

MATEMATICKO-FYZIKÁLNÍ FAKULTA Univerzita Karlova

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE

Jakub Sanitrák

Studium elektrických polí v karbidu křemíku

Fyzikální ústav UK

Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Václav Dědič, Ph.D. Studijní program: Fyzika Studijní obor: Fyzika

Praha 2023

Prohlašuji, že jsem tuto bakalářskou práci vypracoval(a) samostatně a výhradně s použitím citovaných pramenů, literatury a dalších odborných zdrojů. Tato práce nebyla využita k získání jiného nebo stejného titulu.

Beru na vědomí, že se na moji práci vztahují práva a povinnosti vyplývající ze zákona č. 121/2000 Sb., autorského zákona v platném znění, zejména skutečnost, že Univerzita Karlova má právo na uzavření licenční smlouvy o užití této práce jako školního díla podle §60 odst. 1 autorského zákona.

V dne

Podpis autora

Poděkování. Děkuji svému vedoucímu RNDr. Václavu Dědičovi, Ph.D. za jeho mimořádnou trpělivost při vysvětlování složitých fyzikálních zákonitostí, za to, že mě seznámil s problematikou experimentu a dohlížel na moji práci. Dále děkuji Mgr. Tomáši Fridriškovi za realizaci programu pro automatizaci experimentu, za přípravu substrátů pro experiment a za cenné postřehy. Děkuji Mgr. Bohdanu Morzhukovi za pomoc s kalibrací fotovodivostního spektra. Děkuji Mgr. Mykhailu Shestopalovi za růst epitaxního grafénu na substrátu SiC. Část práce byla provedena za podpory výzkumné infrastruktury CzechNanoLab (ID LM2018110, MŠMT, 2020–2022), CEITEC Vysoké učení technické v Brně. Děkuji svojí rodině za podporu. Název práce: Studium elektrických polí v karbidu křemíku

Autor: Jakub Sanitrák

Ústav: Fyzikální ústav UK

Vedoucí bakalářské práce: RNDr. Václav Dědič, Ph.D., Fyzikální ústav UK

Abstrakt:

Karbid křemíku (SiC) je díky svým unikátním elektrickým a mechanickým vlastnostem velmi důležitým materiálem pro fotoniku a elektroniku. Hexagonální polytypy SiC se používají jako substráty pro růst epitaxního grafénu. SiC vykazuje Pockelsův lineární elektrooptický jev. Cílem této práce bylo využít Pockelsova jevu a vyvinout tak metodu pro studium profilů vnitřních elektrických polí a akumulace elektrických nábojů v SiC, jejichž variace může ovlivnit činnost optoelektronických součástek. Metoda spočívá v komplexním vyhodnocení optických propustností krystalů vložených mezi zkřížené polarizátory. Ukázalo se, že excitační světlo s energií fotonů poblíž zakázaného pásu SiC významně ovlivňuje profily vnitřního elektrického pole díky akumulaci fotogenerovaného náboje na pastech. V závěru práce je kladen důraz na diskuzi příčin ovlivňujících přesnost této nové metody.

Klíčová slova: karbid křemíku, elektrické pole, Pockelsův jev, dvojlom, grafén

Title: Study of electric fields in silicone carbide

Author: Jakub Sanitrák

Institute: Institute of Physics of Charles University

Supervisor: RNDr. Václav Dědič, Ph.D., Institute of Physics of Charles University

Abstract:

Silicon carbide (SiC) is due to its unique electrical and mechanical properties very important material for photonics and electronics. Hexagonal polytypes of SiC are being used as substrates for the growth of epitaxial graphene. SiC shows Pockels linear electrooptic effect. The goal of this thesis was to use Pockels effect and evolve the method to study profiles of inner eletric fields and accumulations of electric charges inside SiC, whose variations may influence functions of optoelectronic components. Our method consists in complex evaluation of optical transmittances of crystals inserted between crossed polarizers. It has been shown that the excitation light with photon energy near the bandgap of SiC significantly influences profiles of inner electric field due to accumulation of photogenerated charge on traps. The conclusion of the thesis concentrates mainly on the discussion of causes affecting the accuracy of this new method.

Keywords: silicone carbide, electric field, Pockels effect, birefringence, graphene

Obsah

Ú	vod		2				
	0.1	Motivace	2				
	0.2	SiC a grafén	2				
1	Teo	rie k měření Pockelsova jevu	5				
	1.1	Optika anizotropního prostředí	5				
	1.2	Pockelsův jev	6				
	1.3	Metoda zkřížených polarizátorů	9				
2	Experimentální uspořádání						
	2.1	Základní nastavení experimentu	11				
	2.2	Přístroje a zařízení použité pro měření	12				
	2.3	Vyhodnocení experimentu	12				
	2.4	Popis vzorků a jejich příprava	14				
3	Výsledky experimentů 1						
	3.1	Vzorek C2	17				
	3.2	Vzorek C10	20				
4	Diskuse						
	4.1	Koherence	24				
	4.2	Fázový rozdíl	25				
Zá	věr		29				
Se	Seznam použité literatury						

Úvod

0.1 Motivace

Karbid křemíku (SiC) a především jeho hexagonální polytypy 4H a 6H se používají jako substráty pro růst epitaxního grafénu termální dekompozicí SiC.

Epitaxní grafén a substrát se mohou vzájemně ovlivňovat. SiC substrát, zde semiizolační SiC polytypu 6H, se chová jako standardní objemový polovodič, který vykazuje změny elektrických vlastností působením vnějších vlivů jako jsou například přiložené napětí, osvětlení a teplota. Změny vlastností substrátu se mohou promítnout na epitaxní grafén a ovlivnit jeho transportní vlastnosti.

Hlavní úlohou mojí bakalářské práce bylo použít metody pro měření fázového rozdílu lineárně polarizovaných modů světla šířícího se anizotropním krystalem SiC, na který je přiložené elektrické napětí. Změna fázového rozdílu je primárně způsobena Pockelsovým elektrooptickým jevem. Měření fázového rozdílu umožňují určit profil vnitřního elektrického pole v polovodiči. Znalost rozložení vnitřního elektrického pole umožňuje hlubší pochopení mikroskopických procesů v polovodiči, zejména změn rozložení vnitřní hustoty náboje vlivem bodových defektů, které působí jako pasti pro fotogenerované či elektricky injektované nosiče náboje.

0.2 SiC a grafén

Karbid křemíku je semiizolační krystalický anizotropní materiál s mnoha unikátními vlastnostmi jako velká šířka zakázaného pásu, velká tepelná vodivost nebo mechanická pevnost [1].

SiC existuje ve více než 250 krystalických strukturách, z nichž nejčastěji používané jsou polytypy 3C-SiC s kubickou krystalickou strukturou a 4H-SiC a 6H-SiC s hexagonální krystalickou strukturou. Na obrázku 1 je znázorněno schéma těchto tří krystalických struktur. V našem experimentu jsme používali polytyp 6H-SiC. Jedná se o jednoosý krystal, který má význačnou optickou osu, okolo které když krystal otočíme, nezmění se jeho optické vlastnosti. Tento polytyp patří do bodové grupy symetrie 6mm. Jakožto jednoosý krystal má 6H-SiC ve směru optické osy mimořádný index lomu odlišný od řádného indexu lomu v rovině kolmé k optické ose. Řádný a mimořádný index lomu 6H-SiC nabývají různých hodnot v závislosti především na teplotě vzorku a na vlnové délce použitého světla. Uvádím zde indexy lomu pro vlnové délky důležité pro náš experiment. Pro vlnovou délku 587,5 nm a teplotu 300 K je řádný index lomu $n_o = 2,665$ a $n_e = 2,705$ [1].

Hexagonální polytypy karbidu křemíku 4H a 6H se často používají pro růst epitaxního grafénu termální dekompozicí SiC. Grafén je jeden z nejpevnějších materiálů na světě. Je to dvojdimenzální polovodič tvořený monovrstvou uhlíkových atomů vázaných sp² vazbami. Díky šestiúhelníkové struktuře uhlíkové monovrstvy může jednoduše srůst s hexagonálním SiC. Epitaxní grafén se na substrát SiC dostává technikou termální dekompozice, kdy za vhodných podmínek při teplotách kolem 1500 °C dochází na povrchu k sublimaci křemíku za vzniku grafénu na Si



Obrázek 1: Krystalická struktura 3C-, 4H- a 6H-SiC, kde A, B, C značí jednotlivé vrstvy krystalu [2]



Obrázek 2: Schéma pásové struktury vanadem dopovaného 6H-SiC

straně substrátu, zatímco na C straně vzniká obvykle grafitová multivrstva [3].

