

О.С. Морозов, О.В. Коваленко, М.Ф. Буланий

АВТОМАТИЗОВАНА ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНА УСТАНОВКА ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ КІНЕТИКИ ФОТОЛЮМІНЕСЦЕНЦІЇ ПРИ ІМПУЛЬСНОМУ ЗБУДЖЕННІ

Анотація. Наведено опис експериментальної установки, призначеної для дослідження спектрів фотолюмінесценції при імпульсному збудженні від лазерного джерела. Це дозволяє за часом загасання сигналу, що реєструється на різних довжинах хвиль в діапазоні від 400 до 700 нм, отримати інформацію про індивідуальні складові інтегрального спектру. Реєстрація здійснюється за допомогою АЦП, що запускається синхронно зі збуджуючим лазером. Представлені блок-схеми експериментальної установки та пристрою управління експериментом, описано його складові: підсилювач ФЕП, АЦП подвійного інтегрування з пристроєм вибірки-зберігання і дешифраторм семисегментного коду в прямий двійковий код, АЦП послідовних наближень, комутатор виходів АЦП для LPT порту EOM, контролер і формувач імпульсу запуску лазера.

Дана робота буде цікавою для осіб, що займаються дослідженням оптичних характеристик різних напівпровідників і діелектричних матеріалів в об'ємних, плівкових і квантоворозмірних структурах.

Ключові слова: Кінетика фотолюмінесценції, складові спектрів фотолюмінесценції, імпульсний лазер, методика вимірювань.

Вступ. Звичайними засобами збудження окремі смуги спектрів фотолюмінесценції напівпровідникових кристалів не визначаються завдяки перекриттю однієї з іншою. Таким чином вони утворюють широкі інтегральні смуги випромінювання.

Постановка завдання. Для дослідження спектрів фотолюмінесценції таких кристалів при кімнатній температурі був обраний імпульсний спосіб збудження [1]. Цей метод в порівнянні з традиційними [2, 3] має перевагу, яка дозволяє при кімнатній температурі експериментально отримати інформацію про спектри окремих смуг, що мають напівширину 0,015-0,020 еВ.

Основна частина. Основні принципи запропонованого методу полягають в максимальному ослабленні імпульсу лазерного збуджен-

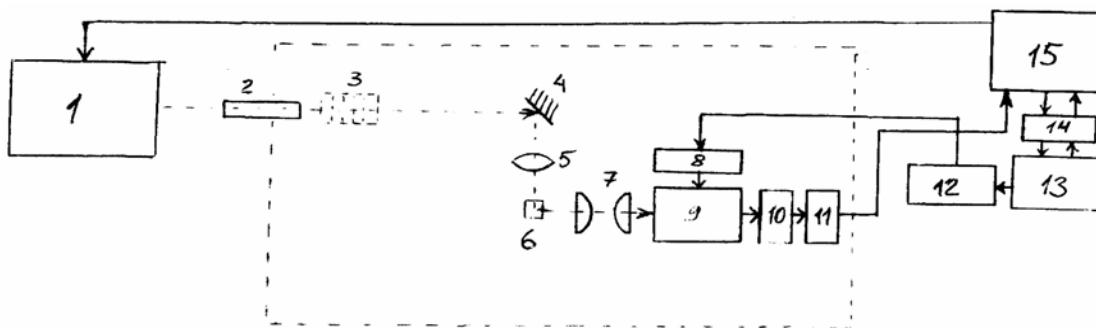
ня та мінімальних втрат інтенсивності фотолюмінесценції при її реєстрації.

Це досягається за рахунок наступного: імпульсного збудження з частотою 10 Гц, розташування зразка безпосередньо на вхідній щілині монохроматору, мінімально можливого його збудження при реєстрації кінетики загасання інтенсивності випромінювання зразка на межі технічних можливостей експериментальної установки.

Завдання пристрою управління експериментом включає, в головному, запуск лазеру в певний час і введення до комп'ютеру значення фотолюмінесцентного імпульсу відгуку від кристала у відповідний час.

