Министерство образования и науки Российской Федерации ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

УДК 538.9; 535-14; 53.082.534; 53.096 № госрегистрации 114120240018

> УТВЕРЖДАЮ ВРИО директора ИФМ РАН д-р физ.-мат.наук, профессор ______ В.И. Гавриленко «___»_____ г.

> > В.Н. Шастин

ОТЧЕТ

О ПРИКЛАДНЫХ НАУЧНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

Инфракрасная и терагерцовая спектроскопия с временным разрешением неравновесной динамики носителей заряда в полупроводниках с использованием излучения лазеров на свободных электронах

по теме:

ПОДГОТОВКА РАБОЧИХ СТАНЦИЙ. ИЗМЕРЕНИЯ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА. ИССЛЕДОВАНИЕ ЭФФЕКТА СИЛЬНОГО ПОЛЯ

(промежуточный)

Этап <u>3</u>

ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научнотехнологического комплекса России на 2014 – 2020 годы»

Соглашение о предоставлении субсидии от 17.09.2014 г. № 14.616.21.0008

Руководитель проекта, зав. лаб, д.ф.-м.н.

подпись, дата

Нижний Новгород 2015

РЕФЕРАТ

Отчет 104 с., 59 рис., 5 табл.

ТЕРАГЕРЦОВОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ, ЛАЗЕР НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ, СИСТЕМА НА-КАЧКА-ЗОДИРОВАНИЕ, СПЕКТРОСКОПИЯ ПОГЛОЩЕНИЯ, ЭФФЕКТ СИЛЬНОГО ПОЛЯ

Задачами третьего этапа работ по проекту являются:

 подготовка рабочей станции по измерению времен быстропротекающих процессов с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах, в ходе которых осуществлен первый запуск установки;

- проведение спектроскопии поглощения в ТГц диапазоне образцов кремния и германия после нейтронного легирования;

- проведение рентгеновской дифрактометрии наноструктур на основе кремния и германия, а так же масс спектроскопии этих структур;

- создание низкотемпературного модуля для измерений методом пробного импульса;

- проведение измерений временной динамики релаксации неравновесных состояний мелких примесей в одноосно деформированном кремнии.

- проведение патентных исследований и подача соответствующей заявки на патент.

Задачи третьего этапа были выполнены полностью. Проведенные работы полностью соответствуют план-графику и требованиям технического задания. В работах были использованы 4 уникальные научные установки и оборудование 1 центра коллективного пользования.

Руководитель проекта:

Зав. лаб. 113 отд. 110 ИФМ РАН, доктор физико- математических наук		Шастин В. Н. (введение, разделы - 1,2,3,4,5,6,7 заключение)		
	подпись, дата			
Исполнители:				
Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания		Юрасов Д. В. (раздел 3)		
	подпись, дата			
Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания		Цыпленков В. В. (раздел 4, 6)		
	подпись, дата			
Электроник, без ученой степе- ни, без ученого звания		Сергеев С. М. (раздел 1)		
	подпись, дата			
Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания		Орлов М. Л. (раздел 3)		
	подпись, дата			
Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания		Орлова Е. Е. (раздел 6)		
	подпись, дата			
Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания		Козлов Д. В. (раздел 5)		
	подпись, дата			
Младший научный сотрудник, кандидат физико- математических наук, без уче-		Ковалевский К. А. (раздел 5)		
ного звания	подпись, дата			
Старший научный сотрудник, кандидат физико- математических наук, без уче-		Жукавин Р. Х. (раздел 1, 4, 7)		
ного звания	подпись, дата			
Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания		Бекин Н. А. (раздел 2)		

подпись, дата

СОДЕРЖАНИЕ

РЕФЕРАТ 2
введение
I. ПОДГТОКА РАБОЧЕЙ СТАНЦИИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ БЫСТРОПРОТЕКАЮЩИХ ПРОЦЕССОВ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА НА ЛСЭ В НОВОСИБИРСКЕ
II. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ СПЕКТРОВ ПРОПУСКАНИЯ ОБРАЗЦОВ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ ПОСЛЕ НЕЙТРОННОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ДОНОРАМИ И АКЦЕПТОРАМИ ДЛЯ УТОЧНЕНИЯ СПЕКТРА ЭНЕРГИЙ ЭЛЕКТРОННЫХ СОСТОЯНИЙ
Используемое оборудование. Технические характеристики
III. ОЦЕНКА КАЧЕСТВА МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ ВЫРАЩЕННЫХ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ СТРУКТУР4
Технические характеристики:
IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ВЫРАЩЕННЫХ СЛОЕВ В ГЕТЕРОСТРУКТУРАХ МЕТОДОМ МАСС СПЕКТРОСКОПИИ ВТОРИЧНЫХ ИОНОВ
Описание установки
V. СОЗДАНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО МОДУЛЯ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА
VI. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ РЕЛАКСАЦИИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ МЕЛКИХ ДОНОРОВ И АКЦЕПТОРОВ В ОДНООСНО-ДЕФОРМИРОВАННОМ КРЕМНИИ
Измерения методом пробного импульса
VII. ОТЧЕТ О ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ 44
VIII. АННОТАЦИОННЫЙ ОТЧЕТ ИНОСТРАННОГО ПАРТНЕРА 79
 3.8. ПРОВЕДЕНИЕ ТЕСТОВЫХ ИЗМЕРЕНИИ НА СОЗДАЮЩЕИСЯ РАБОЧЕИ СТАНЦИИ ПО РАМАНОВСКОИ СПЕКТРОСКОПИИ НА БАЗЕ ЛСЭ В Г. ДРЕЗДЕН (FELBE)
3.12. Исследование эффектов вынужденного комбинационного рассеяния света на состояниях примесных центров (Рамановская спектроскопия): исследование висмута в кремнии

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 АКТ О СПЕКТРАХ ПРОПУСКАНИЯ SI И GE	
ПРИЛОЖЕНИЕ 2 МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ СПЕКТРОВ ПРОПУСКАНИЯ	
ПРИЛОЖЕНИЕ 3 АКТ О СДАЧИ-ПРИЕМКИ РАБОТ НА УСУ «ЭКСТРИМ»	
ПРИЛОЖЕНИЕ 4 ОТЧЕТ СТУКА	
ПРИЛОЖЕНИЕ 5 АКТ О МАСС СПЕКТРОСКОПИИ	
ПРИЛОЖЕНИЕ 6 АКТ УНУ ЛАМИ	
ПРИЛОЖЕНИЕ 7 ЭКД МОДУЛЯ	
ПРИЛОЖЕНИЕ 8 АКТ ПАМП-ПРОБ	
ПРИЛОЖЕНИЕ 9 АКТ ИПФ PAH PEARL	
ПРИЛОЖЕНИЕ 10 МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ	
РЕЛАКСАЦИИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ МЕЛКИХ ДОНОРОВ И	
АКЦЕПТОРОВ В ОДНООСНО-ДЕФОРМИРОВАННОМ КРЕМНИИ	

введение

Ключевые слова: ТЕРАГЕРЦОВОЕ ИЗЛУЧЕНИЕ, ЛАЗЕР НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРО-НАХ, СИСТЕМА НАКАЧКА-ЗОДИРОВАНИЕ, СПЕКТРОСКОПИЯ

Основной целью работ данного этапа является продолжение подготовки станции по измерению времен быстропротекающих процессов методом пробного импульса (pump-probe) на базе единственного в России ЛСЭ в ИЯФ СО РАН (Новосибирск). Был произведен первый тестовый запуск установки. В качестве исследуемого образца использовался легированный германий, охлажденный до температуры жидкого азота. Другими целями были проведение работ по исследованию физики неравновесных состояний мелких примесных центров в полупроводниках кремния и германия. Были проведены измерения временной динамики релаксации неравновесных состояний мелких доноров и акцепторов в одноосно-деформированном кремнии. С использованием излучения ЛСЭ было экспериментально обнаружено влияние одноосной деформации на времена релаксации возбужденных примесных состояний. Этот результат получен впервые и является уникальным. Так же в ходе третьего этапа были проведены работы по обнаружению терагерцовой люминесценции при межзонном возбуждении объемного кристаллического кремния, легированного мелкими примесями, спектроскопии поглощения в терагерцовом диапазоне частот образцов кремнияи германия после нейтронного легирования, рентгеновской дифрактометрии наноструктур на основе кремния и германия, масс спктроскопии этих структур с целью определения состава выращенных слоев и наблюдению межзонной фотолюминесценции наноструктур. Был создан низкотемпературный модуль давления, позволяющий осуществлять одноосную деформацию образца в оптическом криостате.

Иностранными партнерами были проведены подготовительные работы станций по Рамановской и нелинейной спектроскопии на базе ЛСЭ FELBE в Дрездене-Россендорф (HZDR) и первые тестовые измерения на них. Произведен рост и необходимая обработка образцов кристаллического германия, легированных мелкими примесными центрами. На базе этих образцов планируется изготовить приемники ТГц излучения, которые будут использованы на измерительных установках на базе ЛСЭ в HZDR и Новосибирске. Были проведены работы по обнаружению и исследованию эффекта сильного поля излучения ЛСЭ на локализованные состояния примесных центров, а так же исследование эффектов вынужденного комбинационного рассеяния света на состояниях доноров висмута в кремнии.

Проведенные во второй половине 2015 г. работы достигают целей настоящего этапа и соответствуют план-графику совместных работ.

6

I. ПОДГТОКА РАБОЧЕЙ СТАНЦИИ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ БЫСТРОПРОТЕ-КАЮЩИХ ПРОЦЕССОВ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА НА ЛСЭ В НОВО-СИБИРСКЕ

Во втором полугодии 2015 года продолжались работы по построению станции измерения быстропротекающих процессов методом пробного импульса на базе Новосибирского ЛСЭ. На этом этапе осуществлен первый пробный пуск станции и проведены тестовые измерения системы накачка-зондирование на образце кристаллического германия, легированного акцепторами галлия Ge:Ga с концентрацией 2×10^{15} см⁻³. Измерения проводились при длине волны λ =131 мкм излучения (Рисунок 1).

Для тестирования установки был использован азотный криостат (Рисунок 2). Оригинальные окна криостата изготовлены из бериллия, который не прозрачен для ТГц излучения. Окна были заменены на пленки polyimideK толщиной 135 мкм. Спектр пропускания материала приведен на рисунке 1(б).



Рисунок 1 – Спектр излучения Новосибирского лазера на свободных электронах придлине волны λ=131 мкм – (а); спектр пропускания polyimideK, измеренный на Фурье- спектрометре BrukerIFS66v/s – (б)

Пропускание каждого окна при длине волны падающего ТГц излучения 130 мкм составляет примерно 60%, с учетом многолучевой интерференции в пленке. Данный криостат имеет два окна, поэтому оптическая система на время измерений была изменена таким образом, чтобы пучки каналов накачки и зондирования заводилось под небольшим углом друг к другу.



Рисунок 2 – Внешний вид азотного криостата с площадкой для крепления образца

На рисунке 3 приведена схема тестируемой установки. В качестве светоделителя была использована плоско-параллельная пластина кремния толщиной 200 мкм, которая делит излучение в соотношении 49/51 в соответствии с Френелевскими коэффициентами. Френелевское отражение в кремнии согласно известным соотношениям, составило 49%,

при показателе преломления кремния n=3.42. Поглощение в кремнии крайне мало, поэтому им можно пренебречь. Трассировка излучения в канале зондирования выполнялась с помощью красного лазера: все элементы юстировались по излучению полупроводникового лазера с длиной волны 655 нм, а затем с помощью светоделителя BS и зеркала M1 пучок TГц излучения совмещался с излучением красного лазера. Линия задержки была съюстирована с помощью полупроводникового лазера: при перемещении уголкового зеркала на расстояние 500 мм изменение хода луча на выходе линии задержки в поперечной плоскости пучка составляло не более 2 мм на расстоянии 4 метра. Этим перемещением можно пренебречь, так как образец располагается на расстоянии 0.5 метра от выхода излучения из линии задержки, поэтому можно утверждать, что пробный пучок не перемещался в плоскости образца при движении линии задержки.



Рисунок 3 – Оптическая схема установки тестирования с азотным криостатом. WP1 – поляризатор с металлическими проволоками, PhP1 – фотолитографический полиэтиленовый поляризатор, BS – светоделитель, M1-4 – плоские алюминиевые зеркала, M5 – линия задержки, состоящая из двух уголковых зеркал, помещенных на моторизованную подвижку.

После юстировки пучка зондирования, в оба плеча устанавливались фокусирующие элементы: ТРХ линза с фокусным расстоянием 150 мм в пучок зондирования и медное внеосевое параболическое зеркало с фокусным расстоянием 250 мм в пучок накачки. На рисунке 4 показаны изображения пучков зондирования и накачки в месте, где впоследствии был расположен образец, снятые с помощью матричного микроболометрического приемника. Видно, что соотношение интенсивностей в пучках составляло примерно 1/3. Характерный размер пучков составлял 2.8 мм для пучка накачки и 1.6 мм для пучка зондирования (ширина на полувысоте Рисунок 4). Ожидаемые параметры были рассчитаны для длины волны излучения 0,13 мм и диаметре гауссова пучка около 22 мм. Медное внеосевое параболическое зеркало с фокусным расстоянием 250 мм в таком случае формирует на образце при 45- градусном угле падения эллиптическое фокальное пятно с характерным размером по высоте $\lambda f / d \approx 0.13 \cdot 250/20 = 1, 6$ мм для пучка накачки. ТРХ линза сфокусным расстоянием 150 мм фокусирует пробное излучение на образце в пятно с вертикальным диаметром $\lambda f / d \approx 0.13 \cdot 150/20 = 1.0$ мм, меньшим по размеру, чем область, засвеченная возбуждением накачки. В эксперименте размеры пятен отличны от предполагаемых в связи с небольшой расходимостью пучка ТГц излучения.



Рисунок 4 – Изображение и профиль интенсивности пучков накачки изондирования.

Перекрытие пучков на передней грани образца наблюдалось с помощью матричного микроболометрического приемника, помещаемого точно в плоскость передней грани образца. При равной длине плеч линии накачки и зондирования в плоскости образца должна наблюдаться интерференция с максимальной видностью. При перемещении линии задержки длина пути пучка в канале зондирования увеличивается, соответственно временное перекрытие импульсов лазера на свободных электронах становится не полным, вследствие чего видность падает. По максимальной видности интерференционной картины была определена позиция линии задержки соответствующая нулевой задержке (Рисунок 5).



Рисунок 5 – Изображение на матричном микроболометрическом приемнике интерференции пучка накачки и зондирования.

Из рисунка 5 также видно, что пучки идут на одной высоте и можно определить угол, под которым они интерферируют. Измеряя период интерференционной полосы и используя формулу

$$d=\frac{\lambda}{2n\sin\left(\alpha/2\right)},$$

можно вычислить угол, который составляет примерно 20 градусов. Интерференция с хорошей видностью картины и равномерная во всей плоскости пересечения пучков свидетельствует о хорошем перекрытии пучков в плоскости передней грани объекта.

Далее, на место, где находился матричный приемник, помещался криостат, который сначала откачивался до вакуума, а затем охлаждался до температуры жидкого азота. Матрица микроболометров перемещалась на расстояние 40 мм от скрещивания пучков (будущего образца) и регистрировала излучение, прошедшее через окна криостата. Оба пучка накачки и зондирования проходили через входное и выходное окна криостата практически без искажения.

Убедившись визуально, что пучки проходят без искажения через криостат с образцом, вместо матричного микроболометрического приемника устанавливался акустооптический приемник компании ТИДЕКС GC-1D вместе с синхронным усилителем SR-830, параметры которого были описаны в отчете за предыдущий период. Приемное окно Голея с входной щелью ~ 0.2 мм регистрировало излучение только канала зондирования. Соотношение мощностей в каналах накачки и зондирования регулировалось с помощью пленочного поляризатора, помещенного в плечо зондирования перед линией задержки. Таким образом, для тестирования установки было достигнуто соотношение мощностей 1:10. В качестве исследуемого образца использовался некомпенсированный кристалл германия, легированный акцепторами галлия с концентрацией 2×10¹⁵ см⁻³. Образец имел форму параллепипеда с размерами 5×17×25 мм.