Grafén vykazuje řadu unikátních elektrických a mechanických vlastností. Hodnotným a užitečným nanomateriálem se stal díky své výjimečné pevnosti, elektrické vodivosti, průhlednosti a také díky své tenkosti [4]. Díky technologicky jednoduché a levné produkci je epitaxní grafén vhodným kandidátem stát se běžně užívaným materiálem ve fotonice a elektronice. V kombinaci s odolným SiC má potenciál pro využití v extrémních podmínkách vysokých teplot nebo silného záření [5].

Naše vzorky SiC vykazují vlastní a příměsovou fotovodivost. Vlastní fotovodivost je daná přechodem elektronu z valenčního do vodivostního pásu za vzniku kladné díry ve valenčním pásu, kdy při osvětlení vzorku světlem o energii vyšší než je šířka zakázaného pásu, dochází ke generaci fotoelektrického náboje. V případě 6H-SiC je šířka zakázaného pásu $E_g = 3$ eV [6]. Příměsová fotovodivost je dána dopováním polovodiče nějakým dalším prvkem, kdy příměs způsobí vznik bodových defektů a ty způsobí vznik hladin uvnitř zakázaného pásu, díky nimž se můžou elektrony excitovat z valenčního pásu na defektní hladinu a z defektní hladiny do vodivostního pásu. Naše vzorky SiC jsou dopované vanadem, pětimocným prvkem, který zajistí vysoký odpor vzorku. Vanad přidáváme pro kompenzaci mělkých defektů SiC. Bez dopace vanadem má SiC mělké hladiny boru blízko vodivostního pásu [7]. Díky těmto mělkým hladinám dochází k nežádoucí termální emisi elektronů do vodivostního pásu a vzorek má malý odpor. Dopace vanadem způsobí vznik hladin hluboko uvnitř zakázaného pásu, z nichž



Obrázek 3: Vlastní a příměsová fotovodivost vanadem dopovaného 6H-SiC

jedna fixuje Fermiho mez energie, a vzorek má díky tomu vysoký odpor, který potřebujeme, aby vzorek udržel vysoká napětí. Schematické znázornění pásové struktury V-dopovaného 6H-SiC uvádím na obrázku 2. Graf na obrázku 3 ukazuje fotovodivostní spektrum našeho V-dopovaného 6H-SiC, kde zkratka FTPC na svislé ose znamená Fourier transform photoconductivity. Okolo energie 1 eV vidíme vrchol daný příměsovou fotovodivostí. Poté se energie ustálí a narůstá až v oblasti energie zakázaného pásu E_g . Náběh k tomuto vrcholu se označuje jako Urbachova hrana, kde vlivem defektů v krystalické struktuře dochází k absorpci světla i při energiích nižších než E_g [8].

1. Teorie k měření Pockelsova jevu

1.1 Optika anizotropního prostředí

SiC je opticky anizotropní materiál. Jeho optické vlastnosti se pro různé směry liší. V případě izotropního materiálu je index lomu v každém směru stejný a světlo se pohybuje stejnou rychlostí. Mezi indexem lomu, relativní permitivitou a rychlostí světla platí vztah:

$$n = \frac{c}{v} = \sqrt{\varepsilon_r},\tag{1.1}$$

kde n je index lomu, c rychlost světla ve vakuu, v rychlost světla v látce a ε_r relativní permitivita látky.

V anizotropním prostředí se permitivita stává tenzorem 2. řádu: [9]

$$\varepsilon_{ij} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} & \varepsilon_{32} & \varepsilon_{33} \end{pmatrix}$$
(1.2)

Index lomu světla potom závisí na směru jeho šíření a na jeho polarizaci. Při průchodu světla látkou dochází k tzv. dvojlomu. Původní paprsek se rozdělí na dva lineárně polarizované paprsky, řádný a mimořádný, které se lámou pod různými úhly podle indexů lomu a pohybují se látkou různými rychlostmi. Krystaly rozdělujeme na jednoosé, které mají jeden význačný směr, dvouosé se dvěma význačnými směry a opticky izotropní, jejichž index lomu je v každém směru stejný.

Pro lepší znázornění optických změn se zavádí pomocná geometrická konstrukce - elipsoid indexu lomu (tzv. optická indikatrix). Směry poloos elipsoidu se vztahují ke směrům v materiálu a délky poloos elipsoidu udávají indexy lomu v odpovídajících směrech. Tyto směry poloos elipsoidu se potom volí ve význačných směrech krystalu. V kartézských souřadnicích ho můžeme vyjádřit rovnicí:

$$\frac{x_1^2}{n_1^2} + \frac{x_2^2}{n_2^2} + \frac{x_3^2}{n_3^2} = 1$$
(1.3)

pro případ soustavy, ve které je tenzor permitivity diagonální, souřadnicové osy tedy odpovídají směrům hlavních os látky. Indexy lomu n_1, n_2, n_3 jsou hlavními indexy lomu dané látky.

V případě jednoosého krystalu, kterým je 6H-SiC, existuje jeden význačný směr nazývaný optická osa, okolo které když krystal otočíme, nezmění se jeho optické vlastnosti. Optická indikatrix jednoosého krystalu je schematicky znázorněna na obrázku 1.1.

Jde tedy o rotační elipsoid. Index lomu ve směru optické osy nazýváme mimořádný index lomu a indexy lomu ve dvou zbývajících směrech pak řádné indexy lomu. Rovnice 1.3 pak přejde na jednodušší tvar:

$$\frac{x_1^2 + x_2^2}{n_o^2} + \frac{x_3^2}{n_e^2} = 1,$$
(1.4)



Obrázek 1.1: Optická indikatrix jednoosého krystalu [10]

kde předpokládáme, že optická osa má směr osy x_3 . V případě, že se světlo nešíří ve směru nějaké z poloos elipsoidu ale v obecném směru, se nejprve určí směr šíření světla v látce \vec{k} , a tedy v elipsoidu, a potom se provede řez elipsoidem kolmo ke směru šíření světla, jak je znázorněno na obrázku 1.2.

Řezem se vybere elipsa se dvěma poloosami, jejichž délky odpovídají indexům lomu, se kterými se potom šíří dva lineárně polarizované svazky. Speciální případ nastává v případě šíření světla ve směru optické osy, kdy řezem elipsoidu vznikne kružnice a ke dvojlomu tedy nedochází. V našem experimentu se světlo šíří ve směru kolmém na optickou osu a indexy lomu jsou potom charakteristické indexy lomu materiálu, řádný a mimořádný index lomu.

1.2 Pockelsův jev

Pockelsův jev je elektrooptický jev, kdy se vlivem elektrického pole přiloženého k materiálu mění index lomu materiálu přímo úměrně tomuto elektrickému poli. Jevu, kdy se index lomu mění kvadraticky s elektrickým polem, se říká Kerrův jev. Pockelsův jev byl objeven roku 1893 německým fyzikem Friedrichem Pockelsem [12]. Jev způsobuje, že se původně opticky izotropní látky stávají anizotropními a je možné u nich pozorovat dvojlom. Vložením vzorku mezi zkřížené polarizátory můžeme prostřednictvím sledování změn intenzity prošlého světla pozorovat Pockelsův jev, protože se změní světelná propustnost soustavy po přiložení elektrického napětí. Této metody se s mírnou modifikací užívá i v našem experimentu.

Index lomu rozvíjíme, za předpokladu malých změn, v Taylorovu řadu okolo ${\cal E}=0$

$$n(E) = n(0) + \Delta n(E) = n(0) + n'(0)E + \dots, \qquad (1.5)$$

kde E je elektrické pole.

