхода на поляризацию насыщения, петля называется частичной (на рис. 4.1 петля из точек).

Другим важным параметром сегнетоэлектрических материалов является точка Кюри, т.е. температура, при которой в процессе охлаждения в материале возникает спонтанная поляризация, а в процессе нагревания исчезает. При этой температуре (T_K) происходит фазовый переход из сегнетоэлектрического состояния в параэлектрическое (когда $P_S = 0$) и наоборот. Одновременно резко изменяются упругие, диэлектрические, электрооптические, пьезоэлектрические и другие характеристики, происходит деформация кристаллической решетки.

Сегнетоэлектрики имеют максимальную диэлектрическую проницаемость при температуре точки Кюри, а при более высокой температуре она подчиняется закону Кюри–Вейсса

$$\varepsilon = C/(T - T_K), \quad (4.1)$$

где C – постоянная Кюри; T_K – температура Кюри-Вейсса.

У различных материалов превращение сегнетоэлектрик – параэлектрик может протекать как фазовый переход первого или второго рода, а также как размытый фазовый переход. Характер зависимостей ϵ и P_s от температуры для этих случаев показан на рис. 4.2. Для перехода первого рода характерны наличие температурного гистерезиса и выделение скрытой теплоты, а для последнего – сосуществование обеих фаз (сегнетоэлектрической и параэлектрической) в области Кюри, т.е. вблизи температуры T_K (P_s плавно уменьшается, а для ϵ наблюдается размытый максимум).

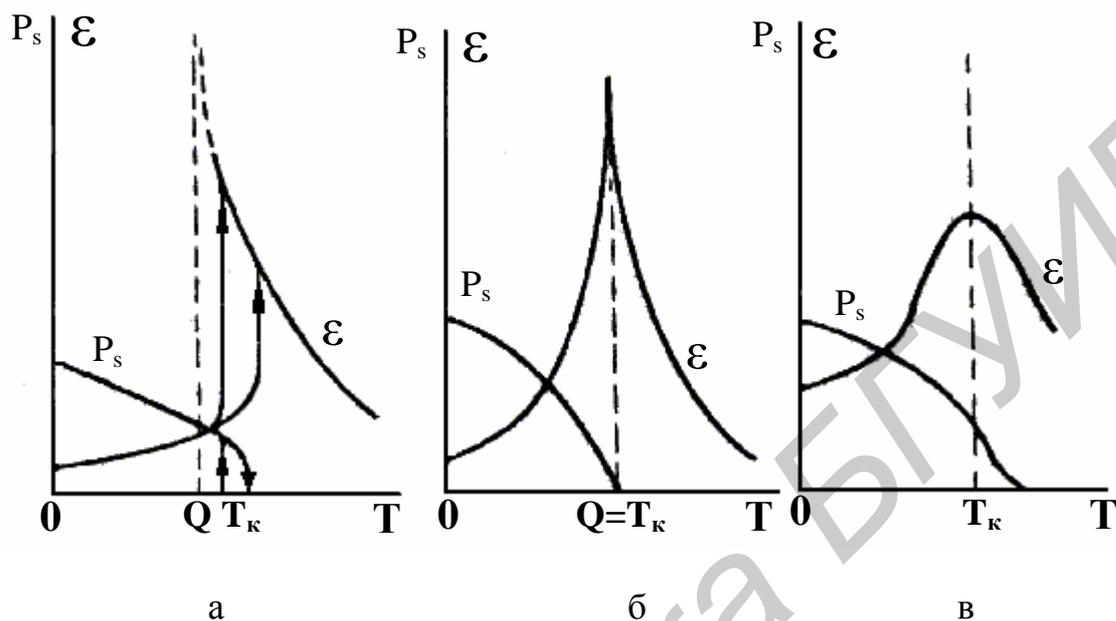


Рис. 4.2. Температурные зависимости ϵ и P_s для фазовых переходов: а – первого рода; б – второго рода; в – размытого фазового перехода

На температурных зависимостях реальных промышленных сегнетоэлектрических материалов из-за наличия структурных дефектов и химической неоднородности максимумы P_s всегда несколько размыты. Так, для поликристаллического титаната бария зависимость $\epsilon(T)$ имеет вид, показанный на рис. 4.3.