Чтобы проверить работу системы «накачки-зондирования» в нашей установке, образец должен обладать откликом на воздействие импульсов накачки, сопровождающийся изменением пропускания пробного импульса в зависимости от задержки Δt между импульсами накачки и зондирования. В нашей схеме задержка Δt устанавливалась в линии задержки, в которой уголковые зеркала смещались относительно друг друга с помощью автоматизированной механической подвижки с шагом 1.5 мкм, что соответствует задержке по времени 0.005 пс. В тестовых измерениях образец устанавливался в держатель азотного криостата и охлаждался до температуры жидкого азота 77.4 К. Пучок накачки модулировался обтюратором с частотой 15 Гц, пробный пучок – не модулировался. В отсутствие сигнала накачки (при перекрытии пучка накачки дополнительным непрозрачным экраном) сигнал пробного излучения, прошедшего через образец, отсутствовал (был на уровне шума). После открытия пучка накачки, сигнал от пробного излучения $I_{\rm пр}$ появлялся, при этом его величина зависела от задержки между импульсами Δt . Мы измерили $I_{\rm пр}$ взависимостиот Δt сшагом 1пс,что соответствовало смещению позиционера подвижки в 200 шагов (см. рисунок 6).





На экспериментальном графике видно, что в отсутствии оптической задержки между импульсами ($\Delta t=0$), сигнал I_{np} был максимальный. Это свидетельствует о том, что отклик образца сразу после воздействия импульса накачки был максимальный. При увеличении задержки (в обе стороны от нуля) сигнал монотонно спадал вплоть до $\Delta t=\pm50$ пс. Таким образом, пробный пучок «чувствовал» отклик образца на воздействие импульсов накачки при смещении задержки в 100 пс, что примерно совпадает с длительностью импульса излучения ЛСЭ. При больших задержках сигнал от пробного излучения отсутствовал, что говорит о переходе образца в равновесное состояние. На экспериментальном графике (рисунок 6) видны осцилляции сигнала с периодом примерно 3 пс. Причина возникновения данных колебаний пока не ясна, и требует дополнительных исследований.

Для определения эффективности отклика образца на воздействие импульсов накачки, измерялась интенсивности пучков накачки и зондирования после прохождения через образец. Сигнал, регистрируемый ячейкой Голея в канале накачки, составлял 450 мВ, а в канале зондирования - 40 мВ, т.е. их отношение было примерно 1:10. Максимальный "полезный" сигнал модулированного пробного излучения (при нулевой задержке) имел величину 1.5 мВ, что составляет около 1.5мВ/40 мВ≈4% от мощности пробного пучка, прошедшего через образец. Абсолютная мощность излучения, падающего на образец, была измерена и составила примерно 14 мВт в канале накачки и 12 мкВт в канале зондирования.

Таким образом, тестовые измерения на образце GeGa показали, что собранная нами установка хорошо юстируется, работоспособна и пригодна для исследования релаксационных быстропротекающих процессов.

II. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ СПЕКТРОВ ПРОПУСКАНИЯ ОБРАЗЦОВ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ ПОСЛЕ НЕЙТРОННОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ДОНОРАМИ И АКЦЕПТОРАМИ ДЛЯ УТОЧНЕНИЯ СПЕКТРА ЭНЕРГИЙ ЭЛЕКТРОННЫХ СО-СТОЯНИЙ

Используемое оборудование. Технические характеристики.

Измерения спектров пропускания проводились в Физическом институте им. Лебедева (ФИ-АН) с использованием оборудования ЦКП ФИАН, инфракрасного фурье-спектрометра высокого разрешения IFS 125 HR производства фирмы Bruker Optic GmbH. Акт о проделанных работах в . Методика Фурье-спектроскопии описана в Приложение 2.

Данный спектрометр (Bruker Optic GmbH) предназначен для измерения оптических спектров пропускания и отражения в ИК диапазоне, определения концентрации различных органических и неорганических веществ в твердой и жидкой фазах, продукции нефтехимического производства, органического синтеза, продуктах питания, фармацевтики и т.п. Фурье-спектрометр применяется в аналитических лабораториях промышленного производства, научно-исследовательских и учебных организаций. Основой фурье-спектрометра является двухлучевой интерферометр, в котором при перемещении одного из интерферометрических зеркал происходит изменение разности хода между интерферирующими лучами. Для уменьшения влияния внешних воздействий интерферометр построен по схеме Майкельсона с зеркалами в виде светоотражателей. Регистрируемый световой поток на выходе интерферометра как функция разности хода (интерферограмма) представляет фурье-образ регистрируемого оптического спектра. Сам спектр (в шкале волновых чисел) получается после выполнения специальных математических расчетов (обратное преобразование Фурье) интерферограммы.

Движение зеркала в интерферометре осуществляется по линейному закону с помощью прецизионного механизма. Точное положение зеркала (разность хода в интерферометре) определяется с помощью референтного канала. Нулевое значение разности хода (основной максимум интеферограммы) определяется расчетным путем. Конструктивно фурье-спектрометр выполнен в виде настольного прибора с отдельно устанавливаемым компьютером. Фурье-спектрометр представляет собой стационарный автоматизированный прибор с модульной вакуумной оптикой. Камера образца может быть отдельно откачана и продута воздухом.

Прибор оснащен широким набором дополнительных устройств и принадлежностей, включая приставку для измерения отражения/пропускания с углом падения 11°; алмазную приставку нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО); приставку многократного НПВО (МНПВО);

14

приставку измерения пропускания в параллельных пучках; интегрирующую сферу для измерения диффузного рассеяния; приставку для измерения абсолютных значений отражения и другие.

Фурье-спектрометр снабжен криостатом Optistat CFv с контактным охлаждением и протяжкой паров хладоагента фирмы Oxford Instruments <u>http://www.oxford-instruments.com</u>, который позволяет регулировать температуру исследуемого образца в диапазоне 3.8-300 К с точностью 0.1 К.

Управление процессом измерения осуществляется от внутреннего контроллера и РС совместимого компьютера с помощью программного комплекса OPUS. Программный комплекс OPUS это всеобъемлющий пакет программ, предназначенных для наиболее полного использования всех возможностей фурье-спектрометра. Выбор источников, оптических фильтров, каналов образца и детекторов осуществляется из программного комплекса OPUS без нарушения вакуума в спектрометре. Программируемым образом осуществляется настройка прибора, оптимизация его параметров, управление его работой, осуществление фурье-преобразования интерферограммы, обработка выходной информации, в том числе построение градуировочных графиков по образцовым веществам, печать результатов И сохранение результатов анализа. Программный комплекс OPUS обеспечивает обмен (пересылку) измерительной информации в другие программы для подготовки документов с результатами измерений.

Перед спектроскопическими измерениями была проведена подготовка образцов. Из слитков кремния и германия были вырезаны пластины с не плоскопараллельными гранями для исключения влияния переотражения излучения внутри образца. Измерения проводились при температуре образца ~4 К.

Результаты.

Результаты спектральных измерений, представленные на рисунке 7, показывают наличие в спектрах поглощения линий легирующих примесей. Качество образцов характеризуется самой узкой линией, поэтому по спектрам можно сделать вывод о хорошем качестве легирования и последующем отжиге кремниевых и германиевых образцов.

На рисунке хорошо просматриваются линии в образцах кремния, легированного донорами фосфора с компенсацией акцепторами бора (Si:P:B NTD6 и Si:P:B NTD7), соответствующая поглощению на переходе $1s(A_1) \rightarrow 2p_0$ донорами фосфора на частоте 275,1 см⁻¹. Ширина этих линий на полувысоте равняется 1,7 см⁻¹.

Линии в 320 см⁻¹ соответствуют $1s(A_1) \rightarrow 2p_{\pm}$ переходу. Эти линии довольно сильно уширены, что вызвало необходимость в проведении работ по уточнению концентрации легирования. Эти работы проведены методом транспортных измерений, основанных на эффекте Холла.

15



Рисунок 7 – Спектры поглощения в образцах кристаллического кремния, легированных мелкими донорами и акцепторами методом ядерной трансмутации

Спектры поглощения в кристалле германия для более детального рассмотрения дополнительно представлены на рисунках 8 – 9.



Рисунок 8 – спектр пропускания легированного изотопически обогащенного германиевого образца NTD 6.



Рисунок 9 – спектр пропускания легированного германиевого образца NTD 9 с естественным изотопным составом.



Рисунок 10 – спектр пропускания легированного мелкими акцепторами германиевого образца HP-14.

Для уточнения концентрации примесей в образцах кремния и германия были проведены Холовские транспортные измерения. Работы проведены с использованием уникальной научной установки УСУ «Экстрим» на базе Физического института им. Лебедева (ФИАН). Акт о работах представлен в Приложение 3. Стенд «Экстрим» является уникальным комплексом научного оборудования с соответствующим обеспечением, позволяющим проводить исследования электрических, магнитных и структурных свойств материалов в магнитных полях до 21 Т, при давлениях до 3 ГПа и в интервале температур от 0,01 до 400 К. Других центров с сопоставимым комплексом аппаратуры и возможностями в России не существует. Аналогичные возможности российским исследователям могут предоставить только Центры сильных магнитных полей в Талахасси (США), Франции (Гренобль), Нидерландах (Наймеген) и Японии (Цукуба и Осака).

В результате работ показано, что концентрации примесных центров близки к значениям, заданным технологически при легировании образцов методом ядерной трансмутации. Значения концентрация представлены в таблице 1.

Образцы	Концентрация, заданная тех- нологически	Значения концентраций, по- лученные Холовсикми изме- рениями
^{nat} Ge NTD 9	1.5×10 ¹⁵ см ⁻³	1.8×10 ¹⁵ см ⁻³
⁻⁷⁶ Ge NTD 9	1.5×10 ¹⁵ см ⁻³	1.75×10 ¹⁵ см ⁻³
^{nat} Ge NTD 6	1.5×10 ¹⁵ см ⁻³	1.7×10 ¹⁵ см ⁻³
Si:P:B NTD6	3.5×10 ¹⁵ см ⁻³	3.9×10 ¹⁵ см ⁻³
Si:P:B NTD7	3.5×10 ¹⁵ см ⁻³	3.3×10 ¹⁵ см ⁻³

Таблица 1 – концентрации примесных центров в образцах кристаллического кремния и германия после нейтронного легирования.

Сравнение концентраций легирования, полученных в ходе спектральных и Холовских измерений и заданных технологически в процессе легирования, позволяет выработать требования к технологии для более точного нейтронного легирования образцов кремнии германия, т.к. в рамках настоящего проекта на следующем, четвертом, этапе работ планируется очередное легирование образцов кристаллического кремния и германия методом ядерной трансмутации нейтронов. Для этого на данном этапе в НИФХИ им. Карпова были проведены дополнительные исследования по теме «Проведение исследований с целью оптимизации параметров облучения и параметров образцов кремния и германия, предназначенных для последующих исследований в рамках проекта «Инфракрасная и терагерцовая спектроскопия с временным разрешением неравновесной динамики носителей заряда в полупроводниках с использованием излучения лазеров на свободных электронах»» в рамках договора № Н/1215-322 (229/4275-Д) от 08.12.15. Аннотационный отчет (техническая справка) о результатах этих работ представлена в Приложение 4.

III. ОЦЕНКА КАЧЕСТВА МЕТОДОМ РЕНТГЕНОВСКОЙ ДИФРАКТОМЕТРИИ ВЫРАЩЕННЫХ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЯ И ГЕРМАНИЯ СТРУКТУР

В данном разделе проведено описание работ по рентгеновской дифрактометрии наноструктур на основе кремния и германия с легированными мелкими примесями слоями, выращенных в ИФМ РАН. Работы выполнены с помощью рентгеновского дифрактометра Bruker D8 Discover. Прибор имеет вертикальный гониометр θ/θ-геометрии с позициями для крепления рентгеновской трубки, оптики первичного пучка, оптики отраженного пучка и детектора. Первичные и вторичные оптические модули, детекторы, платформы для образцов предварительно откалиброваны на заводе-изготовителе, легко заменяться, и распознаются системой Да-Винчи-дизайн.

Технические характеристики:

Гониометр и подвеска образца

- Минимальный шаг по углам Theta и 2Theta: 0,0001°.
- Воспроизводимость установки углов Theta и 2Theta не хуже 0,0001°.
- Подвеска образца имеет моторизированные оси Chi, Phi, X, Y, Z.
- Поворот по углу Chi в интервале от -3° до +93°.
- Поворот по углу Phi: 360°.
- Вакуумный вращающийся держатель образцов диаметром 125 мм.

Детектор

- Позиционно-чувствительный детектор LYNXEYE линейного типа с числом каналов 190.
- Дополнительный сцинтилляционный детектор с системой PATHFINDER.
- •

Сменная рентгеновская оптика на первичном пучке

- Параболическое фокусирующее многослойное рентгеновское зеркало (Зеркало Гёбеля) для Сиизлучения.
- Блок-монохроматор с 4-х кратным отражением Ge(220) для линии CuK1. Расходимость на выходе не более 12 угл. с.
- Кристалл-монохроматор 2-х кратного отражения, совместимый с параболическим фокусирующим многослойным рентгеновское зеркалом.
- POLYCAP- параллельно-лучевая капиллярная оптика (поликапилярная линза) размер пучка 6 мм, расходимость 0,3.

Система крепления рентгеновской трубки позволяет выполнять переход от линейной к точечной проекции без отсоединения кабелей и шлангов и без дополнительной юстировки оборудования (TWIST-TUBE).

Сменная рентгеновская оптика на отраженном пучке

- Монохроматор с 3-х кратным симметричным отражением Ge(220) и набором щелей.
- Коллиматор из параллельных пластин, ограничивающий расходимость проходящего пучка до величины не более 0,2.

Программное обеспечение

- программы управления экспериментом;
- анализ эпитаксиальных структур по спектрам высокого разрешения;
- построение полюсной фигуры для анализа текстур;
- рентгенофазовый анализ с использованием базы порошковых данных PDF2;
- анализ покрытий и поверхностных слоев по данным рефлектометрии.

Проводимые измерения

Прибор обеспечивает возможность рентгенодифракционного исследования следующих видов материалов:

- эпитаксиальные многослойные структуры;
- текстурированные материалы;
- поликристаллические материалы;
- покрытия и приповерхностные слои.

Благодаря легкой перестройке рентгенооптической схемы прибор позволяет быстро переходить

от одного типа образцов к другому без процедур доюстировки элементов.

Реализованы следующие схемы проведения РД- эксперимента:

- построение двумерных карт обратного пространства;
- (Theta-2Theta)-сканирование с высоким разрешением;
- (Theta-2Theta)-сканирование со средним разрешением и высокой чувствительностью;
- построение прямой полюсной фигуры;
- съемка спектра поликристалла;
- съемка спектра в малоугловой области (рефлектометрия).

Результаты работ.