Konvenčně se pro jednodušší popis zavádí dielektrická impermitivita vztahem: [13]

$$\eta(E) \equiv \frac{\varepsilon_0}{\varepsilon(E)} = \frac{1}{n^2(E)}.$$
(1.6)



Obrázek 1.2: Řez jednoosým indikatrixem [11]

Tabulka 1.1: Redukce koeficient
ů $r_{ijk} \longrightarrow r_{Ik}$

i/j	1	2	3
1	1	6	5
2	6	2	4
3	5	4	3

Pro 3D krystal je dielektrická permitivita tenzor 2. řádu, který rozvíjíme v Taylorovu řadu:

$$\eta_{ij}(\vec{E}) = \eta_{ij}(0) + \sum_{k} r_{ijk} E_k, \qquad (1.7)$$

kde koeficient
y r_{ijk} jsou Pockelsovy (lineární elektro
optické) koeficienty a ty tvoří tenzor třetího řádu. Impermitivita bez půs
obení elektrického pole má tvar:

$$\eta_{ij}(0) = \begin{pmatrix} \frac{1}{n_o^2} & 0 & 0\\ 0 & \frac{1}{n_o^2} & 0\\ 0 & 0 & \frac{1}{n_e^2} \end{pmatrix}$$
(1.8)

Tenzor r_{ijk} lze zapsat jako 2D matici zredukováním koeficientů díky symetrii tenzoru dielektrické impermitivity. Díky tomu lze indexy ij zredukovat na jediný index I podle pravidel v tabulce 1.1.

Potom lze obecně zapsat tenzor r_{Ik} jako matici 6x3:

$$\Delta \eta_{ij}(E) = \sum_{k} r_{Ik} E_k = \begin{pmatrix} \Delta \eta_{11} \\ \Delta \eta_{22} \\ \Delta \eta_{33} \\ \Delta \eta_{23} \\ \Delta \eta_{13} \\ \Delta \eta_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} r_{11} & r_{12} & r_{13} \\ r_{21} & r_{22} & r_{23} \\ r_{31} & r_{32} & r_{33} \\ r_{41} & r_{42} & r_{43} \\ r_{51} & r_{52} & r_{53} \\ r_{61} & r_{62} & r_{63} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} E_1 \\ E_2 \\ E_3 \end{pmatrix}$$
(1.9)

Pockelsovy koeficienty r_{Ik} jsou dány symetrií krystalu. Konkrétně pro hexagonální 6H-SiC, který má symetrii 6mm, jsou pouze 3 netriviální koeficienty: r_{13}, r_{33}, r_{42} [14].

Matice Pockelsových koeficientů má konkrétně pro 6H-SiC tvar:

$$r_{Ik} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{33} \\ 0 & r_{42} & 0 \\ r_{42} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$
(1.10)

V našem experimentu orientujeme elektrické pole ve směru optické osy, tedy osy x_3 , a proto má elektrické pole tvar: $\vec{E} = (0,0,E)$. Změna impermitivity daná elektrickým polem potom dává

$$\Delta \eta_{ij}(E) = \begin{pmatrix} \Delta \eta_{11} \\ \Delta \eta_{22} \\ \Delta \eta_{33} \\ \Delta \eta_{23} \\ \Delta \eta_{13} \\ \Delta \eta_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{13} \\ 0 & 0 & r_{33} \\ 0 & r_{42} & 0 \\ r_{42} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ E \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} r_{13}E \\ r_{13}E \\ r_{33}E \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$
(1.11)

Celková impermitivita v závislosti na elektrickém poli má nakonec tvar:

$$\eta_{ij}(\vec{E}) = \begin{pmatrix} \frac{1}{n_o^2} + r_{13}E & 0 & 0\\ 0 & \frac{1}{n_o^2} + r_{13}E & 0\\ 0 & 0 & \frac{1}{n_e^2} + r_{33}E \end{pmatrix}$$
(1.12)

Indikatrix při zapnutém elektrickém poli potom přejde z tvaru 1.4 na tvar:

$$\left(\frac{1}{n_o^2} + r_{13}E\right)(x_1^2 + x_2^2) + \left(\frac{1}{n_e^2} + r_{33}E\right)x_3^2 = 1.$$
 (1.13)

Pro indexy lomu potom bude platit:

$$\frac{1}{n_o^2(E)} = \frac{1}{n_o^2} + r_{13}E, \quad \frac{1}{n_e^2(E)} = \frac{1}{n_e^2} + r_{33}E, \tag{1.14}$$

kde $n_o \equiv n_o(E=0)$ a $n_e \equiv n_e(E=0)$.

Změny indexů lomu způsobené elektrickým polem bývají řádově menší ve srovnání s původními indexy lomu. Pockelsovské koeficienty nejčastěji nabývají hodnot v řádu pm/V [15]. Elektrické pole, které generujeme ve vzorku, je v řádu kV/mm. Takže po jejich vynásobení dostaneme $r_{Ik}E \approx 10^{-6}$, zatímco první členy na pravé straně v rovnicích 1.14 jsou řádu 10^{-1} . Díky tomu můžeme konečné výrazy pro indexy lomu aproximovat členy prvního řádu v elektrickém poli:

$$n_o(E) = n_o(1 + n_o^2 r_{13}E)^{-1/2} \approx n_o - \frac{1}{2}n_o^3 r_{13}E,$$
 (1.15a)

$$n_e(E) = n_e(1 + n_e^2 r_{33}E)^{-1/2} \approx n_e - \frac{1}{2}n_e^3 r_{33}E.$$
 (1.15b)

1.3 Metoda zkřížených polarizátorů

Pro měření Pockelsova jevu byla použita metoda zkřížených polarizátorů, mezi které byl umístěn vzorek SiC.

Po průchodu prvním polarizátorem se lineárně polarizované světlo uvnitř dvojlomného SiC rozdělí na dva navzájem kolmé lineárně polarizované svazky v souladu s obrázkem 1.2. Světlo se vzorkem šíří ve směru kolmém na optickou osu, to znamená, že se jeden svazek šíří s řádným indexem lomu n_o a druhý s mimořádným indexem lomu n_e . Polarizátor má navíc osu skloněnou o 45° vůči optické ose vzorku a díky tomu mají oba svazky šířící se uvnitř SiC stejnou intenzitu.

Fázový rozdíl řádného a mimořádného svazku Γ je přímo úměrný geometrické dráze, kterou projdou uvnitř vzorku. Díky vzniku fázového rozdílu mezi oběma svazky má potom soustava nenulovou propustnost danou vztahem [13]

$$T = \sin^2 \frac{\Gamma}{2}.\tag{1.16}$$

Pro kompenzaci dvojlomu jsme do soustavy vložily Soleil-Babinetův (SB) kompenzátor [16], systém dvou anizotropních hranolů, uvnitř něhož se mění fázový rozdíl řádného a mimořádného svazku podobně jako u SiC. Zásadní rozdíl spočívá v možnosti měnit geometrickou dráhu světla šířícího se kompenzátorem. To znamená, že je možné nastavit kompenzátor na takovou hodnotu, aby byly fázový rozdíl Γ svazků a tedy i propustnost T nulové. Podrobněji se SB kompenzátorem zabývám v kapitole o experimentálním uspořádání.

Fázový rozdíl světla pro jednoosý krystal, se započítaným vlivem SB kompenzátoru, je dán vztahem:

$$\Gamma = \frac{2\pi}{\lambda} (n_e - n_o) L + \varphi_{SB}, \qquad (1.17)$$

kde λ je vlnová délka světla, L je geometrická dráha, kterou světlo projde a φ_{SB} je fázový rozdíl způsobený SB kompenzátorem.

Fázový rozdíl světla při zapnutém elektrickém poli bude dán jako

$$\Gamma(E) = \frac{2\pi}{\lambda} \left(n_e(E) - n_o(E) \right) L + \varphi_{SB} = = \frac{2\pi}{\lambda} \left(n_e - n_o + \frac{1}{2} E (n_e^3 r_{33} - n_o^3 r_{13}) \right) L + \varphi_{SB}.$$
(1.18)

Změna fázových rozdílů potom bude rovna

$$\Delta\Gamma(E) \equiv \Gamma(E) - \Gamma(0) = \frac{\pi}{\lambda} E\left(n_e^3 r_{33} - n_o^3 r_{13}\right) L.$$
(1.19)

Námi používané vzorky SiC měly tvar kvádru s milimetrovou tloušťkou ve směru optické osy a větší plochou v řádu cm² kolmo na optickou osu. Elektrody byly geometricky podobně rozložené jako desky kondenzátoru - dvě velkoplošné desky oddělené tenkým dielektrikem, zde vysokoodporovým 6H-SiC. Díky tomu vzorky udržely vysoké napětí v řádu kV.

V našem experimentu jsme měřili elektrické pole nepřímo nejprve změřením změny fázového rozdílu. Konstanta úměrnosti mezi změnou fázového rozdílu a elektrickým polem je jedna z neznámých, kterou se snažíme změřit. Proto musíme ke zjištění elektrického pole využít znalosti, že jeho integrál od spodní k horní elektrodě musí být roven napětí přiloženému mezi tyto elektrody:

$$\int_{0}^{d} E(x_3) dx_3 = U, \tag{1.20}$$

kde integrujeme přes tloušťku vzorku d.