По структуре, определяющей вид поляризации, сегнетоэлектрики можно разделить на ионные и дипольные. К ионным сегнетоэлектрикам относятся соединения со структурой титаната бария $BaTiO_3$ ($T_K = 120$ °C), иодата калия KIO_3 ($T_K = 210$ °C), ниобата калия $KNbO_3$ ($T_K = 435$ °C) и др. Элементарная ячейка, например $BaTiO_3$, имеет вид куба, в вершинах которого расположены ионы Ba^{2+} , в центре – ион Ti^{4+} , а по центру граней – ионы O^{2-} . Упорядоченное смещение ионов Ti^{4+} приводит к появлению у ячейки дипольного момента \vec{P}_1 , направленного вдоль оси смещения. Такой переход в точке Кюри при охлаждении ионных сегнетоэлектриков называют переходом типа смещения. Постоянная Кюри этих материалов обычно $C \approx 10^5$ К.

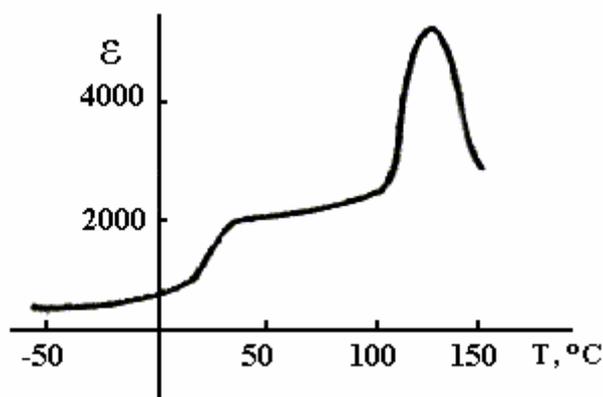


Рис. 4.3. Зависимость $\epsilon(T)$ поликристаллического титаната бария

К дипольным сегнетоэлектрикам можно отнести сегнетову соль $\text{NaKC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ($T_K = 24^\circ\text{C}$), нитрид натрия NaNNO_2 ($T_K = 160^\circ\text{C}$) и др. Для элементарной ячейки таких материалов характерно наличие двух положений равновесия отдельных ионов или групп атомов. При хаотическом тепловом движении атомы перемещаются из одного равновесного положения в другое, что приводит к переориентации электрического момента \dot{P}_i ячейки. Величина S таких материалов меньше, чем у ионных сегнетоэлектриков и составляет около 10^3K . Фазовый переход в точке Кюри называют переходом типа порядок-беспорядок.

Кроме того, в отдельную группу выделяют несобственные сегнетоэлектрики, в которых спонтанная поляризация может быть обусловлена, например, деформацией кристаллической решетки при фазовом переходе. К числу таких сегнетоэлектриков относят молибдат гадолиния $\text{Gd}_2(\text{MoO}_4)_3$ ($T_K = 159^\circ\text{C}$), сульфат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ($T_K = -50^\circ\text{C}$) и др. Особенности таких материалов являются слабая зависимость ϵ от температуры и $S \approx 0$.

Также отдельную группу составляют антисегнетоэлектрики, кристаллические материалы ионного или дипольного строения, в которых соответственно одноименные ионы в соседних элементарных ячейках (структурных единицах) или соседние диполи ориентированы в противоположных направлениях. При действии сильного электрического поля антисегнетоэлектрик может перейти в состояние с параллельными направлениями элементарных электрических моментов \dot{P}_i . Следствием этого является наличие двойных петель диэлектрического гистерезиса, изображенных на рис. 4.4.

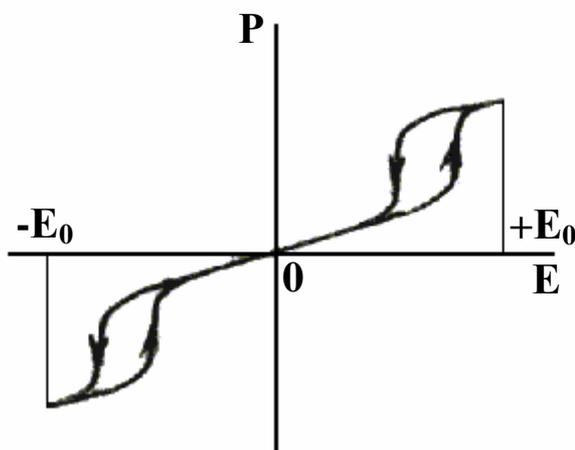


Рис. 4.4. Петля гистерезиса антисегнетоэлектрика

Типичными антисегнетоэлектриками являются цирконат свинца PbZrO_3 ($T_K = 234$ °C), ниобат натрия NaNbO_3 ($T_K = 354$ °C) и др.