Газовий лазер був використаний в якості джерела збуджуючого випромінювання з $\lambda = 337$ нм, $P_{\text{sep}} \sim 0,6$ мВт, тривалістю імпульсу $6 \text{ нс} < t < 8 \text{ нс}$. Такий лазер було обрано завдяки можливості зовнішнього запуску. Додаткові параметри збуджуючої системи: амплітуда імпульсу, що запускає лазер 40 ± 4 В, частота повторення імпульсів $f = 5 - 1000$ Гц, тривалість імпульсу $3 \pm 0,3$ мкс. Робочим тілом лазеру був азот під тиском 2,4 кПа.

Вся оптична частина установки (див. елементи 3 – 11 рис. 1) була захищена світлонепроникним екраном зі щільної тканини, в якій вбудована трубка діаметром 8 мм, для концентрації лазерного променя на зразку.



- | | |
|--|---------------------------------------|
| 1. Газовий лазер із зовнішнім запуском | 9. Монохроматор |
| 2. Трубка, яка відсікає зайве світло | 10. Фотопомножувач |
| 3. Нейтральні світлофільтри | 11. Передпідсилювач |
| 4. Дзеркало | 12. КАМАК |
| 5. Лінза | 13. ПК |
| 6. Утримувач зразка | 14. LPT порт ПК |
| 7. Коліматор | 15. Пристрій управління експериментом |
| 8. Кроковий двигун барабану | |

Рисунок 1 - Блок-схема експериментальної установки

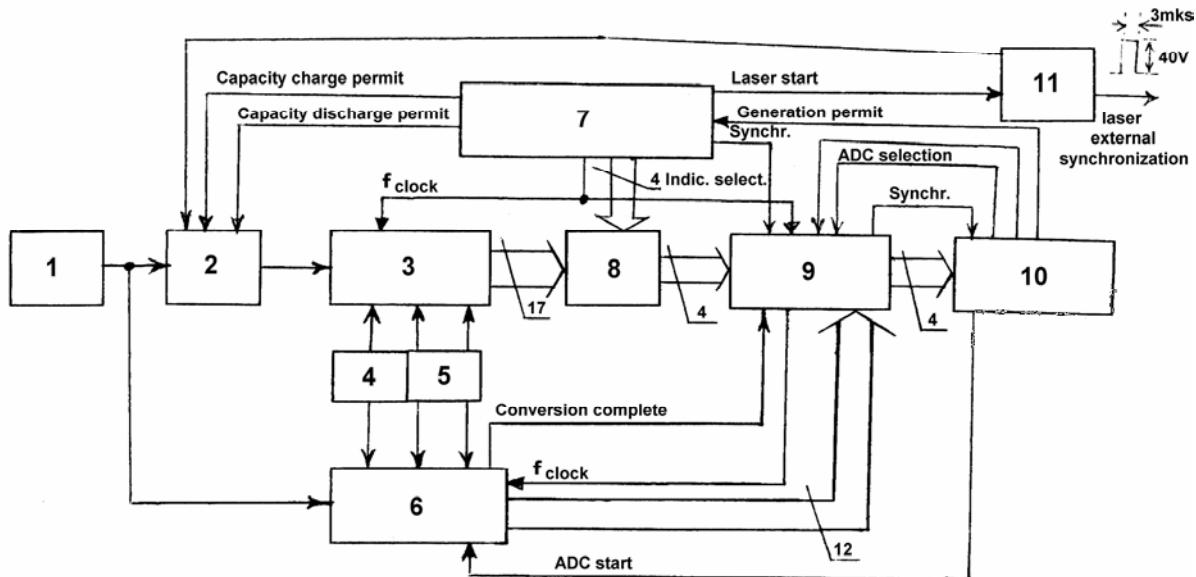
На шляху променя була розміщена касета з нейтральними світлофільтрами (до трьох) для досягнення ледь помітного світіння зразку. Далі лазерний промінь послаблений світлофільтрами фокусується в центрі кристала за допомогою лінзи (див. елемент 5 на рис. 1).

Монохроматор це пристрій, який розкладає фотолюмінесцентний світловий імпульс від кристала на обраній довжині хвилі. Він має високу роздільність з мінімальним кроком сканування 0,1 нм і обладнаний автоматичним механізмом для обертання решітки. Барабан монохроматору обертається крковим двигуном (600 кроків на 1 нм), керованим комп'ютером через КАМАК.