2. Experimentální uspořádání

2.1 Základní nastavení experimentu

Základní nastavení experimentu sestávalo z optické soustavy zkřížených polarizátorů, mezi něž byl vložen vzorek SiC. Tato metoda se běžně používá pro zkoumání Pockelsova jevu u izotropních krystalů, kde má soustava nulovou propustnost světla [17, 18, 19]. Díky tomu lze při zapnutém elektrickém poli každou nenulovou propustnost světla skrze vzorek přisoudit Pockelsovu jevu. V tomto smyslu je naše metoda unikátní, protože ji aplikujeme na anizotropní krystal, který dává díky dvojlomu nenulovou propustnost soustavy i bez Pockelsova efektu. Vyhodnocení je pak složitější, protože musíme jednoznačně rozlišit propustnost danou dvojlomem od té Pockelsovské.

Z jednoho konce byla soustava osvětlena světelným zdrojem a druhý konec byl snímaný kamerou. Vzorek SiC měl horní a spodní elektrodu, které byly připojeny k elektrickému napětí, díky němuž se uvnitř vzorku generovalo elektrické pole ve směru jeho optické osy. Dále byl do soustavy vložen již zmiňovaný SB kompenzátor. Vnitřek kompenzátoru se skládá z jednoho pohyblivého a jednoho statického dvojlomného hranolu. Změnou pozice kompenzátoru můžeme měnit fázový rozdíl světla. Původně jsme zamýšleli využít jej ke kompenzaci dvojlomu SiC, ale kvůli neúčinnosti tohoto přístupu jsme jej využili pro novou metodu využívající celý rozsah kompenzátoru. Před zdroj světla a před kameru jsme navíc umístili filtry pro snížení intenzity světla a pro odfiltrování vlnových délek, které by mohly způsobit nežádoucí fotoexcitaci vzorku.

Základní experiment sestával z proměření elektrického pole pro několik různých napětí. Rozšíření experimentu potom spočívalo v osvětlení vzorku excitačním světlem o energii dané fotovodivostí 6H-SiC podle obrázku 3, díky němuž se uvnitř SiC generuje fotoelektrický náboj.

Pro fotoexcitaci vzorků jsme použili zaprvé laser o vlnové délce 405 nm, dále širokospektrální zdroj, což je laserem buzená výbojka ENERGETIQ EQ-99X LDLS, omezený filtrem FGUV11M propouštějícím světlo na vlnových délkách 275 - 375 nm a nakonec monochromátor pro změření spektrální závislosti elektrického pole. Ve všech případech jsme svítili na horní elektrodu vzorku.

Základní schéma soustavy je ukázáno na obrázku 2.1. Soustava je osvětlena ve směru osy x_2 a elektrické pole mezi horní a spodní elektrodou má směr totožný se



Obrázek 2.1: Experimentální uspořádání

směrem optické osy vzorku - osa x_3 . Foto
excitační světlo svítí na horní elektrodu vzorku proti směru os
y x_3 .

2.2 Přístroje a zařízení použité pro měření

Jako zdroj světla pro soustavu jsme používali sodíkovou výbojku a rtuťovou výbojku. U sodíkové výbojky jsme využili dubletní čáry na vlnové délce 589 nm a použili jsme úzkopásmový filtr FB590. Později se objevili problémy s koherencí světla, když jsme začali měřit s grafénovým vzorkem, a kvůli tomu jsme nakonec používali rtuťovou výbojku a její singletní čáru 546 nm. Problémy spojené s koherencí dále rozebírám v diskusi.

Pro snímání soustavy byla použita kamera THORLABS kiralux CS895MU. Výstup kamery byl zapojen do počítače. Kamera je černobílá, mohla snímat obraz s rozlišením 4096 x 2160 pixelů a její maximální relativní intenzita je 4096. V programu určeném k ovládání parametrů kamery jsme mohli nastavit expoziční dobu, zesílení kamery, oříznutí kamery apod. Parametry jsme nastavili tak, abychom co nejvíce zredukovali šum kamery.

SB kompenzátor bylo možné nastavovat v rozsahu 0-25 mm, který byl daný geometrickou drahou světla procházejícího anizotropními hranoly v kompenzátoru. Pro automatizaci experimentu jsme použili elektrický motorek THORLABS KDC101, kterým bylo možné nastavovat pozici kompenzátoru pomocí počítače.

Jako zdroj napětí byl použit vysokonapěťový zdroj iseg SHQ 122M s maximálním napětím 2 000 V. K přiložení napětí měl vzorek horní a spodní elektrodu.

V prostředí LabView jsme připravili program pro celkovou automatizaci experimentu. V něm jsme nastavili parametry kamery a pak také pozice kompenzátoru pro jednu sadu měření. Pro jednu sadu měření jsme nastavili jedno konkrétní napětí a po spuštění měření se začali ukládat snímky vzorku pro předem zvolené pozice kompenzátoru. Výstupem experimentu byly textové soubory s dvourozměrnými daty o rozměrech 4096 x 2160 bodů, nebo méně podle zvoleného rozlišení snímku, kde každý bod měl jednoznačně danou relativní intenzitu světla vyjádřenou číslem od 0 do 4096.

2.3 Vyhodnocení experimentu

Základní problém, který jsme na začátku řešili, bylo jednoznačné rozlišení propustnosti soustavy dané dvojlomem SiC a propustnosti dané Pockelsovým jevem. To jsme vyřešili přidáním Soleil-Babinetova kompenzátoru do soustavy. Změna v pozici kompenzátoru znamenala změnu ve fázovém rozdílu procházejícího světla, díky čemuž se pravidelně měnila propustnost světla uvnitř vzorku. Procházením pozic kompenzátoru se propustnost v každém bodě vzorku pravidelně zvětšovala a zmenšovala. Změřenou propustnost světla jsme potom dali do závislosti na pozici kompenzátoru. Pozice kompenzátoru je daná geometrickou dráhou vnitřních krystalů kompenzátoru, proto je tato pozice přímo úměrná fázovému rozdílu procházejícího světla. Z tohoto důvodu jsme mohli závislost propustnosti světla na jeho fázi fitovat podle vztahu 1.16.

Pro určení elektrického pole je pro nás důležitá změna fázového rozdílu $\Delta\Gamma$ mezi snímkem vzorku při napětí, a případně nějakém fotoexcitačním osvětlení, a



(a) Propustnost světla v závislosti na pozici kompenzátoru(b) snímek vzorku

Obrázek 2.2: Propustnost světla vzorkem

snímkem vzorku bez napětí. Tato změna fázového rozdílu je potom přímo úměrná elektrickému poli podle vztahu 1.19. My měříme závislost propustnosti světla na pozici kompenzátoru, která je přímo úměrná fázovému rozdílu světla. Tato závislost splňuje vztah 1.16. Srovnáním sinusovek naměřených při napětí a bez napětí můžeme od sebe odečíst vzájemně si odpovídající fázové rozdíly a získat tak požadovanou změnu fázového rozdílu.

Na obrázku 2.2 vlevo vidíme změřenou propustnost světla pro vybrané pozice kompenzátoru při třech různých napětích a na změřené body nafitovanou závislost propustnosti na fázovém rozdílu. Vpravo pak vidíme snímek vzorku, kde měřítka os X a Y jsou dány v pixelech. Osa Y má směr totožný s optickou osou vzorku a na horním a dolním okraji snímku můžeme vidět kraje vzorku. Osa X má směr osy x_1 , jak je zřejmé z obrázku 2.1. Červená vodorovná úsečka přes vzorek je daná tím, v jaké výšce byla vyhodnocena závislost na levém obrázku. Ke změně propustnosti světla docházelo pouze ve směru osy Y z důvodu symetrie optických vlastností v rovině x_3 = konst a díky rozložení elektrod s elektrickým polem ve směru optické osy. Z toho důvodu jsme průměrovali intenzitu světla přes horizontální pásy. Intenzitu světla jsme fitovali vztahem:

$$I(s) = I_0 \sin^2 \left[\frac{\pi}{k} (s - s_0) \right] + I_{\text{tma}}.$$
 (2.1)