В ходе работ была проведена рентгеновская дифрактометрия выращенных в ИФМ РАН следующих наноструктур на основе кремния и германия с легированными мелкими примесными центрами слоями:

 Структура № 303 с Ge/SiGe сверхрешеткой, выращенной на буфере Ge(001). {Si_{0.16}Ge_{0.84}, 5нм, Ge, 8 нм, Si_{0.16}Ge_{0.84}, 1.5 нм, δ-слой Ge:B, 5нм: 6.4x10¹¹ см⁻²}×40

2) Структура **№ 304** – покрывающий слой i-Ge, 50 нм,

р-Ge, В: 2×10¹⁶ см⁻³, 15 нм; i-Ge, 100 нм,

{i-Si_{0.1}Ge_{0.9}, 5 нм, δ-слой В: 5×10¹⁰÷7×10¹⁰ см⁻², i-Si_{0.1}Ge_{0.9}, 5 нм / i-Ge, 8 нм} × 50,

i-Si_{0.1}Ge_{0.9}, 5 нм, δ -слой B: 5×10¹⁰÷7×10¹⁰ см⁻², i-Si_{0.1}Ge_{0.9}, 5 нм; i-Ge, 20 нм, p-Ge, B: 2×10¹⁶ см⁻³, 15 нм; i-Ge буфер; высокочистая подложка Ge(001), n-тип: < 6×10¹² см⁻³

3) Структура № 505 со сверхрешеткой, выращенной на релаксированном буфере Si_{0.1}Ge_{0.9}/Si(001) { Si_{0.2}Ge_{0.8}, 12.9 нм, Ge, 7.2 нм, Si_{0.2}Ge_{0.8}, 1.3 нм, Ge, δ-легированный акцепторами, 4.5 нм: 6 ×10¹¹ см⁻²}×40

4) Структура № 889;

Покрывающий слой i-Ge, 50 нм,

р-Ge, В: 2×10¹⁶ см⁻³, 15 нм; i-Ge, 100 нм,

 ${i-Si_{0.1}Ge_{0.9}, 10 \text{ нм} / i-Ge, 4 \text{ нм}, \delta-слой B: 5×10^{10} ÷ 7×10^{10} \text{ см}^{-2}, i-Ge, 4 \text{ нм}} × 50,$

i-Si_{0.1}Ge_{0.9}, 10 нм, i-Ge, 20 нм, p-Ge, B: 2×10¹⁶ см⁻³, 15 нм; i-Ge буфер.

высокочистая подложка Ge(001), n-тип: < 6×10¹² см⁻³

1) На рисунке 11 показан спектр рентгеновской дифрактометрии структуры № 303.



Рисунок 11 – спектр рентгеновской дифракции для отожженной структуры при различных температурах отжига

В таблице 2 представлены подгоночные параметры, дающие наиболее близкие параметры для структуры № 303.

N	R	Material	Cell input	Thickness	Roughness	Conc X Top, %	Relax. Top	Density T
1	1	Ge	R	29.9435	0.0000	0.0000	0.000	5.32580
2	40	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	5.0670	0.0000	83.8720	0.000	4.84245
3	40	Ge	R	7.9927	0.0000	0.0000	0.000	5.32580
4	40	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	1.5248	0.0000	83.8720	0.000	4.84245
5	40	Ge	R	3.9925	0.0000	0.0000	0.000	5.32580
6	1	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	5.0670	0.0000	83.8720	0.000	4.84245
SUB	1	Ge	density	0.0000	0.0000	0.0000	0.000	5.32580

Таблица 2 – подгоночные параметры, дающие наиболее близкие параметры для структуры № 303

На графиках черным цветом отображен экспериментально снятый спектр, синим - теоретически построенный по параметрам, указанным в таблице.

Для этой структуры спектр рентгеновской дифракции снят для различных температур отжига структуры. Влияние отжига отображено на рисунке 12.



Рисунок 12 – спектр рентгеновской дифракции для отожженной структуры при различных температурах отжига

На рисунке 12 наложены друг на друга спектры, полученные для отожженного при разных температурах образца. Видно, что отжиг приводит к диффузионному размытию периодичности, но средний состав при этом не меняется. Для отожженного при 700 градусах образца виден небольшой сдвиг среднего пика. Можно связать его с релаксацией, в этом случае оценка дает R=7-8%. Но сдвиг слабый, он может быть связан и с более сложным механизмом релаксации или диффузии материалов.

2) На рисунке 13 показан спектр рентгеновской дифрактометрии структуры № 304.



Рисунок 13 – спектр рентгеновской дифракции для структуры № 304

В таблице 3 представлены подгоночные параметры, дающие наиболее близкие параметры для структуры № 304.

Таблица 3 – подгоночные параметры, дающие наиболее близкие параметры для структуры № 304

Ν	R	Material	Cell input	Thickness	Roughness	Conc X Top, %	Relax. Top	Density T	SLPeriod
1	1	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	138.0000	0.0000	99.3870	0.000	5.30738	138.0000
2	30	Ge	R	7.1003	0.0000	0.0000	0.000	5.32500	15.7010
3	30	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	8.6008	0.0000	91.1140	0.000	5.05948	15.7010
SUB	1	Ge	density	0.0000	0.0000	0.0000	0.000	5.32580	0.0000

3) Спектр рентгеновской дифрактометрии структуры № 505 (рисунок 14)

Таблица 4 – подгоночные параметры, дающие наиболее близкие параметры для структуры № 505

Ν	R	Material	Cell input	Thickness	Roughness	Conc X Top, %	Relax. Top	Density T
1	1	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	30.0000	0.0000	90.0000	0.000	5.02609
2	10	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	12.8540	0.0000	80.3870	0.000	4.73802
3	10	Ge	R	7.1814	0.0000	0.0000	0.000	5.32580
4	10	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	1.2854	0.0000	80.3870	0.000	4.73802
5	10	Ge	R	4.4845	0.0000	0.0000	0.000	5.32580
6	1	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	650.0000	0.0000	90.0000	1.000	5.02609
SUB	1	Si	density	0.0000	0.0000	0.0000	0.000	2.32910



Рисунок 15 – спектр рентгеновской дифракции для структуры № 505

4) Спектр рентгеновской дифрактометрии структуры № 889 (рисунок 16)



Рисунок 16 – спектр рентгеновской дифракции для структуры № 889

Таблица 5 – подгоночные параметры, дающие наиболее близкие параметры для структуры № 889

N	R	Material	Cell input	Thickness	Roughness	Conc X Top, %	Relax Top	Density T	SI Period
1	20	Ge	R	7.1779	0.0000	0.0000	0.000	5.32580	16.1402
2	20	Si(1-x)Ge(x)_Dismukes	Cx(Cy) + R	8.9624	0.0000	89.8300	0.000	5.02099	16.1402
SUB	1	Ge	density	0.0000	0.0000	0.0000	0.000	5.32580	0.0000

Спектры рентгеновской дифракции показывают, что выращенные структуры соответствуют заданным технологически параметрам и требуемому качеству.

IV. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОСТАВА ВЫРАЩЕННЫХ СЛОЕВ В ГЕТЕРОСТРУКТУРАХ МЕТОДОМ МАСС СПЕКТРОСКОПИИ ВТОРИЧНЫХ ИОНОВ

Работы данного раздела выполнены в ИФМ РАН с помощью Масс-спектрометра вторичных ионов TOF. SIMS 5 для элементного анализа по глубине и по площади образца (производитель IONTOF, Германия, 2008 г) (см. рисунки 17, 18). Акт о работах по определению состава слоев представлен в Приложение 5.



Рисунок 17 – Установка ТОF. SIMS 5



Рисунок 18 – Схема установки TOF. SIMS 5

Описание установки

Послойный анализ «Dual beam Principle»

ТОF.SIMS-5 — ВИМС нового поколения — использует новый принцип двух ионных пучков — синхронное чередование импульсных анализирующего и распыляющего пучков. Анализирующий пучок ионов (Ві) является практически неразрушающим, поэтому в установке TOF. SIMS-5 впервые реализован принципиально новый режим послойного анализа, сочетающий статический и динамический режимы ВИМС. Это дает уникальную возможность анализа ультратонких структур с толщиной от 1нм до 10 нм, поскольку отсутствуют эффекты формирования переходных областей,



Рисунок 19 – Схема пучков в установке ТОF. SIMS-5

характерные для динамического режима ВИМС. В то же время, использование коротких анализирующих импульсов позволило существенно снизить длину пролетной области анализатора при сохранении высокого (10000) массового разрешения и значительно повысить частоту повторения импульсов до 50 кГц. Поэтому в установке TOF. SIMS-5 достигнута очень высокая скважность распыляющего ионного пучка и высокая скорость распыления по сравнению с предыдущими моделями -TOF.SIMS-3 и 4, что дает возможность проведения послойного анализа до глубины 10 мкм, фактически предельной для задач ВИМС.

Возможность вариации типа и массы анализирующих ионов позволяет минимизировать матричные эффекты при послойном анализе металлических структур. Кроме того, для кластерных вторичных ионов глубина выхода, как правило, ниже 0.5 нм.

Принципиально новые возможности представляет TOF. SIMS-5 для анализа диэлектрических структур, а также тонкопленочных плохо проводящих структур на диэлектрических подложках, что часто составляет неразрешимую проблему в установках динамического ВИМС. Для этого в установке размещена дополнительная низкоэнергетическая электронная пушка, которая также имеет импульсный режим работы. Электронный пучок позволяет полностью нейтрализовать заряд, вызванный анализирующим пучком ионов с низкой величиной тока. Для компенсации заряда, вызванного распыляющими ионными пучками со значительно большей величиной тока (сотни нА), предусмотрено введение дополнительных временных задержек в последовательности «распыление-анализ» в очень широком диапазоне от единиц микросекунд до нескольких секунд.



Рисунок 20 – Последовательность работы ионных пушек во времени и их синхронизация с работой время-пролетного масс-спектрометра

Распыляющие пучки

Две низкоэнергетические распыляющие ионные пушки с ионами кислорода О и Cs с энергией пучка от 250эВ до 2кэВ с возможностью варьирования угла падения ионного пучка на поверхность в широких пределах. Имеется дополнительная возможность подачи газообразного кислорода на поверхность анализируемой структуры в условиях сверхвысокого вакуума, что может позволить избежать развития шероховатости в области кратера и повысить чувствительность для ряда элементов.

Анализирующий пучок

Для анализа используется жидко-металлическая ионная пушка с ионами Bi с очень низкой величиной тока (1пА, 25кэВ) и короткими импульсами (короче 1нс, до 50 кГц).

Масс-анализатор

Время-пролетного типа с импульсным режимом работы.

Имеется возможность вариации типа и массы анализирующих ионов — Bi<+>, Bi<++>, Bi<3>, Bi<5>, что обеспечивает высокую чувствительность и дает новую возможность анализа вторичных кластерных ионов даже самых тяжелых элементов в очень широком диапазоне масс (1 — 10000 а. е. м.).

Измерения с помощью ТОF. SIMS-5



Рисунок 21 – Окна установки

Метод ВИМС позволяет получать следующую информацию о составе структур:

• проводить качественный анализ, т. е. надежно идентифицировать все присутствующие элементы с уровнем чувствительности от $N_{\alpha} > 10^{14} \cdot 10^{16} at/cm^3$;

• проводить анализ распределения элементов по глубине — послойный анализ (с разрешением по глубине 1-5нм). Время травления пересчитывается в глубину после измерения глубины кратера травления на оптическом интерферометре;

• получать изображение поверхности во вторичных ионах (латеральное разрешение 0.1-50 мкм);

• проводить количественный анализ структур (как правило, для этого необходимы соответствующие эталонные структуры).

Установка TOF.SIMS-5 оснащена время-пролетным масс-анализатором, в ней реализован новый метод вторично-ионной масс-спектрометрии, сочетающий статический и динамический режимы ВИМС. В этой установке используется импульсный режим работы ионных пушек и массанализатора, в котором разделены функции двух ионных пучков для анализа и распыления. Распыление проводится ионами O_2^+ или Cs⁺ с энергиями от 0.5 до 2кэВ, величина тока составляет сотни нА. Типичный размер растра распыляющего пучка составляет 500*500мкм². Для анализа используются ионы тяжелого элемента Bi⁺ с массой 209а.е.м. с энергией 25кэВ, что позволяет реализовать высокую чувствительность для анализа практически любых тяжелых ионов. Величина тока пучка ионов Bi в импульсе не превышает 1пА, длительность импульса 1нс. При этих условиях в одном зондирующем импульсе содержится около 500 ионов Bi и за типичное время анализа в десятки минут ион Bi дважды не попадает в одну и ту же точку.

Это условие составляет основу статического режима ВИМС. Не менее важным оно оказывается в динамическом режиме послойного анализа. Здесь это означает, что анализирующий пучок с высокой энергией практически не нарушает поверхность, а формирование измененного приповерхностного слоя и результирующее разрешение по глубине определяются низкоэнергетическими ионными пучками. Заметим, что в динамическом режиме послойного анализа достаточно выполнения менее жесткого требования к току пучка ионов Bi – скорость распыления ионами Bi должна быть много меньше скорости распыления ионами Cs⁺ или O₂⁺. Как правило, это условие позволяет использовать более высокие значения тока пучка ионов Bi, чем в статическом режиме BUMC.

Размер растра ионов Ві составляет около 20% от растра распыляющего пучка. Система юстировки ионных пучков в TOF.SIMS-5 позволяет с высокой точностью позиционировать анализи-

14

рующий пучок в центре кратера распыления, что минимизирует инструментальные погрешности при послойном анализе.

Детальный анализ формы и профиля кратера распыления, а также характеристик шероховатости в зоне кратера и на исходной поверхности проводился на оптическом интерференционном профилометре Talysurf CCI-2000.

Таким образом, в распоряжении участников проекта имеется аппаратура и развита методика ВИМС, позволяющая проводить послойный элементный анализ полупроводниковых гетероструктур на основе кремния и германия с предельно высоким разрешением по глубине на уровне 1нм с высокой чувствительностью.

Результаты масс спектроскопии

Были проведены работы по масс спектроскопии гетероструктур № 303 и 505. На рисунке 22 представлена зависимость концентрации ионов Ge для структуры № 303 (${Si_{0.16}Ge_{0.84}, 5hm, Ge, 8 hm, Si_{0.16}Ge_{0.84}, 1.5 hm, \delta$ -слой Ge:B, 5hm: 6.4×10^{11} cm⁻² ${}^{2} \times 40$) от времени травления кратера, которое отражает глубину исследуемого слоя. Исследованы все 40 слоев структуры. Из рисунка видно, что концентрация германия в Ge-слоях достигает 98 %, в слоях Si_{0.16}Ge_{0.84} – 85 %, что с говорит о том, что заданные технологически концентрации в процессе роста структур, с хорошей точностью выполнены.



травления кратера

На рисунке 23 для той же структуры представлена зависимость концентрации кремния от времени травления для всех сорока слоев.



Рисунок 23 – Зависимость концентрации ионов Ge от времени травления кратера

Зависимость концентрации кремния подтверждает выполнение технологически заданных концентраций.

На рисунках 24 и 25 представлены те же зависимость, но более детальные (травления нескольких слоев). Небольшой минимум концентрации германия в Ge-слоях отражает наличие узкой квантовой ямы *Si*_{0.16}*Ge*_{0.84}, *1.5 нм*. Разрешения аппаратуры не хватает, чтобы прописать эти слои полностью. Так же разрешения не хватает, чтобы прописать наличие δ-легированного слоя – Ge:B.



Рисунок 24 – зависимость концентрации Si в слоях



Рисунок 25 – зависимость концентрации Ge в слоях

Далее на рисунках 26 и 27 представлены результаты масс спектроскопии для нескольких слоев структуры № 505: { $Si_{0.2}Ge_{0.8}$, 12.9 нм, Ge, 7.2 нм, $Si_{0.2}Ge_{0.8}$, 1.3 нм, Ge, δ -легированный акцепторами, 4.5 нм: 6 ×10¹¹ см⁻²}×40



Рисунок 27 – Зависимость концентрации Si в слоях структуры № 505.

Наличие на зависимостях (рисунки 26 и 27) небольших минимумов в концентрации германия в Ge-слоях как и в случае структуры № 303 отражают плохо разрешенную прибором узкую квантовую яму Si_{0.2}Ge_{0.8} толщиной 1.3 нм. Наличие δ-легированного слоя так же не может быть разрешено прибором.

Проведенные измерения параметров наноструктур методом масс спектроскопии вторичных ионов показывают, что выращенные в ИФМ РАН структуры обладают заданными технологически параметрами и соответствуют требуемому качеству.