Механічна система монохроматору має певний зазор, який потрібно нейтралізувати. Якщо в процесі визначення інтенсивності фотолюмінесцентного імпульсу на довжині хвилі n нм, яка пропускається монохроматором, необхідно збільшити (зменшити) на Δn нм, то це реалізується шляхом обертання барабану монохроматору на $\Delta n - x$ нм ($- \Delta n - x$ нм). Потім програма, яка управляет експериментом, робить паузу за часом і здійснює завершальний поворот на x нм у бік збільшення довжини хвилі. Завдяки тому, що всі повороти відбуваються в один бік, точність позиціонування решітки покращується. В якості x ми взяли значення 3 нм.

Після виділення на обраній довжині хвилі складової спектру фотолюмінесценції її інтенсивність перетворювалася фотопомножувач у електричний імпульс негативної полярності з крутим переднім фронтом і плавним спадом заднього фронту за експоненціальним законом. Батарея термоелементів Пельтьє, яка охолоджувалася проточною водою, використовувалася для зменшення теплового шуму фотопомножувача. Живлення ФЕП здійснювалось стабілізованою напругою $U = 1200$ В.

Далі цей імпульс підсилював попередній підсилювач (див. 11 елемент рис. 2), який було змонтовано безпосередньо в головці ФЕП. Потім імпульс підсилювача, відповідний хвилі яскравості, перетворювався в цифрову форму і передавався через LPT-порт (14) в комп'ютер (13).



1. Основний підсилювач фотопомножувача (ФЕП)
2. Схема вибірки і зберігання
3. АЦП подвійного інтегрування
4. Джерела опорної напруги
5. Стабілізоване біполярне джерело живлення обох АЦП
6. АЦП послідовних наближень
7. Контролер
8. Декодер семисегментного коду в прямий двійковий код
9. Комутатор
10. LPT порт комп'ютера
11. Формувач імпульсу запуску лазеру

Рисунок 2 - Блок-схема пристрою управління експериментом

Значення сигналу, що відповідає обраній довжині хвилі, усереднювали на 30 вимірюваннях і записували в комп'ютерному файлі для подальшої обробки.

На рис. 2 під відповідними номерами наведено:

1. Основний підсилювач ФЕП

Операційні підсилювачі з низьким шумом і без необхідності в зовнішніх колах корекції використовувалися в основному підсилювачі сигналу фотоелектронного помножувача. Перший каскад – це повторювач для узгодження опорів, і другий каскад – підсилювач з коефіцієнтом підсилення 1000, який інвертує електронний сигнал. На виході імпульс вже має позитивну полярність. Вихідний сигнал не повинен перевищувати $U_{\text{вих}} = 200 \text{ мВ}$ для уникання перевантаження АЦП.

2. Схема вибірки-зберігання

Чотири аналогові комутатори [4] (в якості транзисторних безконтактних аналогів електромеханічних реле) були з'єднані попарно і використовувались для зарядки або розрядки накопичувального конденсатору під дією сигналів ТТЛ.

Два одновібратори в кожній мікросхемі [5] формують керуючі сигнали для двох пар комутаторів. Перша мікросхема формує регульовані паузи за часом, затримані від імпульсу запуску лазеру: 0 - 45 мс (для заряду $C_{\text{накоп}}$) і 50 - 90 мс (для розряду $C_{\text{накоп}}$). Друга мікросхема формує безпосередньо імпульс заряду з регульованою тривалістю 0 - 5 мс і потім імпульс розряду з регульованою тривалістю в тих же межах. Таким чином, короткий сигнал "вирізається" з хвилі яскравості з великою тривалістю, після цього ця квазіпостійна напруга конвертується в цифрову форму аналого-цифровим перетворювачем подвійного інтегрування. Кола одновібраторів, які встановлювали час були обчислені за формулою: $C, \mu\text{F} = 3 \frac{\tau_p, \text{ms}}{R, k\text{Ohm}}$, де $R = 100$ і $\tau_p = 45, 40, 5$.