Dohromady jsme tedy získali 4 parametry fitu: $I_0, k, s_0, I_{\text{tma}}$, kde výsledná propustnost je daná vztahem: $T = (I(s) - I_{\text{tma}})/I_0$. Parametr I_0 udává vzdálenost mezi maximem a minimem sinusovky, v případě nulového I_{tma} je to maximální dosažitelná intenzita. Parametr k představuje periodu sinusovky, s_0 udává počáteční pozici kompenzátoru, zatímco proměnná s udává aktuální pozici kompenzátoru. Parametr I_{tma} souvisí s nedokonalou modulací intenzity světla. Ze vztahu 1.16 vidíme, jak tyto parametry souvisí s fázovým rozdílem:

$$\Gamma(s) = \frac{2\pi}{k}(s - s_0).$$
(2.2)

Pro každý horizontální pás uvnitř vzorku jsme tak získali závislost propustnosti světla T na fázovém rozdílu světla Γ . Odečtením fázového rozdílu při napětí

 $\Gamma(U)$ od fázového rozdílu bez napětí $\Gamma(0)$ jsme tak došli ke změně fázového rozdílu: $\Delta\Gamma = \Gamma(U) - \Gamma(0)$ v závislosti na souřadnici x_3 . Numerickou integrací změny fázového rozdílu $\Delta\Gamma$ přes vzorek jsme díky požadavku 1.20 došli ke konstantě úměrnosti mezi změnou fázového rozdílu a elektrickým polem. Tím jsme získali rozložení elektrického pole $E = E(x_3)$ mezi horní elektrodou v místě $x_3 = 1$ mm a dolní elektrodou v $x_3 = 0$ mm. Protože známe vlnovou délku použitého světla a geometrickou dráhu, kterou se světlo šíří vzorkem, ze vztahu 1.19, můžeme určit smíšený Pockelsovský koeficient $n_e^3 r_{33} - n_o^3 r_{13}$ jakožto další důležitý výstup experimentu.

Chyby profilů elektrických polí je obtížné určit. Jednou z možností by bylo podívat se na přesnost fitů propustnosti světla na fázovém rozdílu pro každý horizontální pás vzorku a pak na základě nich určit chybové úsečky výsledného elektrického pole v závislosti na souřadnici x_3 . Tyto fity ale byly většinou velice přesné. Z toho důvodu nám nepřišlo určování chybových úseček tak zásadní. Spíše jsme se setkali s hrubými chybami, kdy mělo změřené elektrické pole v některých případech velice nepravděpodobný průběh a pak jsme hledali příčiny těchto nesrovnalostí. Dále se řešení těchto problémů věnuji v diskusi.

Skript pro zpracování dat jsem napsal v Pythonu ve vývojovém prostředí Spyder a později ve Visual Studio Code. Pro každý profil elektrického pole bylo třeba zpracovat kolem 10 obrázků o velikosti několika megapixelů, díky čemuž bylo zpracování početně a časově náročné.

2.4 Popis vzorků a jejich příprava

V experimentu jsme používali dva vzorky SiC. Oba byly připraveny ve výzkumném vědeckém centru pro nanotechnologie CEITEC v Brně. Substráty samotné jsou komerčně dostupné jako desky vanadem dopovaného 6H-SiC, které byly v našem případě nařezány na malé vzorky v optické dílně na MFF UK.

První vzorek C2 bez grafénu měl rozměry 1 cm x 1 cm x 1 mm s tloušťkou 1 mm ve směru optické osy. Maska pro přípravu elektrod byla vytvořena pomocí elektronové litografie. Na povrch vzorku byly napařeny 5 nm titanu a 30 nm zlata, které slouží jako elektrody. Povrch boků byl leštěn diamantovou suspenzí v optické dílně na MFF UK. Vzorek byl připevněn k bílé keramické destičce se zlatými tištěnými spoji, ke kterým byl vzorek přilepen stříbrnou pastou.

Na fotografii 2.3 vidíme detail vzorku C2. Ke zlatému proužku byl po-



Obrázek 2.3: Fotografie vzorku C2



Obrázek 2.4: Nákres pro napaření elektrod na substrát C10 s grafénem



Obrázek 2.5: Schémata použitých vzorků 6H-SiC, (a) C2, (b) C10

mocí cínu připájen vodič s černou izolací držený na stálém potenciálu 0 V. K horní elektrodě vzorku byl pomocí stříbrné pasty přichycen zlatý drátek, který byl spojen s připájeným červeným vodičem. Přes červený vodič bylo přikládáno rozdílové napětí. Černý a červený vodič dále vedou do koaxiálního kabelu připojeného ke zdroji napětí.

Druhý vzorek C10 měl rozměry 5 mm x 5 mm x 1 mm s tloušťkou 1 mm ve směru optické osy. Na něm se termální dekompozicí nechal vyrůst epitaxní grafén. První fází tohoto procesu bylo čištění - substrát byl vypékán v argonové atmosféře. Poté byl substrát žíhán ve vodíkové atmosféře pro vyhlazení povrchu. Poslední fáze probíhala znovu v argonové atmosféře, ve které se po jejím zahřátí nechal růst grafén při teplotě 1650 °C po dobu 5 minut. Na horní Si straně vyrostla jedna atomární vrstva grafénu SLG a na spodní C straně vodivá grafitová multivrstva MLG. Příprava elektrod byla podobná jako u vzorku C2. Jako elektroda slouží grafén. Na vzorek C10 ale tentokrát byly napařeny dva dlouhé zlaté pruhy pro měření elektrického proudu na povrchu a navíc ještě čtyři čtvercové zlaté pruhy jako kontaktní plocha pro drátky. K dolním spojům byl vzorek přilepen grafitovou pěnovou páskou. Nákres elektrod na povrchu vzorku C10 vidíme na obrázku 2.4.

Na podlouhlé části bylo napařeno 5 nm titanu a 30 nm zlata. Na čtvercové části pak 5 nm titanu, 170 nm mědi a 20 nm zlata.

Na keramickou destičku se vzorkem byly připájeny tři vodiče. Dva černé, každý z nich spojený zlatým drátkem s jednou protáhlou elektrodou na horní straně vzorku, byly určené pro měření elektrického proudu na povrchu a jeden červený

byl spojený s dolní elektrodou. Jeden z černých kabelů, držený na potenciálu 0 V, byl spolu s červeným kabelem, na který se přikládalo rozdílové napětí, používán pro měření Pockelsova jevu.

Na obrázku 2.5 vidíme schémata vzorků použitých pro experiment. Vzorek C2 (a) vlevo má zlaté elektrody, přičemž rozdílové napětí je přikládáno k horní elektrodě. Vzorek C10 (b) má na horní straně jednu vrstvu grafénu SLG a na dolní straně grafitovou multivrstvu MLG. Rozdílové napětí bylo přikládáno ke spodní elektrodě.

3. Výsledky experimentů

3.1 Vzorek C2

Nejprve jsme měřili se vzorkem C2 bez grafénu. Elektrické napětí bylo přiloženo mezi horní elektrodu ve výšce $x_3 = 1$ mm a spodní elektrodu ve výšce $x_3 = 0$ mm. Elektrické pole získané z naměřené změny fázového rozdílu světla $\Delta \Gamma = \Gamma(E) - \Gamma(0)$ jsme vyhodnocovali v závislosti na souřadnici x_3 : $E = E(x_3)$.

Základní experiment sestával z proměření elektrického pole pro několik napětí v rozmezí -2 až 2 kV. Výsledek tohoto experimentu je zobrazen na obrázku 3.1 jakožto závislost změny fázového rozdílu (a), respektive elektrického pole (b), na souřadnici x_3 .



Obrázek 3.1: Elektrické pole ve vzorku C2 pro napětí do -2 kV do 2 kV

Poté jsme měření rozšířili a svítili jsme na horní plochu vzorku laserem s vlnovou délkou 405 nm. Na obrázku 3.2 vidíme spektrální propustnost vzorků 6H-SiC, filtru FGUV11M a emisní spektrum laseru 405 nm.



Obrázek 3.2: Spektrální propustnost vzorků SiC, laseru 405 nm a filtru FGUV11M

Podstatné je, že laser 405 nm proniká do celého objemu vzorku, protože SiC propouští na 405 nm asi 5-10 % intenzity světla. Zatímco světlo prošlé filtrem FGUV11M se pohltí v tenké vrstvě několik mikrometrů pod povrchem. Spektrální propustnost zlata a použité zlaté vrstvy a emisní spektra výbojek uvedená v diskusi byly měřeny pomocí Fourierovského spektrometru Bruker Vertex 70v s wolframovou žárovkou jako zdrojem světla a křemíkovou fotodiodou jako detektorem. U fotovodivostního spektra SiC byl vzorek osvětlován žárovkou a detektorem byl vzorek samotný [20].