Сегнетоэлектрики находят достаточно широкое применение в производстве изделий электронной техники. Так, большие значения ϵ сегнетокерамики позволяют получать малогабаритные конденсаторы относительно высокой емкости; возможность длительного сохранения поляризованного состояния является основой для создания элементов запоминающих устройств; нелинейность зависимости $P = f(E)$ используется при изготовлении варикондов, т.е. нелинейных конденсаторов, емкость которых зависит от приложенного напряжения.

Рассмотрим некоторые эксплуатационные параметры сегнетоэлектриков, которые широко применяются на практике для изготовления электронных компонентов. Так, в зависимости от условий работы нелинейных конденсаторов используются отличные друг от друга характеристики емкости: нормальная, амплитудная, эффективная, реверсивная, дифференциальная и ряд других. Например, эффективная емкость удобна для описания работы варикондов в цепях с большим уровнем синусоидальных напряжений (стабилизаторов, генераторов, устройств искрогашения и др.) и представляет собой емкость такого линейного конденсатора, через который течет такой же ток, как и через вариконд.

Для многих сегнетоэлектриков зависимость $\epsilon_{\text{эфф}}$ от амплитуды напряженности электрического поля ($E_a = U_{\text{max}}/L$) имеет вид, показанный на рис. 4.5.

Степень эффективной нелинейности функции $\epsilon_{\text{эфф}} = f(E_a)$ оценивается коэффициентом эффективной нелинейности:

$$K_{\text{эфф}} = \epsilon_{\text{max}}/\epsilon_n. \quad (4.2)$$

С учетом величины E_a его можно переписать в следующем виде:

$$K_{\text{эфф}} = \frac{1}{\epsilon_{\text{эфф}}} \frac{\partial \epsilon_{\text{эфф}}}{\partial E_a}, \quad (4.3)$$

т.е. материал считается более нелинейным тогда, когда E_{max} составляет небольшую величину.

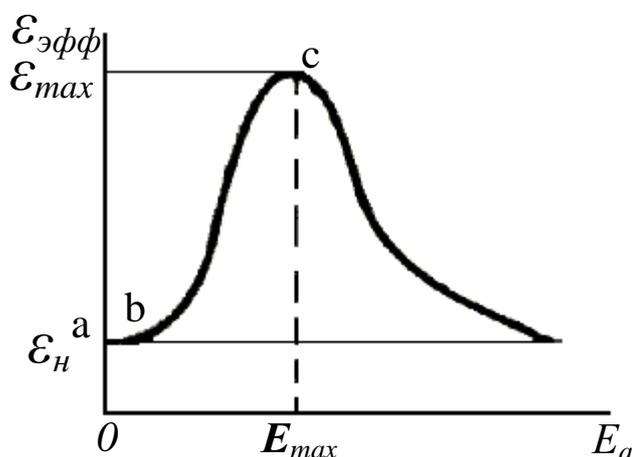


Рис. 4.5. Зависимость $\epsilon_{\text{эфф}}$ от напряженности электрического поля

Сегнетоэлектрики с прямоугольной петлей гистерезиса, имеющие два устойчивых диэлектрических состояния, можно применять в устройствах записи и переработки информации; кристаллы с сильным электрооптическим эффектом (изменение показателя преломления во внешнем поле) – для модуляции лазерного излучения.

Важнейшие характеристики сегнетоэлектрических материалов, применяемых в производстве элементной базы изделий электронной техники, приведены в табл. 4.1.

Таблица 4.1

Основные электрофизические характеристики сегнетоэлектриков

Вид и марка материала	$T_K, ^\circ\text{C}$	ϵ_H	$K_{\text{эфф}}$	$E_{\text{max}}, \text{кВ/м}$	$E_c, \text{кВ/м}$	$\text{tg}\delta$
Титанат бария*	120	–	–	–	80 ± 5	–
Триглицинсульфат*	49	–	–	–	22 ± 7	–
Цирконат-титанат свинца (ЦТС):	280	–	–	–	700 ± 100	–
ВК-1	75	2000	7 ± 1	175 ± 25	–	0,02
ВК-2	75	2000	17 ± 2	135 ± 15	–	0,01
ВК-3	25	10000	2 ± 1	75 ± 25	–	0,03
ВК-4	105	1900	12 ± 2	275 ± 25	–	0,02
ВК-5	75	2000	42 ± 8	90 ± 10	–	0,01
ВК-6	200	400	35 ± 15	550 ± 50	–	0,03

* Монокристаллические образцы.