Метод масс спектроскопии дает информацию о составе исследуемых материалов, но не дает информации о числе дефектов, влияющих на оптические свойства наноструктур. Для анализа числа дефектов в наноструктурах на двух из выращенных структур (№ 303, 505) проведены измерения спектра межзонной люминесценции. Эта работа выполнена в ИАПУ ДВО РАН с использованием уникальной научной установки «Лазерные методы исследования конденсированных сред, биологических объектов и мониторинга окружающей среды» (УСУ ЛаМИ). Акт о работах в Приложение 6. Спектр межзонной фотолюминесценции представлен на рисунке 28.



Рисунок 28 – спектры межзонной люминесценции кремний-германиевых наноструктур № 303 и № 505.

Как видно из рисунков сигнал фотолюминесценции в структурах имеет различную форму. Структуры № 505, выращенной на релаксированном буфере Si_{0.1}Ge_{0.9}/Si(001), служащий для релаксации упругих напряжений, и сигнал люминесценции которой имеет сложную форму, содер-

жащую вклады излучения чистого германия (диапазон 1500 – 1700 нм). Сигнал фотолюминесценции в районе 2000 нм связан с излучением дефектов в релаксированном буфере. Структура № 303 выращена на германиевой подложке, и содержит толстые германиевые слои. Но в сигнале спонтанного излучения не присутствует вклад чистого германия, что говорит о наличие оптически активных дефектов, дающих основной вклад в сигнал фотолюминесценции структуры.
V. СОЗДАНИЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО МОДУЛЯ ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ МЕТО-ДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА

В данном разделе производится описание собранного модуля, помещаемого в оптический криостат, который позволяет осуществлять фиксацию исследуемого кристаллического образца и оказывать одноосную деформацию в различных кристаллографических направлениях внутри оптического криостата в процессе различного рода экспериментов. В рамках настоящего проекта модуль предназначен для использования в измерениях методом пробного импульса временных характеристик релаксационных процессов в легированных мелкими примесными центрами образцах кремния и германия в условиях их одноосного сжатия. Эскизно-конструкторская документация криогенного модуля представлена в Приложение 7. На рисунке 29 представлено трехмерное изображение общего вида модуля в сборе.



Рисунок 29 – Модуль давления в сборе, помещаемый в оптический криостат

Модуль обладает достаточно компактными размерами, что удовлетворяет требованию возможности его размещения внутри оптического криостата. На строящейся в рамках настоящего проекта установке на базе ЛСЭ в Новосибирске будет использоваться криостат фирмы Janis. Он позволяет осуществлять одноосную деформацию исследуемых кристаллов в широком диапазоне давлений и фиксировать давление, оказываемое на образец, на время, необходимое для проведения эксперимента. Давление на исследуемый образец осуществляется посредством упругого элемента, входящего в состав деформационного модуля, и регулируется вручную с помощью регулировочного винта.



Рисунок 30 – Схема оптического криостата Janis, который будет использован на строящейся станции по измерению времен быстропротекающих процессов на базе ЛСЭ в Новосибирске.

Модуль удовлетворяет всем требованиям, необходимым для проведения спектральных измерений, измерений спонтанного и стимулированного излучения и измерений методом пробного импульса (pump-probe метод).

Собранный модуль апробирован в ходе работ данного этапа в измерениях временной динамики релаксации неравновесных состояний мелких доноров и акцепторов в однооснодеформированном кремнии, проведенных в Наймегене (Нидерланды) с использованием излучения ЛСЭ FELIX. Результаты данных работ с использованием собранного модуля давления получены впервые в мире, следовательно, являются уникальными (см. раздел VI).

VI. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ РЕЛАКСАЦИИ НЕ-РАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ МЕЛКИХ ДОНОРОВ И АКЦЕПТОРОВ В ОД-НООСНО-ДЕФОРМИРОВАННОМ КРЕМНИИ

В данном разделе проводится описание работ по измерениям времен релаксации возбужденных состояний примесных центров в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса (pump-probe) и кинетики ТГц фотолюминесценции кремниевых образцов при межзонном возбуждении. Pump-probe измерения проводились с использованием лазера на свободных электронах в Нидерландах (FELIX), измерения кинетики фотолюминесценции в Институте прикладной физики РАН (ИПФ РАН, Нижний Новгород) с использованием уникальной научной установки «Фемтосекундный лазерный комплекс PEARL». Акты о соответствующих работах представлены в Приложение 8 и Приложение 9. Методика измерений релаксационной динамики неравновесных примесных состояний методом пробного импульса представлена в Приложение 10.

Измерения методом пробного импульса

Для измерения динамики релаксации доноров при оптическом возбуждении была применена методика пробного импульса (pump-probe). В соответствии с техническим заданием были проведены измерения на деформированном кремнии, легированном донорами (висмут) и акцепторами (бор). Образец помещался в специально разработанный модуль, позволяющий прикладывать одноосное давление к образцу (см. предыдущий раздел отчета). Калибровка величины давления осуществлялась с помощью анализа спектров, снятых с помощью метода Фурье спектроскопии. На рисунке 31 продемонстрирован спектр поглощения кремния, легированного висмутом при температуре вблизи 6 К как в случае деформации вдоль [001], так и в случае ее отсутствия. Используя данные о расщеплении уровня 2p₀ в условиях деформации, можно заключить, что в случае, изображенном на рисунке, величина прикладываемого давления равняется 100 бар. Следует отметить, что наблюдаемое уширение линий в спектре деформированного кремня связано с наличием неоднородности давления в образце, ведущее к вариации положения основного состояния, однако не сказывающееся на возбужденных состояниях.



Рисунок 31 – Спектр поглощения донорами Ві в Si в случае деформированного образца (сверху) и отсутствия деформации (снизу).

Для быстрой (хотя и более грубой) калибровки можно также использовать сканирование длины волны возбуждения ЛСЭ (см. рисунок 32)



Рисунок 32 – Спектр поглощения излучения ЛСЭ в образце Si:Bi. Длина волны выражена в мкм.

Спектр излучения ЛСЭ для фиксированного положения центральной линии представлен на рисунке 33. Ширина линии излучения определяется длительностью импульса излучения ЛСЭ.





Рисунок 33 – Спектр излучения ЛСЭ для фиксированного положения центральной линии (слева) и конфигурацию образца, оси давления, вектора поля волны накачки и зондирующего излучения (справа).

Рисунок 34 демонстрирует типичный интерфейс программы записи данных измерений.



Рисунок 34 – Интерфейс программы измерений, иллюстрирующий pump-probe сигнал.

Ниже рисунок 35 демонстрирует результаты измерений динамики релаксации доноров висмута при возбуждении на длине волны 17.5 микрон, что соответствует энергии фотовозбужденного электрона на дне зоны проводимости при различных уровнях мощности импульса накачки. Характерное время спада сигнала "pump-probe" составляет порядка 200 пс.



Рисунок 35 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 17.5 мкм при давлении 100 бар.

Рисунок 36 демонстрирует результаты измерений динамики релаксации доноров висмута при возбуждении на длине волны 19.2 микрон, что соответствует переходу в высоковозбужденные состояния. Следует отметить заметное уменьшение времени отклика при снижении мощности возбуждения. Короткое время релаксации можно связать с тем фактом, что при давлении порядка 100 бар одна из компонент уровня 2p+/- входит в резонанс с оптическим фононом (g-LO). Повышение мощности возбуждения приводит к перебросу носителей заряда в зону проводимости, что ограничивает последующую релаксацию скоростью захвата и дает время порядка 200 пс.



Рисунок 36 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 19.2 мкм при давлении 100 бар.

Рисунки 37 и 38 представляют сигналы для длин волны возбуждения 20.5 и 21.1 микрон, соответствующую переходу в верхнюю и нижнюю компоненты уровня 2p₀. Аналогично предыдущему случаю, с тем отличием, что за быстрый процесс связан с излучением оптического фонона TO-f.



Рисунок 37 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 20.5 мкм при давлении 100 бар.



Рисунок 38 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 21.1 мкм при давлении 100 бар.

На Рисунке 39 показаны зависимости сигналов для повышенной температуры. Как видно, повышение температуры ведет к повышению времени релаксации, что связано с выбросом носителей заряда в зону проводимости.



Рисунок 39 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi на длине волны 20.5 мкм при различных повышенных значениях температуры. Величина давления 100 бар.

Ниже приведены данные по измерению времен релаксации для величины одноосного давления около 800 бар. При таком давлении нижние компоненты уровней 2p0 и 2p+/- выходят из резонанса с оптическими фононами. Рисунок 40 демонстрирует результаты измерений динамики релаксации доноров висмута при возбуждении на длине волны 17.5 микрон, что соответствует энергии фотовозбужденного электрона на дне зоны проводимости при различных уровнях мощности импульса накачки. Характерное время спада сигнала "pump-probe" составляет порядка 200-300 пс.



Рисунок 40 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 17.5 мкм при давлении 800 бар.



Рисунок 41 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 19.4 мкм при давлении 800 бар.



Рисунок 42 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 21.15 мкм при давлении 800 бар.



Рисунок 43 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных значениях температуры на длине волны 21.15 мкм при давлении 800 бар.

На рисунке 44 показаны характерные кривые, показывающие динамику релаксации при возбуждении нижней компоненты уровня 2p₀. Удлинение времени жизни вызвано значительной отстройкой от резонанса с оптическими фононами.



Рисунок 44 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 22.4 мкм при давлении 800 бар.

На рисунке 45 продемонстрирован спектр поглощения кремния, легированного акцептором (бором) при температуре вблизи 6 К как в случае деформации вдоль [001], так и в случае ее отсутствия. Смещение (расщепление) линий соответствует давлению порядка 1 кбар.

Рисунок 46 демонстрирует типичный сигнал для возбуждения валентной зоны (ионизация акцептора). Время релаксации соответствует величине порядка 250-300 пс, что согласуется с известными экспериментами и оценками по недеформированному кремнию, легированному акцепторами при близких концентрациях и компенсациях.



Рисунок 45– Спектр поглощения акцепторами бора (В) в Si в случае деформированного образца (черным) и отсутствия деформации (красным).



Рисунок 46 – Ратр-ргове сигнал в Si:В при накачке в валентную зону при давлении 1000 бар.

Наибольший интерес вызывают дискретные линии. Так, линия «4» в недеформированном кремнии, легированном бором является верхним лазерным уровнем с типичным временем порядка 30-50 пс. На рисунках 47 и 48 показаны сигналы при возбуждении наисильнейшей компоненты линии «4» на длинах волн 30.3 и 30.4 микрон. Как показал эксперимент, не наблюдается значительного увеличения времени релаксации и времена находятся в диапазоне близком к случаю недефомированного кремния (менее 100 пс).



Рисунок 47 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при накачке в линию «4» на длине волны 30.3 мкм.



Рисунок 48 – Ратр-ргове сигнал в Si:Вi при накачке в линию «4» на длине волны 30.4 мкм.

На рисунке 49 показаны отклики при возбуждении в окрестности линии «2» с коротковолновой стороны. Как видно, наблюдаются отрицательные отклики, что связано с отстройкой от линии поглощения.



Рисунок 49 – Ратр-ргове сигнал в Si:В при накачке в линию «2» на длине волны 36.6 мкм.



Рисунок 50 – Ратр-ргове сигнал в Si:В при накачке в линию «2» на длине волны 36.7 мкм.



Рисунок 51 – Ратр-ргове сигнал в Si:В при накачке в линию «2» на длине волны 36.8 мкм при 8° К.

Динамика релаксации при межзонном возбуждении по измерению кинетики внутрицентровой фотолюминесценции доноров в кремнии.

Измерение кинетики фотолюминесценции в ТГц диапазоне частот при межзонном возбуждении среды дает новые знания о физике неравновесных состояний мелких примесных центров в кремнии, а именно о кинетике экситонного возбуждения доноров. Такой результат так же получен впервые.

Измерения проводились в условиях охлаждения жидким гелием с использованием уникальной научной установки PEARL в ИПФ РАН. Так как в оптическом криостате уровень фонового сигнала достаточно велик в терагерцовой области частот, то использовалась криогенная вставка, погружаемая в транспортный сосуд Дьюара. Нижняя часть вставки на длине порядка 30 см была выложена поглотителем для уменьшения непрямого хода фонового излучения. В качестве приемника использовался детектор на основе германия, легированного галлием (фотосопротивление). Детектор находился вне прямого пути излучения возбуждения и закрывался фильтрами. Средний ИК диапазон был исключен использованием фильтра на основе пластинки сапфира толщиной 1 мм. Фильтром видимого и ближнего ИК диапазона служил черный полиэтилен толщиной 100 микрон. Дополнительный детектор, находящийся под образцом, использовался для настройки. Возбуждение производилось излучением на длинах волн 1500-2000 нм. Обнаружено, что сигнал представляет собой импульс с длительностью, зависящей от длины волны возбуждения. Первая (быстрая) часть сигнала (в пределах быстродействия принимающей аппаратуры) возникает благодаря остаточному просачиванию излучения накачки через фильтры. Вторая и более медленная компонента связана с образованием и временем жизни связанного с примесным центром экситона и составляет порядка 2 микросекунд. Если быстрая компонента существует при практически любых длинах волн возбуждения, то медленная компонента соответствует наиболее оптимальным длинам волн возбуждения, при которых оптическая толщина кремния близка к толщине исследуемого образца, что способствует максимальному вовлечению доноров в образование связанных экситонов и последующее терагерцовое излучение на внутрицентровых переходах.

На рисунке 52 представлен трехмерный график, представляющий собой спектр межзонной фотолюминесценции с временным разрешением (быстрая часть сигнала).



Рисунок 52 – Спектр с временным разрешением межзонной фотолюминесценции в Si:Р при межзонном возбуждении

Межзонная фотолюминесценция кремния, легированного фосфором, при слабом уровне возбуждения! (связанный на доноре экситон). При увеличении мощности время отклика заметно возрастает и уходит в единицы микросекунд.

Кинетика на длине волны 1150 нм (соответствует положению линии связанного экситона).

Ниже на рисунке 53 изображен трехмерный график, иллюстрирующий зависимость кинетики фотолюминесценции в ТГц диапазоне от длины волны возбуждения. Сишгал ТГц люминесценции содержит вклады «внутриэкситонного» и внутрицентрового излучения. Далее на рисунках ... – ... для большей детализации изображены сигналы спонтанного излучения в ТГц диапазоне для различных длин волн возбуждения.



Рисунок 53 – Спектр с временным разрешением ТГц фотолюминесценции при межзонном возбуждении

Рисунок 54 демонстрирует временной отклик в случае длины волны возбуждения 950 нм для нескольких величин падающей мощности.



Рисунок 54 – Сигнал фотолюминесценции при межзонном возбуждении. Содержит межзонные переходы (короткая часть) и излучение в ТГц диапазоне (длинная часть).



Рисунок 55 – Сигнал фотолюминесценции в ТГц диапазоне при возбуждении излучением с длиной волны 900 нм.



Рисунок 56 – Сигнал фотолюминесценции в ТГц диапазоне при возбуждении излучением с длиной волны 1150 нм.

Проведенные измерения по кинетике фотолюминесценции при межзонном возбуждении являются уникальными и демонстрируют возможность экситонного возбуждения примесных центов в кремнии. Это является очень важным результатом в физике неравновесных состояний примесных центров в кремниевом кристалле, и, возможно, в дальнейшем будет иметь практические приложения.

VII. ОТЧЕТ О ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ НАУКИ ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК

УДК 538.9; 535-14; 53.082.534; 53.096 № госрегистрации 114120240018

> УТВЕРЖДАЮ ВРИО директора ИФМ РАН д-р физ.-мат.наук, профессор В.И. Гавриленко

«___»_____Г.

ОТЧЕТ

О ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ

В рамках федеральной целевой «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014 – 2020 годы»

Соглашение от <u>17.09.2014</u> г. № <u>14.616.21.0008</u>

по теме: КВАНТОВЫЙ ГЕНЕРАТОР (ЛАЗЕР) ТЕРАГЕРЦОВОГО ДИАПАЗОНА ЧАСТОТ НА ОСНОВЕ ДЕФОРМИРОВАННОГО КРЕМНИЯ, ЛЕГИРОВАННОГО МАГНИЕМ

(промежуточный, этап № 3)

Руководитель проекта, д.ф.-м.н.