Výkon laseru bylo možné nastavit od jednotek po stovky mW. Protože zlato propouští světlo jen částečně, změřili jsme ve Fourierovském spektrometru jeho propustnost, abychom zjistili efektivní výkon ovlivňující vzorek. Na obrázku 3.3 vidíme spektrální propustnost použité zlaté elektrody změřenou zmíněným Fourierovským spektrometrem.



Obrázek 3.3: Změřená propustnost zlata

Na obrázcích 3.4 a 3.5 vidíme výsledky měření s laserem 405 nm pro napětí -2 kV a 2 kV.

Z rovnice 1.19 jsme dále vypočítali koeficient úměrnosti mezi fázovým rozdílem a elektrickým polem. Vlnová délka je dána střední vlnovou délkou sodíkového dubletu 589,4 nm a geometrická dráha je rovna šířce vzorku 1 cm. Díky tomu můžeme dojít ke smíšenému Pockelsovskému koeficientu $n_e^3 r_{33} - n_o^3 r_{13}$. Na obrázku 3.6 vidíme závislost smíšeného Pockelsova koeficientu na výkonu laseru. Je zřejmé, že ačkoliv by měly být tyto koeficienty pro všechny výkony laseru stejné, liší se mezi sebou až o 10-30 %. Příčiny těchto nesrovnalostí se snažím vysvětlit v diskusi v sekci 4.2.

Z Gaussova zákona elektrostatiky můžeme vypočítat elektrický náboj. Ze znalosti toho, že elektrické pole závisí pouze na souřadnici x_3 můžeme diferenciální tvar Gaussova zákona zapsat v následujícím tvaru

$$\nabla \cdot \vec{E} = \frac{dE}{dx_3} = \frac{\rho}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \tag{3.1}$$



Obrázek 3.4: Elektrické pole s laserem 405 nm pro napětí 2 kV



Obrázek 3.5: Elektrické pole s laserem 405 nm pro napětí -2 kV

a následně:

$$\rho(x_3) = \varepsilon \frac{dE}{dx_3},\tag{3.2}$$

kde ρ je hustota elektrického náboje, ε_0 je permitivita vakua a ε_r je relativní permitivita SiC ve směru optické osy rovna $\varepsilon_r = 9.7$ [21].

Celkový elektrický náboj potom získáme z integrálního tvaru Gaussova zákona:

$$\int (\nabla \cdot \vec{E}) dV = S \int \frac{dE}{dx_3} dx_3 = S(E_A - E_C) = \frac{1}{\varepsilon} \int \rho dV = \frac{Q}{\varepsilon}, \qquad (3.3)$$

a nakonec:

$$Q = \varepsilon S(E_A - E_C), \tag{3.4}$$

kde Q je elektrický náboj, S je plocha vzorku kolmá k optické ose a kde jsme integrovali od katody (C) k anodě (A). Pro získání přibližného rozložení náboje ve vzorku jsme elektrické pole fitovali obecnou kvadratickou funkcí. Hustota elektrického náboje je potom díky vztahu 3.2 lineární funkcí souřadnice x_3 s příslušnými



Obrázek 3.6: Pockelsovské koeficienty s laserem 405 nm



Obrázek 3.7: Rozložení elektrického náboje pro napětí 2 kV s laserem 405 nm

nafitovanými koeficienty. Rozložení hustoty elektrického náboje a celkový elektrický náboj v závislosti na výkonu laseru vidíme na obrázku 3.7. S rostoucím osvětlením roste tedy celkový záporný náboj.

3.2 Vzorek C10

Výsledek základního měření elektrického pole bez excitačního světla je pro napětí od -2 kV do 2 kV zobrazen na obrázku 3.8.

Na rozdíl od prohnutého pole v případě vzorku C2 tentokrát vidíme téměř konstantní pole pro všechna napětí, takže prostorový náboj je zanedbatelný.

Rozšíření měření spočívalo jednak ve svícení laserem 405 nm, dále v použití širokospektrálního zdroje omezeného filtrem FGUV11M na interval 275 - 375 nm (UV lampa) a nakonec využití monochromátoru ke změření spektrální závislosti elektrického pole. U grafénu, který je přibližně z 97 % průhledný pro všechny námi používané vlnové délky, se objevil problém s tím, že jsme pro vyšší světelné toky excitačního světla dostávali nepravděpodobné výsledky elektrických polí a museli



Obrázek 3.8: Elektrické pole ve vzorku C10 pro napětí od -2 kV do 2 kV

jsme zjistit, čím jsou tyto problémy způsobené. Na příkladu měření s laserem 405 nm se tím podrobně zabývám v diskusi. V této části uvádím výsledky měření s UV lampou a s monochromátorem, kde jsme již tyto problémy vyřešili.

Výsledky měření s UV lampou ukazuji na obrázcích 3.9 a 3.10 pro napětí 2 kV a -2 kV.



Obrázek 3.9: Elektrické pole ve vzorku C10 s UV lampou pro napětí 2 kV

Smíšené Pockelsovské koeficienty uvádím na obrázku 3.11.

Monochromátor jsme chtěli použít pro změření spektrální závislosti elektrického pole. Jako zdroj světla pro monochromátor jsme použili náš širokospektrální zdroj, tentokrát bez filtrů. Monochromátor jsme zkalibrovali na konstantní fotonový tok definovaný vztahem

$$\phi = \frac{P\lambda}{hc},\tag{3.5}$$

kde ϕ je fotonový tok v jednotkách 1/s, P je výkon laseru, λ vlnová délka laseru, h je Planckova konstanta a crychlost světla ve vakuu. Pro kalibraci monochromátoru na konstantní fotonový tok pro všechny vlnové délky jsme použili intenzitní filtr s logaritmicky se měnící propustností a výkonové měrky Ophir Nova s fotodiodami pro detekci výkonu výstupního světla.



Obrázek 3.10: Elektrické pole ve vzorku C10 s UV lampou pro napětí -2 kV



Obrázek 3.11: Smíšený Pockelsovský koeficient pro vzorek C10 s UV lampou



Obrázek 3.12: Monochromátor - Fotovodivostní spektrum vzorku C10

Po zkalibrování monochromátoru jsme měřili elektrická pole pro vlnové délky od 400 do 1800 nm a zároveň s tím jsme zaznamenávali proud tekoucí vzorkem. Změřená závislost plošného elektrického proudu na vlnové délce při napětí 1,5 kV je vynesena na obrázku 3.12.

Výsledná elektrická pole neprokázala žádné významné jevy v oblasti příměsové fotovodivosti, která odpovídá vlnovým délkám okolo 1300 nm. Významně odlišný průběh mělo pouze elektrické pole pro vlnovou délku 400 nm, což jsme očekávali, protože se jedná o nadgapové světlo, které jsme již proměřili u obou vzorků. Výsledné elektrické pole vidíme na obrázku 3.13, kde jsou rozlišeny dva případy podle typu použité výkonové měrky. Germaniová (Ge) měrka detekuje světlo na vlnových délkách 900 - 1800 nm a křemíková (Si) měrka na vlnových délkách 400 - 1100 nm.



Obrázek 3.13: Elektrické pole ve vzorku C10 s monochromátorem pro napětí 1,5 kV

Změřili jsme rovněž voltampérovou charakteristiku vzorků C2 a C10 pomocí použitého zdroje napětí iseg. Je zobrazena na obrázku 3.14. Zlaté elektrody mají více blokující charakter, grafén spíše více ohmický charakter.



Obrázek 3.14: Voltampérová charakteristika 6H-SiC

4. Diskuse

4.1 Koherence

Na začátku experimentu jsme se potýkali s problémem, jaký zdroj světla pro soustavu použít. Nejprve jsme chtěli měřit s laserem o vlnové délce 632,8 nm. Kvůli výrazným interferenčním obrazcům se ale ukázalo použití laseru jako nevhodné. Problémem byla zrnitost laserového svazku, kdy se koherentní laserové světlo šíří materiálem, jehož povrch je velice hrubý oproti vlnové délce světla a díky odrazům světla uvnitř materiálu pak vzdálený pozorovatel vidí zrnitý obraz často sestávající ze světlých a tmavých pruhů daných konstruktivní a destruktivní interferencí světla [22]. Na obrázku 4.1 ukazuji srovnání snímků vzorku při použití laseru 632,8 nm a sodíkové výbojky jako zdrojů světla.