Значительные величины диэлектрических потерь в этих материалах обусловлены спонтанной поляризацией, но при температурах $T > T_K$ потери резко уменьшаются. Кроме того, $\text{tg}\delta$ зависит от частоты – в диапазоне рабочих частот для сегнетоэлектрика $\text{tg}\delta$ возрастает с частотой приложенного напряжения.

Технология производства сегнетоэлектрических материалов определяется их видом, требуемой чистотой и структурой. Так, титанат бария и пьезоэлементы на его основе получают довольно простым способом при обжиге смеси двух порошков – двуокиси титана TiO_2 и углекислого бария BaCO_3 при температуре 1400°C . Этот способ изготовления подобен технологии производства керамических изделий, и поэтому титанат бария и сходные с ним сегнетоматериалы, полученные таким путем, называются сегнетокерамикой.

Следующим этапом технологии является процесс придания порошкообразной массе титаната бария необходимой формы, называемый процессом оформления элементов или деталей. Он может производиться различными методами: сухим прессованием, горячим литьем под давлением и литьем в гипсовые формы. Затем следует операция окончательного обжига. Эта операция имеет важное значение, так как в процессе ее происходит образование монолитного тела. Из полученных керамических заготовок с

помощью шлифования изготавливают остовы элементов, методом вжигания наносятся электроды и производится поляризация постоянным электрическим полем.

Сегнетокерамика является поликристаллическим телом с хаотически распределенными полярными осями отдельных кристаллитов. При воздействии сильного постоянного поля материал приобретает пьезокерамические свойства.

Пьезокерамические материалы системы ЦТС могут быть получены двумя способами. По первому способу предварительно синтезируется отдельно цирконат свинца $PbZrO_3$ и титанат свинца $PbTiO_3$, смесь которых с добавками подвергается высокотемпературной термообработке. При этом получается твердый раствор цирконата-титаната свинца $Pb(ZrTi)O_3$. По второму способу гомогенная смесь всех составляющих – окиси свинца PbO , двуокиси циркония ZrO_2 и двуокиси титана TiO_2 – подвергается однократной термической обработке, при которой последовательно происходят химические реакции образования $PbTiO_3$, $PbZrO_3$ и твердого расплава $Pb(ZrTi)O_3$.

Состав лабораторного оборудования

Для выполнения лабораторной работы применяются:

- осциллограф учебный;
- измеритель емкости цифровой Е8-3 (пределы измерения емкости 0,03 пФ – 10 мкФ, пределы измерения $\text{tg} \delta$ $5 \cdot 10^4$ – $9,99 \cdot 10^{-2}$);
- электронный потенциометр типа КС4-1 (предел измерения температуры до 250 °С);
 - термошкаф (максимальная температура нагрева 250 °С);
 - лабораторный макет;
 - термопара или терморезистор для измерения температуры в интервале 0–250 °С.

В качестве исследуемых образцов используются:

- сегнетокерамика $BaTiO_3$ – конденсаторы С1–С6 (толщина пластины 1 мм, диаметр – 10 мм, емкость $C = 4,2 \pm 0,1$ пФ);
- пьезокерамика ЦТС-19 – конденсаторы С7–С12 (толщина пластин 1 мм, диаметр – 20 мм, емкость $C = 6,7 \pm 0,1$ пФ);
- керамика для варикондов марки ВК-2 – конденсаторы С13–С18 (размеры 20x5x0,2 мм, емкость $C = 10 \pm 0,1$ пФ).

Схема измерений

Схема измерения параметров сегнетоэлектриков приведена на рис. 4.6. Исследуемые конденсаторы С1–С18 включаются последовательно с обычным линейным конденсатором С17, емкость которого равна 1 мкФ и значительно выше емкости конденсаторов С1–С18. Поэтому напряжение, подаваемое с автотрансформатора Тр.1 и измеряемое вольтметром V, практически приложено к исследуемым конденсаторам С1–С18. К пластинам вертикального отклонения осциллографа подводится незначительная величина напряжения, пропорциональная заряду конденсатора С20 и

соответственно заряду любого из включенных в схему исследуемых конденсаторов, так как на переменном токе заряды конденсаторов, включенных последовательно, равны.