В.Н. Шастин подпись, дата

Нижний Новгород 2015

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель проекта:

доктор физико- математических наук, ведущий научный сотрудник	подпись, дата	Шастин В. Н. (приложение А, заклю- чение)
Исполнители :		
кандидат физико- математических наук, без уче- ного звания	подпись, дата	Цыпленков В. В. (основная часть, за- ключение)
кандидат физико- математических наук, без уче- ного звания	подпись, дата	Ковалевский К.А. (отчет о патентных исследованиях)
кандидат физико- математических наук, без уче- ного звания	подпись, дата	Жукавин Р. Х. (общие данные об объ- екте исследования)
Главный специалист Государ- ственного бюджетного образо- вательного учреждения допол- нительного профессионально- го образования «Нижегород- ский научно-информационный центр»	подпись, дата	Покровская Т.Н. (отчет о патентных исследованиях)

СОДЕРЖАНИЕ

Перечень сокращений, условных обозначений, символов, единиц, терминов	4
Общие данные об объекте исследования	5
Аналитическая часть отчета о патентных исследованиях	7
Заключение	17
Список использованных источников	19
Приложение А. Задание на проведение патентных исследований	20
Приложение Б Регламент поиска	22
Приложение В Отчет о поиске	25
Приложение Г Рефераты к патентам, отобранным в процессе поиска	29

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ, УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, СИМВОЛОВ, ЕДИНИЦ, ТЕРМИНОВ

В данном отчете о патентных исследованиях используются следующие сокращения, условные обозначения, символы, единицы и термины:

ТГц – терагерц

мкм – микрометр

см. – смотри

мэВ – миллиэлектронвольт

кбар – килобар

мм – миллиметр

pump probe – метод исследования «накачка-зондирование», заключающийся в использовании двух сигналов, разделенных во времени. Первый, мощный импульс осуществляет накачку изучаемого объекта, а второй, слабый используется для его исследования.

US – Соединенные штаты Америки.

RU – Российская федерация.

МПК (МКИ) – международная патентная классификация (между-

народная классификация изобретений);

НКИ – национальная классификация изобретений;

НТИ – научно-техническая информация;

ГС – гармонизированная система (гармонизированная товарная

номенклатура);

СМТК – стандартная международная торговая классификация ООН;

БТН – Брюссельская таможенная номенклатура;

УДК – универсальная десятичная классификация;

ПИ – патентные исследования;

ТУ – технические условия;

ПФ – патентный формуляр.

ЕПО – Европейская патентная организация

WO – Международный патент.

WIPO, ВОИС - Всемирная организация интеллектуальной собственности

ВИНИТИ – Всероссийский институт научной и технической информации

МЦНТИ – Международный центр научной и технической информации

ЦИТиС – Федеральное государственное научное учреждение «Центр информационных технологий и систем органов исполнительной

власти»

ПМ – полезные модели.

АС – авторское свидетельство.

ОБЩИЕ ДАННЫЕ ОБ ОБЪЕКТЕ ИССЛЕДОВАНИЯ Источник терагерцового лазерного излучения на основе кремния

На предыдущем этапе исследования было установлено, что освоение терагерцового (ТГц) диапазона частот – одно из наиболее стремительно развивающихся направлений современной прикладной физики. Интерес к данному направлению обусловлен перспективами широких практических приложений ТГц излучения. Электромагнитные волны терагерцового диапазона отражаются металлами, но они проникают через пластмассы, бумагу, сухую древесину и любые мутные среды и мелкодисперсные материалы из-за резкого подавления рэлеевского рассеяния ($\propto 1/\lambda^4$). В терагерцовом диапазоне лежат вращательные спектры многих органических молекул, включая колебания биологически важных коллективных мод ДНК и белков, а также фононные резонансы кристаллических решеток, что позволяет развивать новые методы спектроскопии биологических и полупроводниковых структур. Отраженные, поглощенные в среде или прошедшие сквозь нее терагерцовые волны несут в себе богатейшую информацию об объекте. Все это определяет потенциально широкий спектр применения этого излучения. С помощью терагерцового излучения можно управлять химическими реакциями и манипулировать электронными состояниями в квантовых ямах. В отличие от рентгена ТГц излучение не опасно, поскольку не производит ионизацию среды и повреждение биомолекул, что позволяет проводить безвредную для человека диагностику, в том числе раковых опухолей, глубины и степени ожогов. Перспективны такие применения ТГц излучения, как беспроводная коммуникация компьютеров и периферийных устройств внутри зданий, разработка систем безопасности на основе терагерцового видения и др.

В последнее время существует устойчивый интерес к созданию ТГц лазеров на основе кремния или кремнийсодержащих материалов, так как он обладает малым коэффициентом решеточного поглощения в указанном диапазоне и, кроме того, существует возможность использования развитой кремниевой технологии, включающей в себя легирование и контроль. Также одним из преимуществ является дешевизна кремния и кремнийсодержащих материалов

Объектом исследования является лазер, включающий в себя активную среду на основе монокристалла кремния, легированного магнием, резонатора для излучения терагерцового диапазона частот, источника накачки, охладителя, модуля давления.

Область применения данного вида лазеров: медицина, радиоастрономия, безопасность, а именно поиск неметаллических взрывчатых веществ.

Предлагается использовать в качестве активной среды кремний, легированный магнием при одноосной деформации. Использование магния в качестве легирующей примеси позволяет увеличить энергетический зазор между нижним рабочим состоянием и основным состоянием, а прило-

49

жение одноосной деформации позволит таким образом подобрать этот зазор, чтобы он совпал по величине с величиной оптического фонона в кремнии, что должно привести к быстрой релаксации нижнего рабочего уровня. С учетом удлинения времени жизни верхнего уровня при одноосной деформации должны вырасти выходная мощность и уменьшиться пороговая мощность накачки.

В настоящее время перед исследователями поставлена проблема выбора нужных параметров кристалла, включающих тип полупроводника, уровень концентрации доноров магния, уровня остаточных примесей, как доноров, так и акцепторов, выборе кристаллографических осей кристалла, подготовки (резка и полировка), а также выборе внешних параметров, таких как, температура, величина давления, источник накачки. В результате должен быть реализован источник когерентного излучения (лазер, квантовый генератор) в терагерцовом диапазоне на основе кремния с низкой пороговой мощностью (мене 100 ватт на квадратный сантиметр) и выходной мощностью порядка ватта.

АНАЛИТИЧЕСКАЯ ЧАСТЬ ОТЧЕТА О ПАТЕНТНЫХ ИССЛЕДОВАНИЯХ (Технический уровень и тенденции развития)

Проведены патентные исследования в соответствии с ГОСТ Р 15.011-96 «Система разработки и постановки продукции на производство. Патентные исследования. Содержание и порядок проведения» по теме «Источник терагерцового лазерного излучения на основе кремния», целью которых на третьем этапе было проведение дополнительного патентного исследования с целью определения уровня техники в данной области, результаты которого будут использованы при подготовке заявки для патентования технического решения в качестве изобретения и выявления возможных препятствий для патентования.

Содержание патентных исследований определено регламентом поиска. Наиболее близкие по назначению, конструктивному исполнению и достигаемому результату, отобранные для последующего более глубокого анализа патенты приведены в таблице В.6 в Приложении В «Отчета о патентных исследованиях», а их рефераты – в приложении Г.

Анализ патентов показал следующие результаты.

Проанализированные патенты можно разделить на несколько групп. В первую группу входят источники/детекторы терагерцового излучения с оптическим возбуждением импульсными лазерами (как правило, фемтосекундными), причем длительность импульса излучения определяется временами релаксации среды. Достоинством таких источников является работа при комнатной температуре, а среди недостатков – достаточно сложная и дорогая система накачки.

В патенте на полезную модель 130095 (RU) «Источник терагерцового излучения» представлен источник терагерцового излучения на основе лазера с генерацией фемтосекундных импульсов и оптико-терагерцового преобразователя, содержащего последовательно расположенные со стороны воздействия лазерного пучка прозрачную к нему гиперполусферическую терагерцовую линзу и чувствительный к фемтосекундным лазерным импульсам рабочий полупроводниковый слой с возможностью возбуждения в нем приповерхностных всплесков фототока, приводящих к широкополосному терагерцовому излучению по схеме на отражение, и снабженного размещенным с его обратной стороны экраном, отражающим терагерцовое излучение. отличающийся Экран оптико-терагерцового преобразователя выполнен в виде подложки из высоколегированного полупроводника с плазменной частотой, многократно, предпочтительно в пределах интервала 10-30 раз, превышающей частоту вырабатываемого терагерцового излучения, а рабочий полупроводниковый слой сформирован на буферном подслое нелегированного полупроводника, имеющем микроструктуру, снижающую искажения формирования решетки указанного рабочего слоя, и нанесенном на поверхность упомянутой подложки.

51

В зависимых пунктах конкретизируется, что по порядку расположения в конструкции оптико-терагерцового преобразователя гиперполусферическая терагерцовая линза выполнена из сапфира или MgO, рабочий полупроводниковый слой - из InAs толщиной 500 нм, буферный подслой из нелегированного GaSb толщиной 200 нм и экран - из GaSb с концентрацией легирования теллуром 10^{18} см⁻³ толщиной 500 мкм. Гиперполусферическая терагерцовая линза выполнена в виде полусферы - рабочей части, сопряженной с цилиндром - тыльной частью, имеющим длину 1 ц=0,18R_{П/Сф} и радиус, равный радиусу полусферы R_{П/Сф}. Буферный подслой оптико-терагерцового преобразователя выполнен одинарным или состоящим из нескольких слоев в зависимости от подбора материалов рабочего полупроводникового слоя и экрана.

В патенте на изобретение № 2448399 (RU) «Способ детектирования электромагнитных волн в терагерцовом диапазоне и устройство для его осуществления» предложен способ детектирования электромагнитных волн в терагерцовом диапазоне, заключающийся в направлении потока измеряемого терагерцового излучения из источника терагерцового излучения одновременно с потоком оптического излучения накачки из источника оптической накачки на заданной длине волны на нелинейно-оптический кристалл для параметрического смешения частот падающих волн указанных излучений и формирования на выходе указанного кристалла сигнального оптического излучения на новых частотах, смещенных относительно частоты накачки, которое выделяют путем фильтрации на поляризационной призме шумового оптического излучения других частот, направлений и поляризаций, отличных от частоты, направления и поляризации сигнального излучения, сопряженного пространственно, спектрально и по поляризации с измеряемым терагерцовым излучением, а затем подают выделенное сигнальное оптическое излучение или отдельные моды этого излучения на фотодетектор для измерения в относительных единицах мощности выделенного сигнального излучения при открытом затворе, при котором осуществляют излучение измеряемого терагерцового излучения, и при закрытом затворе, при котором полностью перекрывают измеряемое терагерцовое излучение.

В зависимом пункте формулы конкретизируют, что при смещении в сторону уменьшения частоты частоту сигнального излучения ω_c определяются условием $\omega_c = \omega_{H} \cdot \Omega_{TTu}$, а при смещении в сторону увеличения частоты частоту сигнального излучения ω_{ac} определяют условием $\omega_c = \omega_{H} \cdot \Omega_{TTu}$, где Ω_{TTu} - частоты спектральных компонент терагерцового излучения, ω_{H} - частоты излучения накачки.

В указанном патенте заявлено устройство детектирования электромагнитных волн в терагерцовом диапазоне, характеризующееся тем, что включает в себя источник оптической накачки для

52

формирования на выходе когерентного квазимонохроматического направленного поляризованного излучения оптической частоты, источник терагерцового излучения, нелинейный кристаллпреобразователь, предназначенный для приема совмещенных потоков когерентного квазимонохроматического направленного поляризованного излучения оптической частоты и измеряемого терагерцового излучения и формирования на выходе указанного кристалла сигнального оптического излучения на новых частотах, смещенных относительно частоты накачки, затвор, расположенный на пути прохождения потока терагерцового излучения для пропуска этого потока и полного перекрытия потока измеряемого терагерцового излучения, блок оптической селекции сигнального излучения для частотной, пространственной и поляризационной селекции сигнального излучения, сопряженного по частоте и направлению с измеряемым терагерцовым излучением, подаваемого в блок фотоэлектронной регистрации сигнального излучения, электрически сопряженный с модулятором излучения накачки, а также компьютеризированное средство для синхронизации работы компонентов устройства и расчета спектральной яркоети по показаниям блока фотоэлектронной регистрации сигнального излучения по закрытом положениях затвора.

В зависимых пунктах конкретизировано, что источник оптической накачки включает в себя импульсный лазер, кристалл-удвоитель частоты, обеспечивающий излучение накачки на заданной длине волны видимого диапазона спектра, зеркала, фокусирующую линзу, модулятор, пластинку поворота плоскости поляризации и поляризационную призму. Источник терагерцового излучения включает в себя два внецентровых параболических зеркала и генератор терагерцового излучения, состоящий из импульсного лазерного источника, служащего накачкой для нелинейного кристаллагенератора, фокусирующей линзы и нелинейного кристалла-генератора, в котором терагерцовое излучение генерируют за счет эффекта параметрического смешения частотных компонент импульсного лазерного источника. Нелинейно-оптический кристалл представляет собой периодически поляризованный ориентированный нелинейно-оптический элемент, выполненный из нелинейно-оптического кристалла, поддерживаемый при фиксированной температуре в диапазоне комнатных температур. Блок оптической селекции сигнального излучения включает в себя поляризационную призму, фокусирующую линзу и спектрально-селектирующий прибор. Блок фотоэлектронной регистрации сигнального излучения состоит из фотодетектора и электронной части для обработки зарегистрированных сигналов сигнального излучения, включающей фотоэлектронный умножитель и блок синхронного детектирования, электрически сопряженный с модулятором блока излучения накачки.

В патенте на изобретение № 2522798 (RU) «Оптико-терагерцовый преобразователь» представлен оптико-терагерцовый преобразователь, содержащий рабочий полупроводниковый слой, чувствительный к фемтосекундным лазерным импульсам с возможностью обеспечения приповерхностных всплесков фототока, приводящих к широкополосному терагерцовому излучению по схеме на прохождение с поглощением указанным рабочим полупроводниковым слоем лазерных импульсов, и размещенную на выходе вырабатываемого терагерцового излучения гиперполусферическую терагерцовую линзу, а также снабженный средством экранирования распространения вырабатываемого терагерцового излучения в направлениях навстречу воздействию лазерного пучка. Упомянутое средство экранирования представляет собой экран, выполненный из материала, прозрачного к лазерному пучку и отражающего вырабатываемое терагерцовое излучение, и расположенный со стороны воздействия лазерного пучка с возможностью пропускания последнего сквозь него.

В зависимом пункте указано, что экран терагерцового излучения выполнен в виде полупроводниковой подложки с плазменной частотой прозрачного к лазерному пучку материала подложки, в 10-30 раз превышающей частоту генерируемого терагерцового излучения, например из GaP с концентрацией легирования теллуром 10¹⁸ см⁻³, толщиной, задаваемой технологическими и прочностными условиями, определяющими величину от 100 микрометров до нескольких миллиметров, с нанесенным на нее рабочим полупроводниковым слоем, например слоем InAs толщиной 500 нм, и к последнему прилегает гиперполусферическая терагерцовая линза, выполненная, например, из **кремния**.

Во второй группе представлены патенты на источники, использующие в качестве активного элемента p-n переход с заключенными в нем примесями или иными включениями. Преимуществом такого источника видится его компактность и отсутствие оптической накачки. Однако, степень успешности его реализации пока что находится под вопросом.