Pro měření se sodíkovou výbojkou byl použit sodíkový dublet na vlnové délce 589 nm a filtr FB590. Filtr jsme použili jednak pro odfiltrování ostatních vlnových délek a snížení intenzity světla a hlavně abychom zabránili možné nežádoucí fotoexcitaci vzorku tímto světlem. U grafénového vzorku C10 se později objevili problémy s modulací intenzity světla, kdy se intenzita světla při změně fázového rozdílu, ať už změnou pozice kompenzátoru nebo přiloženým napětím, měnila jen v malém intervalu a nikdy se vzorek neztmavil zcela, jak bychom očekávali podle periodického průběhu propustnosti světla 1.16.

Kvůli možné nedostatečné míře koherence sodíkového dubletu jsme začali měřit s rtuťovou výbojkou, kde jsme využili singletní čáru rtuti na 546 nm. Emisní spektra sodíkové a rtuťové výbojky jsou zobrazena na obrázku 4.2.

Pro zjištění koherence sodíkového dubletu uvnitř vzorku jsme vypočítali koherenční délku, která je definovaná jako pološířka spektrální čáry. Pro koherenční délku l_c platí: [9]

$$l_c = \frac{c}{n\Delta\nu} \approx \frac{\lambda^2}{n\Delta\lambda},\tag{4.1}$$

kde c je rychlost světla ve vakuu, n je index lomu materiálu, jímž se světlo šíří, $\Delta \nu$ je frekvenční šířka čáry, λ je střední vlnová délka čáry a $\Delta \lambda$ je šířka čáry ve vlnové délce.

U sodíkového dubletu počítáme spektrální šířku jako vzdálenost obou maxim. Maxima jsou ve vlnové délce 589,1 nm a 589,7 nm, takže střední vlnovou délku







Obrázek 4.2: Emisní spektra sodíkové a rtuťové výbojky

uvažujeme 589,4 nm. Při indexu lomu 2,7 je koherenční délka sodíkového dubletu $l_c \approx 0,2$ mm. V případě rtuťové singletní čáry je střední vlnová délka 546,21 nm a pološířka singletní čáry 0,2 nm, takže koherenční délka je $l_c \approx 0,55$ mm. Pro případ $n_o = 2,65$ a $n_e = 2,69$ a geometrickou dráhu L = 10 mm bude rozdíl optických drah mezi řádným a mimořádným svazkem roven $\Delta l = |n_o - n_e| L = 0,4$ mm. To je více než koherenční délka sodíkového dubletu a méně než koherenční délka rtuťového singletu. Proto se domníváme, že koherence sodíkového dubletu nebyla dostatečná.

4.2 Fázový rozdíl

V pozdější fázi měření jsme narazili na problém s fázovým rozdílem při excitaci vzorku. Zjistili jsme, že při svícení intezivním excitačním světlem se fázový rozdíl výrazně zvětší a výsledné elektrické pole se potom výrazně mění nebo se dokonce převrátí jeho orientace oproti elektrickým polím s méně intenzivním osvětlením. Domnívali jsme se, že excitační osvětlení může hrát roli ve větších fázových rozdílech. Proto jsme začali měřit s excitačním osvětlením i bez napětí pro zjištění jeho role. Po opravě o toto osvětlení se fázový rozdíl pro větší osvětlení přiblížil k ostatním měřením, ale pořád nevycházel integrál z fázového rozdílu přes vzorek stejný pro všechna měření. Nakonec jsme zkusili všechny naměřené fázové rozdíly posunout o takové konstanty, aby měli stejný integrál přes vzorek jako fázový rozdíl měřený bez osvětlení. Po posunutí fázových rozdílů o konstantní příspěvek jsme pak došli k daleko uvěřitelnějším výsledkům, kdy se elektrické pole sklápělo v souladu se zvětšující se intenzitou osvětlení. Jednotlivé části tohoto postupu

jsem zachytil na obrázku 4.3, kde na sérii třech zpracování ukazuji jednak výsledek měření bez oprav, výsledek se započtením excitačního osvětlení a nakonec výsledek se započtením osvětlení a navíc posunutý o konstantní příspěvek tak, aby všechny fázové rozdíly měly stejný integrál přes vzorek. Obrázky 4.3a a 4.3b jsou tudíž pro vyšší intenzity chybně vyhodnocené a správně je obrázek 4.3c.

Jednou z příčin posunu fázového rozdílu o konstantu může být změna teploty uvnitř vzorku. Z článku [1] jsme zjistili přibližné termooptické koeficienty pro 6H-SiC: $\alpha_o = 4.5 \cdot 10^{-5}/\text{K}$, $\alpha_e = 5 \cdot 10^{-5}/\text{K}$, pro vlnovou délku 600 nm a teplotu 293 K. Mezi změnou indexů lomu, změnou teploty a termooptickými koeficienty platí vztahy:

$$\Delta n_o = \Delta T \alpha_o, \tag{4.2a}$$

$$\Delta n_e = \Delta T \alpha_e \tag{4.2b}$$

a pro celkovou změnu indexu lomu potom platí:

$$\Delta n = \Delta n_o - \Delta n_e = \Delta T (\alpha_o - \alpha_e) = 5 \cdot 10^{-6} \Delta T.$$
(4.3)

Změna fázového rozdílu potom bude rovna:

$$\Delta\Gamma = \frac{2\pi}{\lambda}\Delta nL = \frac{2\pi}{\lambda}(\alpha_o - \alpha_e)\Delta TL = 0,29\Delta T \tag{4.4}$$

pro $\lambda = 546$ nm a L = 5 mm. Změnu teploty zjistíme z elementárního vztahu:

$$Q = mc\Delta T, \tag{4.5}$$

kde Q je teplo dodávané do vzorku, m je hmotnost vzorku a c měrná tepelná kapacita vzorku. Měrná tepelná kapacita SiC je c = 700 J kg⁻¹ K⁻¹ a hmotnost vzorku je m = 80 mg. Teplo dodávané do vzorku zjistíme z výkonu laseru osvětlujícího vzorek. Vzorek není izolovaný, ale je ovlivňován okolním vzduchem a keramickou podložkou, takže i když se ve vzorku zvýší teplota díky výkonu laseru, částečně se také sníží teplota díky kontaktu vzorku s okolním prostředí. Uvažujme vzorek C10 připojený k napětí -2 kV osvětlený laserem o výkonu 45 mW. V tabulce 4.1 vidíme naměřený proud pro různé výkony laseru.

Tabulka 4.1: Proud ve vzorku C10 při svícení laserem 405 nm

Napětí	Výkon laseru	Proud
-2 kV	tma	40 nA
-2 kV	$87~\mu W$	77 nA
-2 kV	$693~\mu W$	252 nA
-2 kV	$5,45 \mathrm{~mW}$	1,48 $\mu \mathrm{A}$
-2 kV	45 mW	10,7 μA

Výkonu laseru 45 mW odpovídá proud vzorkem 10,7 μ A. Z toho lze usoudit, že výkon $P_{\rm el} = U\Delta I = 2 \text{ kV} \cdot (10,7 \ \mu\text{A} - 40 \text{ nA}) = 21,3 \text{ mW}$ vznikl transformací výkonu laseru na výkon proudu, kde uvažujeme změnu proudu při svícení s výkonem 45 mW a proudu bez svícení. O zbývajícím výkonu 23,7 mW zjednodušeně předpokládáme, že byl všechen převeden na teplo. Měření probíhala v ustáleném



(c) úplná oprava

Obrázek 4.3: Elektrické pole ve vzorku C10, laser 405 nm

stavu, kdy nedocházelo k výrazným změnám proudu tekoucím vzorkem ani teploty vzorku během jedné sady měření při konstantním napětí a stálé intenzitě excitačního osvětlení. Laser tedy dodává do vzorku tepelný výkon 23,7 mW. Pro hrubý odhad změny teploty vlivem tohoto tepelného výkonu předpokládáme Q = 23,7 mJ.

Změna teploty je potom:

$$\Delta T = \frac{Q}{mc} = 0.42 \text{ K.} \tag{4.6}$$

Změna fázového rozdílu vlivem změny teploty vzorku potom vychází:

$$\Delta \Gamma = 0,29\Delta T = 0,12. \tag{4.7}$$

Výsledky na obrázcích 4.3 při opravě o konstantní příspěvek k fázovému rozdílu vykazují změny v řádu desetin radiánu v souladu se změnou vypočtenou z tepelného výkonu. Jedná se o hrubý odhad a zjednodušený výpočet.