Таким образом, отклонение луча осциллографа по вертикали будет пропорционально заряду исследуемых конденсаторов. Отклонение же луча по горизонтали будет пропорционально напряжению на конденсаторах С1–С18, которое подводится к пластинам горизонтального отклонения через делители R2, R3. Следовательно, при одновременном приложении напряжения к вертикальным и горизонтальным пластинам осциллографа на его экране появится зависимость заряда конденсатора от сегнетоэлектрика от напряжения на нем, т.е. можно исследовать процесс поляризации сегнетоэлектрика во внешнем электрическом поле.

Образцы исследуемых сегнетоэлектриков помещены в термошкаф, в котором производится их нагрев при исследовании влияния температуры на диэлектрическую проницаемость и тангенс угла потерь. Температура образцов измеряется с помощью хромель-копелевой термопары и электронного потенциометра типа КС4-1 (КСП-4).

Емкость конденсаторов и $\text{tg}\delta$ измеряются с помощью цифрового измерителя емкости Е8-3. С помощью переключателя П1 устанавливается исследуемый сегнетоэлектрик (положения 1–3). В положении переключателя 0 производится градуировка осей осциллографа. Переключателями П2–П4 подключаются к измерительной схеме исследуемые конденсаторы (в пределах каждого варианта). Выключатель S1 служит для включения напряжения, S2 – для подключения исследуемых образцов к осциллографу (положение 1) или к мосту переменного тока (положение 2), S3 – для закорачивания пластин горизонтального (положение 1) и вертикального (положение 2) отклонений осциллографа.