3. АЦП подвійного інтегрування

Використаний АЦП подвійного інтегрування [6] з автоматичною корекцією нуля, визначенням вхідної полярності, а також з виходом на семисегментні світлодіодні індикатори. Його характеристики:

1. Діапазон вхідного сигналу визначається зовнішньою опорою напругою $U_{\text{вх}} = \pm 1,999 U_{\text{оп}}$ (у нашому випадку $U_{\text{оп}} = 100$ мВ).
2. Струм витоку для входів АЦП порядку $10 \cdot 10^{-12}$ А.
3. Вхідний опір для диференціального і синфазного сигналів 20 МОм.
4. Частота перетворення 3 - 12,5 Гц (вона дорівнює $f_{\text{такт}} / 16 \cdot 10^3$)

Для досягання максимального послаблення мережної завади тактова частота повинна вибиратись кратній частоті мережі: 40, 50, 100, 200 кГц. Ми вибрали частоту 200 кГц з умовою $f_{\text{АЦП}} > f_{\text{експер.}} = 10$ Гц, тому $f_{\text{перетв.}} = 12,5$ Гц.

Використання сигналу "Generation permit" (див. рис. 2) дозволяє припиняти (відновлювати) подачу $f_{\text{такт}}$ програмним шляхом.

Конденсатори $C_{\text{інт}}$ і $C_{\text{ак}}$ необхідно вибирати з низькою абсорбцією у діелектрику. Ми вибрали конденсатори типу [7].

4. Джерела опорної напруги

В якості джерела опорної напруги АЦП подвійного інтегрування використаний польовий транзистор, який працював в так званій "термостабільній" точці. Коректуванням опору в колі витоку в широкому температурному діапазоні, ми досягли мінімальних змін $U_{\text{оп}} = 100 \text{ мВ}$ на виході. Допустимий порядок змін $\pm 1 - 5 \cdot 10^{-5} \text{ В}$.

Джерелом опорної напруги для АЦП послідовних наближень виступила звичайна схема компенсаційного стабілізатора з термостабільним стабілітроном з $\alpha_{\text{ст}} = 0,5 \% / ^\circ\text{C}$.

5. Стабілізоване біполярне джерело живлення обох АЦП.

Джерело живлення було побудоване по відомій схемі:

Для $\sim 18 \text{ В}$ використовується тороїдальний феромагнітний трансформатор з двома ідентичними вторинними обмотками. Змінний струм навантаження обох обмоток не перевищує 0,5 А. Струм вторинної обмотки випрямляється окремими мостами з конденсаторами, які згладжують пульсації напруги.

Випрямлячі забезпечують постійну напругу від 17 до 22 В, значення якої визначає струм навантаження, варіації напруги, і т.д. Живити АЦП нестабілізованою напругою не можна, оскільки результат перетворення в цифрову форму буде весь час змінюватись. Для стабілізації випрямленої напруги до $\pm 15\text{V}$ застосовуються ідентичні стабілізатори напруги на операційному підсилювачі (ОП) з незвичайним способом включення:

ОП навантажений не як завжди – на вхід регулюючого елементу, а на постійний опір. Порівняння частини вихідної напруги стабілізатора з еталонною (на термостабільному стабілітроні) відбувається, як завжди, за винятком того, що стабіліtron живиться вже стабілізованою напругою.

При появі різниці потенціалів на входах ОП змінюється тільки струм споживання ОП, який у свою чергу, приводить до зміни опору колектор - емітер регулюючого транзистора. Частина вихідної напруги (у нашому випадку 15 В), яка знімається з резистивного дільника, знову стане рівною еталонній і внаслідок чого потенціали на входах ОП зрівняються.

Застосування такої схеми стабілізатора дає нам дві незалежних стабілізованих різнополярних напруги з низькими пульсаціями. В

якості стабілізатору "-15 В", використовується такий самий стабілізатор, як "+15 В", але з заземленим виходом регулюючого елементу.

Для отримання стабілізованих напруг ± 5 В із стабілізованих ± 15 В використовуються два інтегральні стабілізатори.