Hlavní vliv na změny fázových rozdílů přisuzujeme tedy kromě Pockelsova jevu hlavně změně teploty, protože vzhledem k relativně malé intenzitě fotoexcitace lze považovat vliv dalších jevů jako je fotorefrakční jev nebo změna indexu lomu vlivem změny koncentrace volných nosičů za zanedbatelný. Neměli jsme k dispozici teplotní stabilizaci vzorku, ale do budoucna by bylo vhodné ji zavést, aby se zamezilo větším změnám teplot vlivem svícení a abychom dokázali ověřit náš odhad o roli teploty.

Závěr

Náplní této práce byl vývoj nové metody pro měření profilů vnitřních elektrických polí uvnitř opticky anizotropních krystalů vzorků 6H-SiC vykazujících Pockelsův lineární elektrooptický jev. Po uvedení nutných teoretických základů o optice anizotropních prostředí, Pockelsově jevu a metodě zkřížených polarizátorů jsme přistoupili k vysvětlení experimentálního uspořádání a nové metody použité pro měření. Metodu zkřížených polarizátorů běžně používanou pro měření Pockelsova jevu na izotropních krystalech jsme rozšířili využitím Soleil-Babinetova kompenzátoru, pomocí něhož jsme mohli měnit propustnost soustavy změnou fázového rozdílu světla šířícího se anizotropními krystaly uvnitř kompenzátoru. Díky rozsahu kompenzátoru jsme mohli proměřit celou periodu propustnosti světla v závislosti na fázovém rozdílu. Pro zjištění elektrického pole pak stačilo odečíst od sebe fázový rozdíl při napětí a fázový rozdíl bez napětí.

Základní experiment sestával v proměření elektrických polí uvnitř vzorků při různých napětích od -2 kV do 2 kV. U vzorku C2 se zlatými elektrodami jsme zjistili, že se elektrické pole pro větší napětí prohýbá, zatímco u vzorku C10 s grafénem bylo téměř konstantní. V dalších měřeních jsme na horní elektrodu vzorku svítili excitačním světlem. Použili jsme jednak laser o vlnové délce 405 nm, potom širokospektrální zdroj s filtrem omezujícím vlnové délky na 275 - 375 nm a nakonec monochromátor. U prvních dvou osvětlení se jednalo o nadgapové světlo o energii vyšší než je energie zakázaného pásu SiC. Pozorovali jsme jednoznačné naklápění elektrických polí související s akumulací fotogenerovaných nosičů náboje na pastech. Měření s monochromátorem na vlnových délkách 400 - 1800 nm neprokázalo, kromě nadgapového světla 400 nm, žádné výrazné změny elektrických polí, které jsme očekávali především okolo 1300 nm, kde by mělo docházet k fotoexcitaci nosičů z vanadových hladin.

Později jsme se setkali s podivným chováním elektrických polí při osvětlení vzorku C10 intenzivním excitačním světlem. Nejdříve jsme zkusili odstranit vliv excitačního světla, které mohlo významně změnit fázový rozdíl. Ukázalo se ale, že excitační světlo neovlivňuje fázový rozdíl jako jediné. Nakonec jsme všechny fázové rozdíly posunuli o konstantu, aby měly všechny stejný integrál přes vzorek, jak bychom očekávali. V tom případě už elektrická pole měla pravděpodobnější průběh. Konstantní příspěvek k fázovému rozdílu, o který jsme museli data posunout, se dá přisoudit více fyzikálním jevům. Jedním z nich je změna fázového rozdílu způsobená změnou teploty, která se nám zdála jako reálná, proto ji rozebíráme v diskusi a usuzujeme, že byla jedním z významnějších faktorů ovlivňujících experiment.

Závěrem konstatuji, že se během řešení práce podařilo vyvinout metodu pro měření profilů vnitřních elektrických polí v hexagonálním SiC s planárními elektrodami, kterou lze aplikovat na všechny vhodně orientované objemové vysokoodporové krystaly vykazující Pockelsův jev.

Seznam použité literatury

- Ch. Xu, Shunchong Wang, G. Wang, J. Liang, Shanpeng Wang, L. Bai, J. Yang, and X. Chen. Temperature dependence of refractive indices for 4Hand 6H-SiC. *Journal of Applied Physics*, 115(11), 2014. 113501-2.
- [2] H. Matsunami. Technological Breakthroughs in Growth Control of Silicon Carbide for High Power Electronic Devices. Japanese Journal of Applied Physics, 43(10R):6835, 2004.
- [3] C. Berger, Z. Song, T. Li, X. Li, A. Y. Ogbazghi, R. Feng, Z. Dai, A. N. Marchenkov, E. H. Conrad, P. N. First, and W. A. de Heer. Ultrathin Epitaxial Graphite: 2D Electron Gas Properties and a Route toward Graphene-based Nanoelectronics. *The Journal of Physical Chemistry B*, 108(52):19912–19916, 2004.
- [4] M. A. Poothanari, Y. B. Pottathara, and S. Thomas. Chapter 8 Carbon nanostructures for electromagnetic shielding applications. In S. Thomas, Y. Grohens, and Y. B. Pottathara, editors, *Industrial Applications of Nanomaterials*, Micro and Nano Technologies, pages 205–223. Elsevier, 2019.
- [5] T. Xu, X. Liu, S. Zhuo, W. Huang, P. Gao, J. Xin, and E. Shi. Effect of thermal annealing on the defects and electrical properties of semi-insulating 6H-SiC. *Journal of Crystal Growth*, 531:125399, 2020.
- [6] Wikipedia contributors. Silicon carbide Wikipedia, the free encyclopedia. https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Silicon_carbide& oldid=1153664302, 2023. [Online; accessed 11-May-2023].
- [7] J. R. Jenny, M. Skowronski, W. C. Mitchel, H. M. Hobgood, R. C. Glass, G. Augustine, and R. H. Hopkins. On the compensation mechanism in high-resistivity 6H–SiC doped with vanadium. *Journal of Applied Physics*, 78(6):3839–3842, 1995.
- [8] J. T. Mullins, J. Carles, and A. W. Brinkman. High temperature optical properties of cadmium telluride. *Journal of Applied Physics*, 81(9):6374– 6379, 1997.
- [9] P. Malý. Optika. Druhé přepracované vydání. Karolinum, Praha, 2013.
- [10] Zichen Zhang. *Phase-only nematic liquid crystal on silicon devices*. PhD thesis, 2011.
- [11] Mats Blomqvist. *Electro-Optical* $Na_{0.5}K_{0.5}NbO_3$ Films. PhD thesis, 2005.
- [12] Wikipedia contributors. Pockels effect Wikipedia, the free encyclopedia. https://en.wikipedia.org/w/index.php?title=Pockels_effect& oldid=1151712779, 2023. [Online; accessed 5-May-2023].
- [13] Bahaa E. A. Saleh and M. C. Teich. Základy fotoniky. První vydání. Matfyzpress, Praha, 1996.

- [14] T.S. Narasimhamurty. Photoelastic and Electro-Optic Properties of Crystals. Springer US, 2012.
- [15] M. Jazbinsek and M. Zgonik. Material tensor parameters of LiNbO₃ relevant for electro- and elasto-optics. *Applied Physics B*, 74:407–414, 2002.
- [16] K. Iizuka. *Elements of Photonics*, volume 2. Wiley, 2002.
- [17] V. Dědič, T. Fridrišek, J. Franc, J. Kunc, M. Rejhon, U. Roy, and R.B. James. Mapping of inhomogeneous quasi-3D electrostatic field in electro-optic materials. *Scientific Reports*, 11:2154, 2021.
- [18] P. De Antonis, E.J. Morton, and F.J.W. Podd. Infra-red microscopy of Cd(Zn)Te radiation detectors revealing their internal electric field structure under bias. *IEEE Transactions on Nuclear Science*, 43(3):1487–1490, 1996.
- [19] A. Cola, I. Farella, N. Auricchio, and E. Caroli. Investigation of the electric field distribution in x-ray detectors by Pockels effect. *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 8(7):S467, 2006.
- [20] J. Kunc, B. Morzhuk, M. Shestopalov, T. Fridrišek, and V. Dědič. Spectral current density and responsivity scaling for Fourier transform photocurrent spectroscopy. *Review of Scientific Instruments*, 94(5), 05 2023. 053901.
- [21] M.K. Kazimierczuk. Pulse-Width Modulated DC-DC Power Converters. Wiley, 2015.
- [22] J. W. Goodman. Some fundamental properties of speckle. Journal of the Optical Society of America, 66(11):1145–1150, 1976.