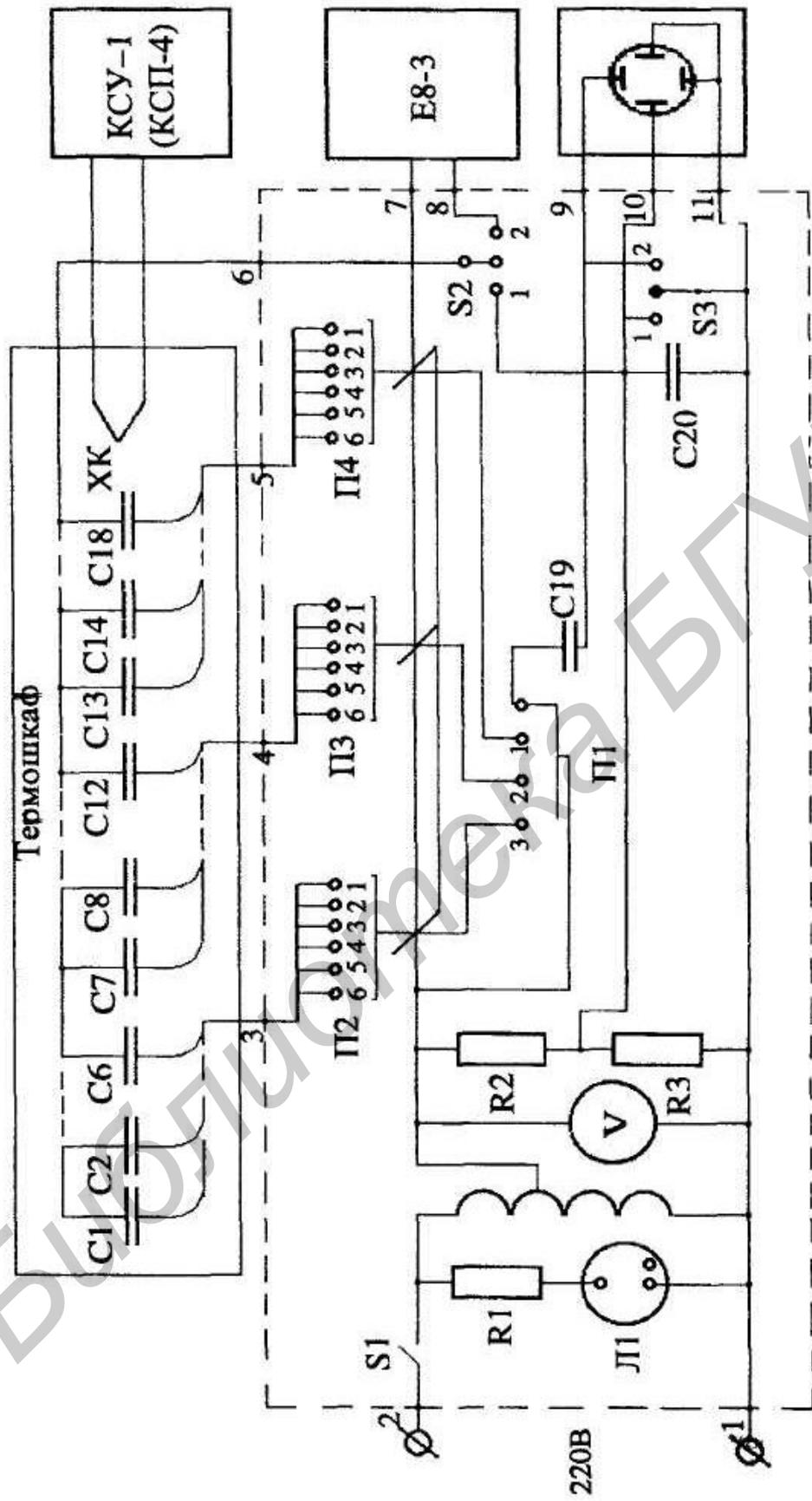


Рис. 4 6. Схема лабораторного макета

Методика выполнения работы

1. Исследование поляризации сегнетоэлектриков внешним электрическим полем

Для проведения указанных исследований необходимо проградуировать оси осциллографа. Для этого в измерительную схему включается линейный конденсатор С19 емкостью 0,005 мкФ (переключатель П1 в положении 0). Для градуировки оси заряда закорачиваются пластины горизонтального отклонения осциллографа (выключатель S3 в положении 1), подается напряжение на схему (выключатель S1 в положении «Вкл») и с помощью ЛАТРа Тр.1 устанавливается такое напряжение U_y , чтобы длина вертикальной развертки луча L_y составляла 25–35 мм. Масштаб оси Y рассчитывается по формуле

$$M_y = \frac{2C16U_y}{L_y}, \text{ К/мм.} \quad (4.4)$$

Для градуировки оси напряжения закорачиваются пластины вертикального отклонения (выключатель S1 в положении 2) и устанавливается напряжение U_x , чтобы длина L_x горизонтальной развертки луча составляла 50-65 мм. Масштаб оси X определяется по формуле

$$M_x = \frac{2\sqrt{2}U_x}{L_x}, \text{ В/мм.} \quad (4.5)$$

После градуировки осей необходимо переключатель П1 поставить на соответствующий вариант (1–3) и провести исследования поляризации одного из конденсаторов в каждом варианте (конденсаторы С1, С7, С13), т.е. при выполнении исследований по первому варианту переключатель П2 ставится в положение 1.

Изменяя напряжение, подаваемое на исследуемый конденсатор, ручками усиления X и Y получить на экране осциллографа петлю гистерезиса, которая занимала бы большую часть экрана (выключатель S2 при этом должен находиться в положении 1, S3 – в положении 0). Ручки усиления X и Y должны иметь положение, в котором они были при градуировке осей осциллографа.

Записать координаты вершин петли гистерезиса и зарисовать ее в соответствующем масштабе. После этого уменьшить напряжение на такую величину, чтобы координаты по оси X вершин петли гистерезиса уменьшились примерно на 5 мм. Уменьшая напряжение, сделать отсчеты координат вершин в 5–6 точках. При этом за истинное значение Q и U следует брать среднее значение координат верхней и нижней вершин, умножаемое соответственно на масштабы осей.

После проведения исследований по каждому из вариантов напряжение выключается (выключатель S1 в положении «Выкл») и строятся зависимости заряда от напряжения для каждого из сегнетоэлектриков. Кроме этого, проводится расчет тангенса угла диэлектрических потерь по формуле

$$\operatorname{tg}d = \frac{P_a}{P_c}, \quad (4.6)$$

где P_a – активная мощность конденсатора:

$$P_a = f k S, \text{ Вт}, \quad (4.7)$$

где $k = M_y \cdot M_x$, Дж/мм²; f – частота переменного тока, Гц; S – площадь петли гистерезиса, мм².