В патенте на полезную модель № 117044 (RU) «Светоизлучающий элемент» представлен светоизлучающий элемент, содержащий слои кремния р- и п-типа, между которыми в области его р-п перехода заключен активный слой из полупроводника, включающего нанокристаллиты ^β-FeSi₂, встроенные в монокристаллический нелегированный кремний. В активном слое использованы нанокристаллиты ^β-FeSi₂ с размерами от 20 до 40 нм, которые размещены слоем, равноудаленным от границ активного слоя толщиной 200-400 нм, выполненного из нелегированного кремния.

В патенте на полезную модель № 120287 (RU) «Светоизлучающий элемент» представлен светоизлучающий элемент, содержащий слои кремния р- и п-типа, между которыми в области его р-п-перехода заключен активный слой из полупроводника, включающего нанокристаллиты ^β.

FeSi₂, встроенные в монокристаллический нелегированный кремний. Активный слой насыщен нанокристаллитами ^β-FeSi₂ с размерами от 20 до 40 нм.

К третьей группе можно отнести патенты, где в качестве активной среды выступают ионы эрбия в кремниевой структуре. К плюсам этого изобретения можно отнести использование как иона эрбия, дающего излучение на частотах, используемых в телекоммуникациях, так и попытку интеграции с кремниевой электроникой. Однако, насколько известно на данном этапе не удалось создать усилитель/лазер с использованием кремния в этом диапазоне.

В патенте на изобретение № 2362243 (RU) «Способ формирования полупроводниковой кремниевой наноструктуры для лазера с оптической накачкой и оптический усилитель на ее основе» в первом независимом пункте запатентован <u>способ формирования активной среды</u> для лазера с оптической накачкой и оптического усилителя на ее основе, в котором активная среда формируется на кремниевой подложке путем последовательного нанесения слоев диоксида кремния и окиси кремния, причем последние после термического отжига в атмосфере азота трансформируются в плотные слои нанокристаллов кремния, а в слои диоксида кремния имплантируют ионы эрбия, после чего вновь производят термический отжиг сформированной полупроводниковой кремниевой наноструктуры.

Также запатентован лазер с оптической накачкой, в котором, в качестве активной среды для генерации когерентного оптического излучения, используют активную среду, сформированную в соответствии с п.1.

В зависимом пункте конкретизируют, что лазер с оптической накачкой выполнен так, что его можно интегрировать на единой кремниевой подложке с другими устройствами микроэлектроники.

Также запатентован оптический усилитель с оптической накачкой в котором в качестве активной среды для усиления когерентного оптического излучения используют активную среду, сформированную в соответствии с п.1.

В зависимом пункте конкретизировано, что оптический усилитель с оптической накачкой можно интегрировать на единой кремниевой подложке с другими устройствами микроэлектроники.

Еще одна группа, это мазеры на основе ионов магнитных примесей в кристаллах в магнитном поле при оптической накачке. Подобные источники были получены еще на заре открытия лазеров/мазеров, однако, несмотря на это, продвижение в более высокочастотную область практиче-

55

ски невозможна. И связано это с необходимостью приложения достаточно больших магнитных полей, то есть наличия громоздких конструкций.

В патенте на изобретение № 2523744 (RU) «Активный материал для мазера с оптической накачкой и мазер с оптической накачкой» предлагается:

- активный материал для мазера с оптической накачкой, состоящий из кристалла карбида кремния, содержащего парамагнитные вакансионные дефекты. В зависимом пункте уточняется, что кристалл карбида кремния представляет собой нанокристалл.

- мазер с оптической накачкой, включающий генератор сверхвысокой частоты (СВЧ), циркулятор, магнит, между полюсами которого размещен резонатор со светопрозрачным окном, активный материал, помещенный внутрь резонатора, и источник импульсного или непрерывного света, оптически связанный через светопрозрачное окно резонатора с активным материалом, при этом выход генератора СВЧ соединен коаксиальным кабелем или волноводом с входом циркулятора, вход/выход которого подключен коаксиальным кабелем или волноводом к входу резонатора, а активный материал является кристаллом карбида кремния, содержащего парамагнитные вакансионные дефекты.

В патенте US 5291145 (США) представлена система для усиления слабых микроволновых сигналов (излучения), содержащая: твердотельный материал для усиления электромагнитных волн, имеющий энергетическую структуру, состоящую из трех или более спиновых подуровней; охлаждающее устройство для приведения указанного твердотельного материала до температуры 20К или меньше; накачка для изменения распределения населенности спиновых подуровней в указанном материале в диапазоне от теплового равновесия в состояние, отклоняющимся от теплового равновесия; источник магнитного поля для приложения статического магнитного поля к упомянутому твердотельному материалу; входное и выходное устройство для ввода и вывода электромагнитной волны. В качестве твердотельного материала предлагается использовать кремний монокристаллический, содержащий четыре вакансии в плоскости {110}.

В патенте указано, что накачка материала должна осуществляться излучением в диапазоне 0,6-2 микрон, предпочтительно 1,3 микрон. В качестве способа для создания необходимого материал указано, что может быть применены следующие способы создания в плоскости {110} четырех вакансий: облучение кремния высоко энергетическими электронными пучками, пучками быстрых нейтронов, ионными пучками. При этом вакансии являются стабильными до температур 180 градусов Цельсия и не аннигилируют. Данная система должна обладать парамагнитными свойствами по причине существования двух электронов с суммарным спином 1 (триплет). При облучении кристалла в магнитном поле возникает инверсия на уровнях Зеемана. При условии, что

56
напряженность магнитного поля и ориентация кристалла таковы, что разница между уровнями Зеемана с инверсным заселением совпадает с энергией кванта входной электромагнитной волны. происходит усиление и усиленная волна выходит через выходное устройство.

В патенте US 3678400 (США) представлен мазер с оптической накачкой, включающий генератор СВЧ, циркулятор, постоянный магнит и / или электромагнит, между полюсами которого установлен криостат с размещенным в нем резонатором со светопрозрачным окном, активный материал, помещенный внутрь резонатора и источник света, оптически связанный с активным материалом с кубической симметрией, селективно легированный примесными ионами, имеющими электронное основное состояние в идее мультиплета 2S1/2. Возбужденное состояние и ненулевой магнитный момент ядра. В качестве конкретных материалов авторы патента предлагают, в частности, сульфид цинка. Авторы предлагают использовать различные способы накачки, как с использованием резонансного поглощения, так и без него, что должно, по их мнению, влиять на эффективность. Активное вещество мазера предполагается охлаждать до 12 Кельвин.

Следующая группа – монополярные терагерцовые лазеры.

Исторически первыми появились германиевые лазеры в скрещенных электрическом и магнитном полях. Лазер на основе объемного p-Ge (патент US 5784397 A) представляет собой брусок из легированного галлием германия до концентраций 10^{14} см⁻³ с нанесенными электрическими контактами и помещенный в магнитное поле при криогенных температурах. Лазер позволяет получить стимулированное излучение вблизи 1.5 ТГц. Описан p-Ge лазер в конфигурации Фойгта (конфигурация направлений магнитного, электического полей и выходного пучка, когда они перпендикулярны друг другу) с использованием постоянного магнита. Это изобретение яляется улучшением первых p-Ge лазеров, использующих магниты на основе сверхпроводников. Хотя для работы и нужны сверхнизкие температуры, сам по себе жидкий гелий необязателен. Магнит изготавливается из соединения Nd₂ Fe₁₄ B. B качестве охладителя используется холодильник замкнутого цикла с температурой холодного пальца 4-10 градусов Кельвина. Заявлено об увеличенной частоте повторения импульсов по сравнению с изначальными версиями. Так как постоянный магнит может быть вырезан в любой форме, то данное изобретение позволяет создавать не только лазеры, но и усилители.

Однако, продвижение принципов, используемых в этих источниках (лазеры на горячих дырках в скрещенных электрическом и магнитном полях), оказалось невозможным в области частот более 4 ТГц, что объясняется особенностями колебаний решетки германия.

Позже появились квантово-каскадные лазеры (US5457709 A). Квантово-каскадные лазеры представляют собой искусственно созданные слоистые среды на основе полупроводников Al-GaAs\GaAs. Использование принципов, заложенных в этих лазерах, а именно многократное прохождение электронов через повторяющиеся активные слои и подбор дизайна позволяет получить длины волн генерации в различном диапазоне. Для терагерцового диапазона вблизи 5 ТГц применение квантово-каскадных лазеров становится затруднительно ввиду близости решеточного поглощения GaAs, что приводит к значительному снижению выходной мощности.

В патенте US 20060153262 A1 описан дизайн квантово-каскадного лазера для терагерцового диапазона. Лазер состоит из объемного слоя, контактных слоев, активного слоя, находящегося на одной из поверхностей подложки таким образом, что активный слой соединен с проводящим контактным слоем, а второй контакт находится на активном слое с противоположной стороны. Активный слой является сложной структурой имеющей 104 повторяющихся периода 104.9 толщиной из GaAs/Al_{0.15}Ga_{0.8}As. Каждый период содержит слои GaAs/Al_{0.15}Ga_{0.8}As, с толщиной слоя в нанометрах в каждом периоде: 4.3 Al_{0.15}Ga_{0.8}As/18.8 GaAs/0.8 Al_{0.15}Ga_{0.8}As/15.8 GaAs/0.6 Al_{0.15}Ga_{0.8}As/11.7 GaAs/2.5 Al_{0.15}Ga_{0.8}As/10.3 GaAs/2.9 Al_{0.15}Ga_{0.8}As/10.2 GaAs/3.0 Al_{0.15}Ga_{0.8}As/10.8 GaAs/3.3 Al_{0.15}Ga_{0.8}As/9.9 GaAs. Первые 7 слоев составляют сверхрешетку, заканчивающуюся тремя связанными квантовыми ямами, а остальные слои формируют инжектор. Слой толщиной 10.2 нм из GaAs легирован кремнием с концентрацией 4×10^{16} см⁻³. При определенном напряжении, две минизоны разделены 18 МэВ в каждом периоде, что соответствует частоте 4,4 ТГц. Подобный дизйн позволяет максимально близко подойти к диапазону 5-6 ТГц, однако мощность выходного излучения при этом весьма мала.

Для достижения генерации в терагерцовом диапазоне может быть использована схема, когда в лазере одновременно генерируются две длины волны в среднем ИК диапазоне, а терагерцовое излучение возникает при разностном процессе с использованием нелинейности (WO 2014018599 A1). При таком подходе можно изменением дизайна получить излучение и в диапазоне вблизи 5 ТГц, однако дизайн и технология для такого прибора становятся очень сложными, так как необходимо обеспечить генерацию двух частот в среднем ИК и избежать конкуренции. Кроме того, мощность выходного излучения оказывается очень малой, что определяется низкой эффективностью разностного процесса. В целом, для терагерцового диапазона вблизи 5 ТГц применение квантовокаскадных лазеров становится затруднительно ввиду близости решеточного поглощения GaAs, что приводит к значительному снижению выходной мощности.

Наиболее близко к предложенному изобретению находятся кремниевые лазеры с легированием мелкими примесями пятой группы. Лазеры на основе примесных переходов доноров пятой

группы в кремнии (статья в научном журнале. The Physical Principles Of Terahertz Silicon Lasers Based On Intracenter Transitions, Pavlov S.G., Hübers H.-W., Zhukavin R.K., Shastin V.N., Physica Status Solidi (B): Basic Solid State Physics, том 250, с. 9-36, (2013)) позволяют получить генерацию частотах вблизи 5 ТГц благодаря тому, что решеточное поглощение кремния в терагерцовом диапазоне чрезвычайно мало. Принцип действия этих лазеров основан на определенной зависимости времени релаксации электронов в легированном кремнии при низких температурах от величины энергетического зазора между уровнями энергии в примесных центрах. В случае доноров пятой группы можно найти пару уровней в спектре донора, когда при оптическом возбуждении верхний из этой пары уровней будет заселен сильнее. Для атомов фосфора и сурьмы таким уровнем оказывается уровень $2p_0$, а для мышьяка и висмута – $2p_{\pm}$. Нижним рабочим уровнем в обоих случаях служат уровни 1s(E, T₂). Как правило, такие лазеры обладают довольно высоким порогом генерации (десятки киловатт). Для снижения порогов можно воспользоваться одноосной деформацией кристалла кремния и снизить порог. Действие деформации основано на снижении вероятности релаксации, снижении потерь и перераспределению электронов в пользу одной из трех пар долин в кремнии. Тем не менее, относительная близость времен релаксации в таких средах, а также малый энергетический зазор между основным уровнем примеси и нижними рабочими состояниями, приводит к необходимости использования достаточно высоких плотностей мощности (сотни ватт единицы киловатт).

Предлагается использовать в качестве активной среды кремний, легированный магнием при одноосной деформации. Использование магния в качестве легирующей примеси позволяет увеличить энергетический зазор между нижним рабочим состоянием и основным состоянием, а приложение одноосной деформации позволит таким образом подобрать этот зазор, чтобы он совпал по величине с величиной оптического фонона в кремнии, что должно привести к быстрой релаксации нижнего рабочего уровня. С учетом удлинения времени жизни верхнего уровня при одноосной деформации должны вырасти выходная мощность и уменьшиться пороговая мощность накачки. Техническое решение состоит в выборе нужных параметров кристалла, включающих тип полупроводника, уровень концентрации доноров магния, уровня остаточных примесей, как доноров. так и акцепторов, выборе кристаллографических осей кристалла, подготовки (резка и полировка), а также выборе внешних параметров, таких как, температура, величина давления, источник накачки. В результате должен быть реализован источник когерентного излучения (лазер, квантовый генератор) в терагерцовом диапазоне на основе кремния с низкой пороговой мощностью (мене 100 ватт на квадратный сантиметр) и выходной мощностью порядка ватта.

Анализ выявленных технических решений показывает, что предлагаемое для патентования техническое решение обладает новизной и изобретательским уровнем. Препятствия для патентования не обнаружены. Следовательно, можно подавать заявку для патентования.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Анализ патентных и научно технических источников показал, что предлагаемое для патентования техническое решение обладает новизной и изобретательским уровнем. Препятствия для патентования не обнаружены. Следовательно, можно подавать заявку для патентования.

Патентный поиск проводился по ключевым словам и рубрикам МПК по странам: США, Россия, страны Европейского Сообщества.

При проведении патентного поиска использовались Web-сайты патентных ведомств стран поиска, а также патентный фонд Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам РФ.

Просмотрено всего более 100 патентных документов, детально проанализировано 13 патентных документов. Изучено более 50 научно-технических документов, детально проанализирован 1 документ.

В результате проведенного исследования патентной ситуации по тематике «квантовый генератор (лазер) терагерцового диапазона частот на основе деформированного кремния, легированного магнием» установлено:

Известные патенты на лазеры (квантовые генераторы) терагерцового диапазона частот можно разбить на несколько групп, основываясь на принципах их работы и используемого активного вещества:

1. источники/детекторы терагерцового излучения с оптическим возбуждением импульсными лазерами (как правило, фемтосекундными), причем длительность импульса излучения определяется временами релаксации среды. Достоинством таких источников является работа при комнатной температуре, а среди недостатков – достаточно сложная и дорогая система накачки;

2. Во второй группе представлены патенты на источники, использующие в качестве активного элемента p-n переход с заключенными в нем примесями или иными включениями. Преимуществом такого источника видится его компактность и отсутствие оптической накачки. Однако, степень успешности его реализации пока что находится под вопросом, так как подробный анализ затруднен ввиду большого количества вовлеченных параметров.

3. К третьей группе можно отнести патенты, где в качестве активной среды выступают ионы эрбия в кремниевой структуре. К плюсам этого изобретения можно отнести использование как иона эрбия, дающего излучение на частотах, используемых в телекоммуникациях, так и попытку интеграции с кремниевой электроникой. Однако, насколько известно, на данном этапе не удалось создать усилитель/лазер с использованием кремния в этом диапазоне, что обусловлено слабым усилением в активной среде.