6. АЦП послідовних наближень

З огляду на його швидкодію перетворення ($f_{\max} = 10$ кГц) цей АЦП використовується для перетворення в цифрову форму повного фотолюмінесцентного відгуку кристала, який реєструється від збуджуючого лазерного імпульсу (так зване "сканування всієї хвилі яскравості"). Він є зручним для оцінки часових характеристик, які необхідні для забезпечення точнішого вимірювання кінетики яскравості за допомогою АЦП подвійного інтегрування. Цей АЦП складається з чотирьох частин: буферний ОП, компаратор, 12-розрядний регистр послідовних наближень і цифроаналоговий перетворювач (ЦАП) в одному корпусі. Для формування імпульсу запуску АЦП послідовних наближень використовується одновібратор. Тривалість імпульсу запуску АЦП повинна бути менше ніж тривалість тактових імпульсів, яка в нашому випадку рівна 5 мкс. Нами обрана тривалість імпульсу запуску 3 мкс.

Сигнал від основного підсилювача фотопомножувача надходить на інший буферний ОП, який окрім забезпечення узгодження опорів підсилює сигнал у 50 разів до рівня 10 В, необхідного для роботи АЦП послідовних наближень.

На початку циклу перетворення за командою від комп'ютера "ADC start" нормований одновібратором імпульс дозволяє подачу тактових сигналів до регистра, які надходять до появи сигналу "Conversion complete" від останнього. Під час перетворення на аналоговому виході ЦАП присутній потенціал, який відповідає потенціалу опорної напруги, поділеної на 4096 та одночас помноженої на число, подане в двійковому коді до входів ЦАП. Якщо $U_{\text{ЦАП вих}} < U_{\text{вимір}}$, то вихід компаратора електрично з'єднується із землею, що записує логічний 0 у розряд регистра. Шляхом зміни стану кожного розряду регистра (починаючи зі старшого), подальшої їх подачі до входів ЦАП, порівнянні сигналу на його аналоговому виході з вхідною напругою (в кількості 12 разів), отримуємо на виході регистра прямий двійковий код відповідний напрузі, що вимірюється.

Для розпізнавання логічної 1 регістром послідовних наближень на виході компаратору присутня частка напруги +15 В за допомогою зовнішнього дільника. Комп'ютер після отримання сигналу "Conversion complete" читає з LPT порту результат перетворення сигналу трьома порціями по чотири розряди.

7. Контролер

Контролер забезпечує часову синхронізацію блоків всієї експериментальної установки в цілому, а саме:

1) забезпечує стабільною тактовою частотою (200 кГц) обидва АЦП. Така частота утворюється шляхом поділення в 16 та 5 разів за допомогою мікросхем [8] базової частоти 1,6 МГц, яка в свою чергу, генерується класичним кварцовим генератором;

2) синхронізує запуск лазеру, роботу дешифратору АЦП подвійного інтегрування та схеми вибірки і зберігання.

Циклічна робота контролера може бути призупинена програмним забезпеченням, яке встановлює вхід скидання двійково-десяткових дільників частоти до логічного 0.

Виходячи з вимог експерименту частота збудження фотолюмінесценції повинна бути $f = 10$ Гц (вона отримується діленням 200 кГц частоти на чинник 20000) це було забезпечено вибором циклу з двадцяти кроків з тривалістю кроку $t = 5$ мс. Часова послідовність роботи блоків пристрою управління експерименту програмувалася в PROM [9], як було вказано у таблиці 1.

8. Декодер семисегментного коду в прямий двійковий код
Функціонування дешифратору будується на надмірності семисегментного коду. Зворотне перетворення семисегментного коду (числа від 0 до 9) у прямий двійковий здійснювалось шляхом аналізу п'яти з семи сегментів (сегменти "с" і "d" не аналізувалися). Для кожного дешифратору індикатору використовувались однаково запрограмовані PROM [9]. Сигнали індикації будь-якого десяткового числа від семисегментного індикатора були подані на входи дешифратору. Це формує пряний і зворотний двійковий код, який відповідає цій цифрі. Для визначення стану трьох індикаторів (одиниці, десятки, сотні мВ) АЦП на загальній шині виходи всіх дешифраторів паралельно з'єднані (монтажне АБО) завдяки їх вихідним каскадам із загальним колектором. На всі чотири провідника шини подано початкові рівні логічної 1, шляхом з'єднання їх з $U_{живл} = 5$ В через резистори 1 кОм. Контролер