2. Исследование температурных зависимостей ϵ и $\text{tg } \delta$

Переключатель S2 необходимо поставить в положение 2, включить цифровой измеритель емкости, выбрав необходимый предел измерений, измеритель температуры и термошкаф. Переключатели П2–П4 для каждой температуры ставить в положения 1, 2, ..., 7 и производить измерение на каждом из вариантов (П1 в положении соответственно 1, 2, 3). Измерения производить в диапазоне температур от 20 до 200 °С через каждые 10–20 °С (в области точки Кюри измерения производить через 10 °С).

Величина диэлектрической проницаемости рассчитывается по формуле

$$\epsilon = \frac{36\pi d C}{S}, \quad (4.8)$$

где d – толщина образца, мм; S – площадь, мм²; C – емкость, пФ.

Построить зависимости ϵ и $\text{tg } \delta$ от температуры.

3. Проведение статистической обработки экспериментальных данных

3.1. Определить среднее значение емкости каждого из вариантов сегнетоэлектрических конденсаторов при нормальной температуре и температуре, близкой к точке Кюри:

$$C_{\text{ср}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n C_i, \quad (4.9)$$

где n – число измерений.

3.2. Определить среднеквадратическое отклонение емкости:

$$s_c = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (C_i - C_{\text{ср}})^2}. \quad (4.10)$$

3.3. Определить ширину доверительного интервала:

$$\Delta C = \frac{s}{\sqrt{n}} t, \quad (4.11)$$

где t – коэффициент Стьюдента, который для доверительной вероятности 0,95 и числа измерений 6 равен 2,57.

Емкости сегнетоэлектрических конденсаторов представить в виде

$$C_{\text{ном}} = C_{\text{ср}} \pm \Delta C. \quad (4.12)$$

Сравнить полученные результаты со значениями емкости, заданными в табл. 4.1.

Расчет параметров точности конденсаторов производится с помощью персональной ЭВМ.

Содержание отчета

1. Цель работы.
2. Краткие теоретические сведения, основные расчетные формулы и зависимости.
3. Методики измерений ε и $tg \delta$, наблюдения петли гистерезиса и схемы лабораторных макетов.
4. Экспериментальные данные и графические зависимости.
5. Программа и результаты вычислений.
6. Выводы по работе.

Контрольные вопросы

1. Виды активных диэлектриков и их основные электрофизические свойства.
2. Природа сегнетоэлектрического состояния, поляризация сегнетоэлектриков.
3. Методы наблюдения петли гистерезиса и определения параметров сегнетоэлектриков.
4. Как влияют внешние воздействия на свойства сегнетоэлектриков?
5. Какие процессы протекают в сегнетоэлектриках при переходе через температуру Кюри?
6. Какие материалы называются антисегнетоэлектриками?
7. Назовите области применения активных диэлектриков и сегнетоэлектриков в частности.

Литература

1. Пасынков В.В., Сорокин В.С. Материалы электронной техники: Учебник для вузов.– М.: Лань, 2001.– 368 с.
2. Электрорадиоматериалы /Под ред. Б.М. Тареева.– М.: Высш. шк., 1978. – 336 с.
3. Рез О.И., Поплавко Ю.М. Диэлектрики. Основные свойства и применение в электронике. – М.: Радио и связь, 1989. – 288 с.

Учебное издание

**Баранов Валентин Владимирович,
Шахлевич Григорий Михайлович,
Телеш Евгений Владимирович**

ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

по дисциплине «Материаловедение»
для студентов специальностей
«Проектирование и производство РЭС»,
«Электронно-оптическое аппаратостроение»,
«Медицинская электроника»
всех форм обучения

В 2-х частях

Часть 2

Редактор Н.А. Бебель

Подписано в печать 27.10.2003.
Печать ризографическая.
Уч.-изд. л. 2,7.

Формат 60x84 1/16.
Гарнитура «Таймс».
Тираж 100 экз.

Бумага офсетная.
Усл. печ. л. 3,14.
Заказ 770.

Издатель и полиграфическое исполнение:
Учреждение образования
«Белорусский государственный университет информатики и радиоэлектроники».
Лицензия ЛП № 156 от 30.12.2002.
Лицензия ЛВ № 509 от 03.08.2001.
220013, Минск, П. Бровки, 6.