4. Еще одна группа, это мазеры на основе ионов магнитных примесей в кристаллах в магнитном поле при оптической накачке. Подобные источники были получены еще на заре открытия лазеров/мазеров, однако, несмотря на это, продвижение в более высокочастотную область практически невозможна. И связано это с необходимостью приложения достаточно больших магнитных полей, то есть наличия громоздких конструкций.

5. Лазеры на основе объемного p-Ge представляет собой брусок из легированного галлием германия до концентраций 10¹⁴ см⁻³ с нанесенными электрическими контактами и помещенный в магнитное поле при криогенных температурах.

6. Квантово-каскадные лазеры представляют собой искусственно созданные слоистые среды на основе полупроводников AlGaAs\GaAs. Использование принципов, заложенных в этих лазерах, а именно многократное прохождение электронов через повторяющиеся активные слои и подбор дизайна позволяет получить длины волн генерации в различном диапазоне. Для терагерцового диапазона вблизи 5 ТГц применение квантово-каскадных лазеров становится затруднительно ввиду близости решеточного поглощения GaAs, что приводит к значительному снижению выходной мощности.

Наиболее близко к предложенному изобретению находятся кремниевые лазеры при оптическом возбуждении с легированием мелкими примесями пятой группы, взятые в качестве прототипа. Принцип действия этих лазеров основан на определенной зависимости времени релаксации электронов в легированном кремнии при низких температурах от величины энергетического зазора между уровнями энергии в примесных центрах. В случае доноров пятой группы можно найти пару уровней в спектре донора, когда при оптическом возбуждении верхний из этой пары уровней будет заселен сильнее.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

[1] The Physical Principles Of Terahertz Silicon Lasers Based On Intracenter Transitions, Pavlov S.G., Hübers H.-W., Zhukavin R.K., Shastin V.N., Physica Status Solidi (B): Basic Solid State Physics, том 250, с. 9-36, (2013).

ПРИЛОЖЕНИЕ А

«УТВЕРЖДАЮ»

Руководитель ПНИ, д.ф.-м.н., профессор

<u>/</u> В.Н. Шастин/ "_<u>31_" августа 2015 г.</u>

ЗАДАНИЕ

на проведение патентных исследований

Наименование работы (темы): «Квантовый генератор (лазер) терагерцового диапазона частот на основе деформированного кремния, легированного магнием»

Шифр работы № 14.616.21.0008

Этап работы 3, сроки выполнения: 01.09.2015 – 14.09.2015

Задачи патентных исследований: исследование уровня техники с целью подготовки и подачи заяв-

ки для патентования изобретения и выявления возможных препятствий для патентования.

Виды патентных исследований	Подразделения- исполнители (соис- полнители)	Ответственные ис- полнители (Ф.И.О.)	Сроки вы- полнения патентных исследова- ний. (начало, окончание).	Отчетные до- кументы
1	2	3	3	4
I – поиск па-	1) Федеральное	1) Жукавин Р.Х.	01.09.2015 -	Отчет о патент-
тентной инфор-	государственное		14.09.2015	ных исследова-
мации;	бюджетное учреж-	2) Покровоная Т.Ц		ниях
II – анализ ото-	дение науки Ин-	2) Покровская Т.П.		
бранных па-	ститут физики			Рефераты к па-
тентных доку-	микроструктур			тентам
ментов;	Российской акаде-			
III - составле-	мии наук (ИФМ			
ние отчета о па-	PAH)			
тентных иссле-				
дованиях.	2) Государст-			
	венное бюджетное			
	образовательное			
	учреждение до-			
	полнительного			

КАЛЕНДАРНЫЙ ПЛАН

Снс отдела 110 ИФМ РАН		_ Жукавин Р.Х	
	личная подпись		дата

Главный специалист ГБОУ ДПО ННИЦ		Покровская Т.Н.		
	личная подпись		дата	

ПРИЛОЖЕНИЕ № Б

РЕГЛАМЕНТ ПОИСКА

31 августа 2015г.

дата составления регламента

Наименование работы (темы): Квантовый генератор (лазер) терагерцового диапазона частот на основе деформированного кремния, легированного магнием

Шифр работы (темы): 14.616.21.0008

Номер и дата утверждения задания: 31 августа 2015 г. Цель поиска информации: Исследование уровня техники для определения возможности патентования

Обоснование регламента поиска: патентный поиск проводится с использованием полнотекстовой базы данных «Патентные документы РФ» ФГБУ «Федеральный институт промышленной собственности» (ФИПС) и Базы Европейского патентного ведомства espacenet.com, патентноинформационной базы данных United States Patent and Trademark Office (USPTO) по классам международной патентной классификации изобретений (МПК), а также с использованием источников информации, указанных в таблице. Ретроспектива поиска – 20 лет. Глубина поиска в 20 лет определена исходя из максимального срока действия патентов.

Начало поиска 01.09.2015 г.,

окончание поиска 14.09.2015г.

	Страна поиска	Источники ин	и информации, по которым будет проводиться			сяп	я поиск		Ретро	Наименование (фонда)	информационной	базы	
Предмет поиска (объект		Патентные		нти		ко юн гуј	нъ- ік- рные	др	угие	спек- тив- ность			
исследова- ния, его состав- ные части).		Наименование	Классификационные рубрики: МПК (МКИ), МКПО, НКИ и др.	Наименование	Рубрики УДК и другие	Наименование	Код товара: ГС, СМТК. БТН	Наименование	Классификацион ные инлексы				
1	2	3	4	5	6					7		8	
Лазер, включаю- щий в себя активную среду на основе мо- нокристал- ла крем- ния, леги- рованного магнием, резонатора для излу- чения тера- герцового диапазона частот, ис- точника	Россия, страны Евро- пей- ского Сооб- щест- ва, США	WEB-сайты Патентных Ве- домств стран поиска	Действую- щая версия МПК- 2015.01: H01S1/00, H01S1/02, H01S3/05, H01S3/10, H01S3/106, H01S3/106, H01S3/16, H01S3/16, H01S3/16, H01S5/00, H01S5/00, H01S5/06 HKИ США: 257/192, 257/19, 455/333, 455/209, 257/270,	Российские журналы: «ЖЭТФ», «ЖТФ», «Письма в ЖТФ», «Письма в ЖЭТФ»; международ- ные: «Physical Re- view», «Physi- cal Review Letters», «Journal of Applied Phys- ics», «Applied	538.9; 535-14; 53.082.5 34; 53.096					20 лет	Полнотекстова ные документы База Европейся ства ESP@CEN Патентно-инф ных United Sta Office USPTO.	я база данных «Пат 1 РФ» ФГБУ ФИПС кого патентного ве NET. ормационная база tes Patent and Trade	'ент- удом- дан- emark

накачки,	455/331,	Physics Let-				
охладите-	455/293,	ters», «Journal				
ля, модуля	257/187,	of Electronic				
давления.	257/184	Materials»				
Активная						
среда на						
основе мо-						
нокристал-						
ла крем-						
ния, леги-						
рованного						
магнием.						

Руководитель ПНИ,	Шастин В.Н.
д.фм.н, проф	
Руководитель подразделения -	
исполнителя работы	Гавриленко В.И.
д.фм.н, проф	

Главный специалист ГБОУ ДПО ННИЦ

Покровская Т.Н.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ОТЧЕТ О ПОИСКЕ

В.1 Поиск проведен в соответствии с Заданием, утвержденным врио директора Института физики микроструктур РАН, профессором

В.И. Гавриленко от 31.08.2015 и Регламентом поиска от 31.08.2015 г.

В.2 Этап работы третий

В.З Начало поиска 01.09.2015 г. Окончание поиска 10.09.2015 г.

В.4 Сведения о выполнении регламента поиска: поиск проведен в полном соответствии с Регламентом.

В.5 Предложения по дальнейшему проведению поиска и патентных исследований

В.6 Материалы, отобранные для последующего анализа

Таблица В.6. Патентная документация

Предмет поиска (объ- ект исследования, его составные части)	Страна выдачи, вид и номер охранного документа. Клас- сификационный индекс	Заявитель (патентообладатель), страна Номер заявки, дата приоритета, конвенционный приоритет, дата публикации	Название изобрете- ния, полезной моде- ли	Сведения о дей- ствии охранного документа или причина его ан- нулирования (только для ана- лиза патентной чис-
1	2	2	4	тоты)
1	2	3	4	3
Лазер, включающий	РФ, патент на полезную	Нижегородский государственный университет	Источник терагер-	
в себя активную	модель № 130095	им. Лобачевского	цового излучения	
среду на основе мо-	G02F1/35	РФ, заявка № 2013105284/28		
нокристалла крем-		Дата подачи заявки 07.02.2013г.		
ния, легированного		Дата публикации 10.07.2013г.		
магнием, резонатор				

для излучения тера-	РФ, патент на изобретение	Физический факультет МГУ РФ	Способ детектиро-
герцового диапазо-	№ 2448399	РФ, заявка № 2009146681/28	вания электромаг-
на частот, источник	H01S3/00	Дата подачи заявки 16.12.2009г.	нитных волн в те-
накачки, охлади-	G01N21/17	Дата публикации 27.06.2011г.	рагерцовом диапа-
тель, модуль давле-			зоне и устройство
НИЯ.			для его осуществ-
			ления
	РФ, патент на изобретение	ФГБОУ ВПО «Нижегородский государствен-	Оптико-
	№ 2522798	ный университет им. Лобачевского»	терагерцовый пре-
	G02F2/00	РФ, заявка № 2013106304/28	образователь
		Дата подачи заявки 13.02.2013г.	
		Дата публикации 20.07.2014г.	
	РФ, патент на полезную	Учреждение Российской академии наук Ин-	Светоизлучающий
	модель	ститут автоматики и процессов управления	элемент
	Nº 117044	Дальневосточного отделения РАН	
	H01S1/00	РФ, заявка № 201203808/28	
		Дата подачи заявки 03.02.2012г.	
		Дата публикации 10.06.2012г.	
		Vupovranu Dogoučavoč ovorovu vovr Uu	Сратананици
		учреждение госсийской академии наук ин-	Светоизлучающий
	модель	Ститут автоматики и процессов управления	элемент
	<u>Nº</u> 120287 H0162/17	Дальневосточного отделения РАН	
	H0183/16	РФ, заявка № 2012103/32/28	
		Дата подачи заявки 03.02.2012г.	
		Дата публикации 10.09.2012г.	
	1		

РФ, патент на изобретение	Кашкаров П.К.	Способ формиро-
№ 2362243	Тимошенко В.Ю.	вания полупро-
H01S5/00	Жигунов Д.М.	водниковой крем-
B82B1/00	Бацев С.В.	ниевой нанострук-
	РФ, заявка № 2007137505/28	туры для лазера с
	Дата подачи заявки 11.10.2007г.	оптической накач-
	Дата публикации 20.07.2009г.	кой и оптический
		усилитель на ее
		основе
РФ. патент на изобретение	Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе	Активный матери-
Nº 2523744	Российской акалемии наук	ал для мазера с
H01S1/02	РФ заявка № 2012136533/28	оптической накач-
	Лата полачи заявки 24 08 2012г	кой и мазер с оп-
	Лата публикации 27 02 2014г	тической накачкой
US 5291145 (A)	HITACHI LTD (JP)	Microwave
H01P1/00	США, заявка №	processing equip-
H01S1/02	US19920851628 19920316	ment
	Дата приоритета 14.03.1991г.	
	Дата публикации 01.03.1994г.	
US 3678400	TEXAS INSTRUMENTS INC	IMPURITY MAS-
H01S1/02	США, заявка №	ER
	USD3678400 19680610	
	Дата приоритета 10.06.1968г.	
	Дата публикации 18.07.1972г.	

US5784397 (A) H01S5/30 H01S3/00 H01S3/083 H01S3/18 H01S3/30	UNIV CENTRAL FLORIDA [US] США, заявка № US19950558440 19951116 Дата приоритета 16.11.1995г. Дата публикации 21.07.1998г.	Bulk semiconductor lasers at submilli- meter / far infared wavelengths using a regular permanent magnet
US5457709 (A) H01S3/106 H01S5/062 H01S5/12 H01S3/18 H01S3/19	АТ&CORP [US] США, заявка № US19940223341 19940404 Дата приоритета 04.04.1994г. Дата публикации 10.10.1995г.	Unipolar semicon- ductor laser
US2006153262 (A1) H01S5/00 H01S5/34 H01S5/028 H01S5/042 H01S5/22 H01S5/343	ТЕRAVIEW LTD [GB] заявка US20020530733 20021010 Дата приоритета 10.10.2002г. Дата публикации 13.07.2006г.	Terahertz quantum cascade laser
WO2014018599 (A1) H01S5/10 H01S5/30 H01S5/34	UNIV TEXAS [US] заявка WO 2013US51780 20130724 Дата приоритета 24.07.2012г. Дата публикации 30.01.2014г.	Terahertz quantum cascade laser with difference- frequency genera- tion

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

РЕФЕРАТЫ К ПАТЕНТАМ, ОТОБРАННЫМ В ПРОЦЕССЕ ПОИСКА

1) Патент на полезную модель № 130095, РФ

Реферат: Полезная модель относится к когерентной и нелинейной оптике и может быть использована в качестве источника широкополосного терагерцового излучения в высокочувствительных приборах спектроскопии, (био)сенсорики, ближнепольной микроскопии и имиджинга. Технический результат заявляемой полезной модели - повышение стабильности качества изготавливаемых источников терагерцового излучения в результате улучшения технологичности его оптикотерагерцового преобразователя за счет усовершенствования конструкции преобразователя, расширяющей возможности оптимального подбора материалов его конструктивных элементов при обеспечении высокой эффективности выхода рабочего терагерцового излучения источника. Для достижения указанного технического результата в источнике терагерцового излучения на основе лазера с генерацией фемтосекундных импульсов и оптико-терагерцового преобразователя, содержащем последовательно расположенные со стороны воздействия лазерного пучка прозрачную к нему гиперполусферическую терагерцовую линзу и чувствительный к фемтосекундным лазерным импульсам рабочий полупроводниковый слой с возможностью возбуждения в нем приповерхностных всплесков фототока, приводящих к широкополосному терагерцовому излучению по схеме на отражение, и снабженного размещенным с его обратной стороны экраном, отражающим терагерцовое излучение, экран оптико-терагерцового преобразователя выполнен в виде подложки из высоколегированного полупроводника с плазменной частотой, многократно, предпочтительно в пределах интервала 10-30 раз, превышающей частоту вырабатываемого терагерцового излучения, а рабочий полупроводниковый слой сформирован на буферном подслое нелегированного полупроводника, имеющем микроструктуру, снижающую искажения формирования решетки указанного рабочего слоя, и нанесенном на поверхность упомянутой подложки.

2) Патент на изобретение № 2448399, РФ

Реферат: Способ заключается в направлении потока измеряемого терагерцового излучения из источника терагерцового излучения одновременно с потоком оптического излучения накачки из источника оптической накачки на заданной длине волны на нелинейно-оптический кристалл для параметрического смешения частот падающих волн указанных излучений. На выходе указанного кристалла формируется сигнальное оптическое излучение на новых частотах, смещенных относительно частоты накачки, которое выделяют путем фильтрации на поляризационной призме шумового оптического излучения других частот, направлений и поляризаций, отличных от частоты, направления и поляризации сигнального излучения, сопряженного пространственно, спектрально и

по поляризации с измеряемым терагерцовым излучением. Выделенное таким образом сигнальное оптическое излучение или отдельные моды этого излучения подают на фотодетектор для измерения в относительных единицах мощности выделенного сигнального излучения при открытом затворе, при котором осуществляют излучение измеряемого терагерцового излучения, и при закрытом затворе, при котором полностью перекрывают измеряемое терагерцовое излучение. Технический результат заключается в обеспечении возможности упрощения процесса детектирования электромагнитных волн терагерцового диапазона. 2 н. и 6 з.п. ф-лы, 2 ил.