лер сигналами "Indic. select." почергово з'єднує виходи дешифраторів із загальною шиною. Максимальне можливе число станів цієї чотирьохроздядної шини при передачі інформації становить 16. На додаток до трьох десяткових розрядів, які виводяться на семисегментні індикатори, АЦП видає на четвертому сигналі полярність "мінус" (показує полярність вимірюваної напруги) та "1" (тисячі або ознака переповнення). Два біта встановлюються в логічну 1 (11XX - діапазон чисел 12 - 15) для передачі в цій же чотирьохроздядній шині. Інші два використовувалися для передачі саме позначок знаку, тисяч або переповнення. Тому комп'ютерне розпізнавання типу даних в шині стає можливим: якщо на ній число від 12 до 15, то це позначки знаку, тисяч (переповнення), якщо число в шині від 0 до 9, то це сотні-десятки-одиниці. Числа 10 та 11 взагалі не повинні знаходитись на шині даних (виходах дешифраторів).

Таблиця 1

Цикл дії контролеру

Такти	Команди контролеру	Примітка
1-10	Дозвіл заряду накопичувального конденсатору	
12-19	Дозвіл розряду накопичувального конденсатору	
12	Дешифрування семисегментного коду індикатору АЦП подвійного інтегрування	одиниці
14	Дешифрування семисегментного коду індикатору АЦП подвійного інтегрування	десятки
16	Дешифрування семисегментного коду індикатору АЦП подвійного інтегрування	сотні
18	Дешифрування семисегментного коду індикатору АЦП подвійного інтегрування	тисячі, полярність
13, 15, 17, 19	Дозвіл зчитування дешифрованого семисегментного коду індикатору АЦП подвійного інтегрування	
20	Запуск лазера	новий цикл

9. Комутатор

Залежно від вибору програмного забезпечення комутатор передає результат перетворення АЦП, обраного для дії, в порт LPT. Комутатор має RS-тригер, який дозволить видачу тактових імпульсів після сигналу від комп'ютера "ADC start" та заборонить видачу тактових імпульсів після сигналу від АЦП "Conversion complete".

10. LPT порт комп'ютера

Однонаправлений (тільки для введення і тільки для виведення) паралельний порт ПК використовується для передачі сигналів перетворення в цифрову форму і контролю за ходом експерименту. Ре-

гістр даних не використовується, використовуються тільки реєстри статусу і контролю.

11. Формувач імпульсу запуску лазеру

Контролер дозволяє формування імпульсу з тривалістю $t = 3 \text{ мкс}$ одним одновібратором [5] в двадцятому кроці циклу. Сформований імпульс рівня ТТЛ підсилюється до рівня 40 В і подається до схеми зовнішньої синхронізації лазеру.

Висновки. Запропонований метод дозволяє визначити індивідуальні смуги спектрів фотолюмінесценції. Ці смуги завдяки перекриттю формують експериментальний спектр фотолюмінесценції об'єктів дослідження. Чутливість методу дозволяє виявити індивідуальні смуги, пов'язані з домішками, концентрація яких має порядок 10^{-3} г/г та менше.

ЛІТЕРАТУРА

1. Ушаков Ю. В. Авторское свидетельство № 996921 от 15.02.83.
2. Буланый М.Ф., Полежаев Б.А., Прокофьев Т.А., Черненко И.М. Спектры возбуждения и структура центров люминесценции ионов марганца в монокристаллах сульфида цинка. // ЖПС. - 2000. - Т. 67. - № 2. - С. 208-210.
3. Буланый М. Ф., Полежаев Б. А., Прокофьев Т. А. О природе марганцевых центров свечения в монокристаллах сульфида цинка. // ФТП. -1998. - Т. 32. - № 6. - С. 673-675.
4. <http://www.ti.com/lit/ds/symlink/cd4066b.pdf>
5. <http://www.ti.com/lit/ds/symlink/sn74123.pdf>
6. <https://datasheets.maximintegrated.com/en/ds/ICL7106-ICL7107.pdf>
7. <http://www.giricond.ru/pages/k73-11.pdf>
8. <http://www.ti.com/lit/ds/symlink/sn7490a.pdf>
9. <http://pdf.datasheetbank.com/pdf/Philips/147826.pdf>