3) Патент на изобретение № 2522798, РФ

Реферат: Изобретение относится к оптико-терагерцовым преобразователям, основанным на преобразовании энергии оптических пучков фемтосекундных импульсных лазеров в энергию рабочего широкополосного терагерцового излучения. Преобразователь содержит рабочий полупроводниковый слой, чувствительный к фемтосекундным лазерным импульсам с возможностью обеспечения приповерхностных всплесков фототока, приводящих к широкополосному терагерцовому излучению по схеме на прохождение с поглощением указанным рабочим полупроводниковым слоем лазерных импульсов, и размещенную на выходе вырабатываемого терагерцового излучения гиперполусферическую терагерцовую линзу, а также средство экранирования распространения вырабатываемого терагерцового излучения в направлениях навстречу воздействию лазерного пучка. Средство экранирования представляет собой экран, выполненный из материала, прозрачного к лазерному пучку и отражающего вырабатываемое терагерцовое излучение, и расположенный со стороны воздействия лазерного пучка с возможностью пропускания последнего сквозь него. Технический результат - повышение выхода рабочего терагерцового излучения, обеспечение функциональной совместимости преобразователя как с электрическим, так и магнитным методом дополнительного усиления вырабатываемого рабочего терагерцового излучения, и повышение надежности преобразователя. 2 з.п. ф-лы, 3 ил.

4) Патент на полезную модель № 117044, РФ

Реферат: Полезная модель относится к светоизлучающим элементам с длиной волны из ближней инфракрасной области спектра.

Диодная светоизлучающая структура формируется на подложке из монокристаллического кремния. Активная зона светоизлучающего элемента представляет собой наноразмерные кристаллиты

(нанокристаллиты) полупроводникового дисилицида железа ^β-FeSi₂, упруго встроенные в монокристаллический эпитаксиальный кремний, расположенные слоем, равноудаленным от границ активной зоны. Для пространственного отделения подложки и активной зоны между ними размещен

слой нелегированного кремния. Нанокристаллиты образуются при эпитаксиальном заращивании предварительно сформированном на буферном слое методом молекулярно-лучевой эпитаксии наноостровков полупроводникового дисилицида железа. Применение особых режимных параметров обеспечивает высокую концентрацию нанокристаллитов в активной зоне.

Технический результат - повышение эффективности светоотдачи светоизлучающего элемента за

счет возможности уменьшения размеров кристаллитов полупроводникового дисилицида железа β-FeSi₂ (до 20-40 нм) и обеспечения их высокой плотности (количества кристаллитов в единице объема кремниевой матрицы) и в силу этого упругого встраивания в кремниевую матрицу и значительной напряженности внутренней структуры кристаллитов.

5) Патент на полезную модель № 120287, РФ

Реферат: Полезная модель относится к светоизлучающим элементам с длиной волны из ближней инфракрасной области спектра. Диодная светоизлучающая структура формируется на подложке из монокристаллического кремния. Активная зона светоизлучающего элемента представляет собой

наноразмерные кристаллиты (нанокристаллиты) полупроводникового дисилицида железа ^β-FeSi₂, упруго встроенные в монокристаллический эпитаксиальный кремний, равномерно распределенные в границах активной зоны. Для пространственного отделения подложки и активной зоны между ними размещен слой нелегированного кремния. Нанокристаллиты образуются при эпитаксиальном заращивании предварительно сформированном на буферном слое методом твердофазной эпитаксии наноостровков полупроводникового дисилицида железа. Применение особых режимных параметров обеспечивает высокую концентрацию нанокристаллитов в активной зоне. Технический результат - повышение эффективности светоотдачи светоизлучающего элемента за счет

возможности уменьшения размеров кристаллитов полупроводникового дисилицида железа ^β-FeSi₂ (до 20-40 нм) и обеспечения их высокой плотности (количества кристаллитов в единице объема кремниевой матрицы) и в силу этого упругого встраивания в кремниевую матрицу и значительной напряженности внутренней структуры кристаллитов.

6) Патент на изобретение № 2362243, РФ

Реферат: Изобретение относится к области квантовой электроники. Полупроводниковые кремниевые наноструктуры для лазеров и оптических усилителей формируют последовательным нанесением слоев окиси кремния и диоксида кремния на кремниевую подложку. Полученная структура проходит термический отжиг в атмосфере азота. В результате чего слои монооксида кремния трансформируются в слои нанокристаллов кремния, которые разделены слоями диоксида кремния. В слой диоксида кремния сформированной структуры имплантируются ионы эрбия, после чего

структура в целом вновь подвергается термическому отжигу. Такая кремниевая наноструктура может быть использована для оптической накачки лазеров и оптических усилителей. Таким образом, данное изобретение обеспечивает получение лазерного эффекта и оптического усиления в полупроводниковых и кремниевых наноструктурах. 3 н. и 2 з.п. ф-лы, 3 ил.

7) Патент на изобретение № 2523744, РФ

Реферат: Изобретение относится к квантовой электронике. Активный материал для мазера с оптической накачкой содержит кристалл карбида кремния, содержащего парамагнитные вакансионные дефекты. Мазер с оптической накачкой включает генератор (1) сверхвысокой частоты (СВЧ), циркулятор (2), магнит (3), между полюсами которого размещен резонатор (4) со светопрозрачным окном (5), активный материал (6) в виде кристалла карбида кремния, содержащего парамагнитные вакансионные дефекты, помещенный внутри резонатора (4), и источник (7) импульсного или непрерывного света, оптически связанный через светопрозрачное окно (5) резонатора (4) с активным материалом (6). Технический результат заключается в обеспечении возможности работы мазера при комнатной температуре. 2 н. и 4 з.п. ф-лы, 3 ил.

8) US5291145 (A)

Pedepar: Novel microwave processing equipment includes a silicon single crystal containing neutral (110) planar four vacancies, a cooling mechanism for holding the silicon single crystal to a low temperature, a light pumping mechanism for irradiating light to the silicon single crystal, a magnetic field applying device for applying a static magnetic field to the silicon single crystal, an orientation holding mechanism for holding the silicon single crystal to a specific orientation with respect to the static magnetic field, an electromagnetic wave inputting mechanism for supplying an input electromagnetic wave to the silicon single crystal, and an electromagnetic wave outputting mechanism for extracting an output electromagnetic wave from the silicon single crystal. The input electromagnetic wave supplied in the silicon single crystal and passes through the electromagnetic wave outputting mechanism to be outputted to the outside. A microwave amplifier with narrow band width capable of amplifying the electromagnetic wave inputting the with low noise is thus obtained.

9) US3678400 (A)

Реферат: maser is disclosed in which a predominantly optically transparent crystal of either single or polycrystalline characteristics is used, the crystal containing at sites of cubic symmetry ions having a 2S1/2 ground state, an excited state, and a nonzero nuclear magnetic moment, and being mounted in a low temperature device, subjected to a magnetic field, and optically pumped by light energy.

10) US5784397 (A)

Pedepar: A p-Ge laser operating at submillimeter wavelengths in Voigt configuration using a regular permanent magnet. The invention is improvement over prior art Ge Lasers which use superconducting magnets that require liquid helium to cool the magnets along with the Ge crystal. Although the subject invention requires cooling(refrigerant) of the Ge crystal itself, it does not need liquid helium. The permanent magnet can be Nd2Fe14B. The emissions using the novel invention were observed over a wider range of electric-field magnitude in Voigt configuration at a given magnetic field as compared to that of the prior system. The free space beam profile of the subject invention is Gaussian. The emission-strength of the subject invention is sufficient between 4 and 10K that a closed-cycle refrigerator can be used to cool the crystal rather than the liquid helium used in all prior p-Ge lasers. The open architecture of the permanent magnet facilitates use of cooling fins/heat sinks, which are demonstrated to increase repetition rate and energy output over all prior p-Ge lasers, novel laser configurations including ring lasers and oscillator/amplifiers can be realized in contrast to prior p-Ge lasers, which are exclusively oscillators only.

11) US5457709 (A)

This application discloses, to the best of our knowledge, the first unipolar laser. An exemplary embodiment of the laser was implemented in the GaInAs/AlInAs system and emits radiation of about 4.2 mu m wavelength. Embodiments in other material systems are possible, and the lasers can be readily designed to emit at a predetermined wavelength in a wide spectral region. We have designated the laser the "quantum cascade" (QC) laser. The QC laser comprises a multilayer semiconductor structure that comprises a multiplicity of essentially identical undoper "active" regions, a given active region being separated from an adjoining one by a doped "energy relaxation" region. In a currently preferred embodiment each active region comprises three coupled quantum wells designed to facilitate attainment of population inversion. In the currently preferred embodiment the energy relaxation regions are digitally graded gap regions. However, other energy relaxation regions are possible. The unipolar plasma in a unipolar laser can be manipulated by means of an electric "control" field, facilitating, for instance, beam steering or external control of the modal gain of the laser. Means for accomplishing this are discussed.

12) US2006153262 (A1)

Реферат: A laser comprising: a substrate comprising a bulk region and a conducting layer; an active region (11) comprising a quantum cascade structure provided on a first surface of the substrate (12) such that said active region (11) is electrically connected to said conducting layer; first and second contacts (16, 17) being disposed on opposite sides of said active region (11); and an active region contact (31) provided to said active region (11) such that a potential may be applied between said active region contact (31) and said first and second contacts (16, 17) to cause said active region (11) to lase.

13) WO2014018599 (A1)

Pedepar: A terahertz source implementing a Cerenkov difference-frequency generation scheme in a quantum cascade laser. The laser includes an undoped or semi-insulating InP substrate with an exit facet that is polished at an angle between 10 DEG to 40 DEG. The laser further includes a first waveguide cladding layer(s) in contact with an active layer (arranged as a multiple quantum well structure) and a current extraction layer on top of the substrate. Furthermore, the laser includes a second waveguide cladding layer(s) on top of the active layer, where the first and second waveguide cladding layers are disposed to form a waveguide structure by which terahertz radiation generated in the active layer is guided inside the laser. The terahertz radiation is emitted into the substrate at a Cerenkov angle relative to a direction of the nonlinear polarization wave in the active layer, and once in the substrate, propagates towards the exit facet.

VIII. АННОТАЦИОННЫЙ ОТЧЕТ ИНОСТРАННОГО ПАРТНЕРА

о выполненных за 2-ое полугодие 2015 г. работах иностранным партнером

3.8. Проведение тестовых измерений на создающейся рабочей станции по Рамановской спектроскопии на базе ЛСЭ в г. Дрезден (FELBE).

Проведены первые тестовые измерения по наблюдению эффекта КРС (комбинационного рассеяния света) в дальнем ИК диапазоне на лазера на свободных электронах (ЛСЭ FELBE) в научном центре Гельмгольца в Дрездене-Россендорфе (HZDR). Планировалось сделать тестовые измерения для двух типов подготовленных конфигураций оптической схемы, основанной на использовании для охлаждения образца либо проточного гелиевого криостата, либо криогенной вставки в транспортный сосуд с жидким гелием. Для начального теста был выбран диапазон наиболее коротких длин волн (19-21 мкм), где эффективность эффекта КРС максимальна из всего планируемого для исследований диапазона: 19-42 мкм. Образцом служил монокристаллический образец изотопно обогащенного кремния, легированного висмутом до концентрации оптически активных центров около 2.4e15/см3 (V355 10Pr10Bi3.2) с габаритами 4.5×6×3 мм3, плоскопараллельными оптически полированными гранями. На данном образце в случае, когда частота следования микроимпульсов равнялась 1 нс, была получена устойчивая генерации КРС излучения в диапазоне длин волн от 51 до 67 мкм (см. пункт 3.12). Для наблюдения спонтанного излучения использовалась схема с расстоянием между микроимпульсами 77 нс. Мощность накачивающего излучения в указанном диапазоне на входе в криостат достигала в среднем 100 мВт. Сигнал излучения регистрировался двумя приемниками: 1) Ge:Ga приемником на основе фотопроводимости в направлении, перпендикулярном направлению излучения накачки, расположен сбоку от исследуемого образца за специальным оптическим фильтром, подавляющим излучение накачки: монокристалл Al2O3 толщиной 1 мм; 2) кремниевом болометром фирмы Infrared Labs с охлаждаемым предусилителем. Увеличение чувствительности приема обеспечивалось за счет использования модуляции сигнала накачки (механический прерыватель света) и обработкой сигнала на частоте модуляции селективным усилителем (lock-in amplifier, Standford). Точность фокусировки накачивающего излучения на исследуемом образце обеспечивалась наблюдением прошедшего через образец излучения снаружи криостата. В данной оптической конфигурации не было зарегистрировано сигнал спонтанного рассеянного излучения из исследуемого образца на всех длинах волн из диапазона 19-21 мкм, обеспечивающего резонансную накачку примесных состояний, а также вне резонанса. Оценка предела чувствительности системы к сигналу в диапазоне около 60 мкм дают величину

порядка единиц нВт, что значительно ниже ожидаемого сигнала спонтанного рассеяния света в режиме резонансной накачки, сотни нВт и выше. Заметим, что именно эта конфигурация была предварительно успешно протестирована на голландском ЛСЭ.

Был использован также другой образец Si:Bi V035, легированнный до 3e15/cм3, с габаритами 5×6×7 мм3. На этом образце ранее также наблюдалось стимулированное резонансное КРС излучение при накачке ЛСЭ в Голландии. Для него также не было зарегистрировано спонтанное излучение при резонансном возбуждении.

Причины отсутствия сигналов спонтанного излучения детектируемой величины обсуждаются; как возможные, рассматриваются следующие: 1) сравнительно малые пиковые значения интенсивности микроимпульсов (около двух порядков по сравнению с голландским ЛСЭ); 2) сравнительно большое расстояние между последовательными микроимпульсами ЛСЭ (77 нс против 1 нс в Голландии), приводящие к осутствию эффекта накопления КРС фотонов в образце.

Проведенные тестовые измерения показали необходимость увеличения чувствительности приемной аппаратуры для возможности наблюдения не только вынужденного (стимулированного) излучения, но и спонтанного излучения на внутрицентровых переходах.

3.9. Проведение тестовых измерений на создающейся рабочей станции по нелинейной спектроскопии на базе ЛСЭ в г. Дрезден (FELBE).

Проведены тестовые измерения чувствительности различных высокоскоростных оптических приемников дальнего ИК излучения для регистрации прошедшего через исследуемый образец излучения в режиме, соответствующем записи в схеме нелинейной спектроскопии на базе коммерческого Фурье-спектрометра (Bruker Vertex) и адаптированного к нему проточного гелиевого криостата (Janis). Целью данных тестов было установить оптимальные комбинации скоростного приема (должны быть разрешены отдельные ЛСЭ микроимпульсы, т.е. лучше, чем 77 нс) и чувствительности (в качестве источника – глобар от Фурье спектрометра).

Наибольшее временное разрешение на данном этапе достигнуто в сильнокомпенсированном сильнолегированном германии, охлаждаемого до криогенных температур (см. рисунок 57). Максимальное разрешение достигнуто для импульсов на длинах волн ЛСЭ около 11 мкм, который обеспечил времена порядка десятков пикосекунд. Около двухсот пкс – типичные времена отклика в более длинноволновом диапазоне.



Рисунок 57 – Типичная переходная характеристика приемника Ge:Ga:Sb на длине волны 19 мкм, измеренная на ЛСЭ в Дрездене. FWHM отклика 189 пкс. FWHM микроимпульса ЛСЭ 6 пкс.

Такое временное разрешение лежит на пороге современной базы электронной регистрации и позволяет с запасом записывать процессы, происходящие на временах между последовательными микроимпульсами излучения ЛСЭ, для дрезденского – 77 нс.

Для работы в режиме неравновесной спектроскопии, где предполагается резонансная накачка исследуемого образца излучением ЛСЭ, и скоростная регистрация спектров поглощения в пошаговом режиме двидения зеркала спеткрометра, необходима чувстительность приемника непрерывного излучения спектрометра.

В режиме приема сигнала от широкополосного источника – глобар Фурье-спектрометра Bruker – величина регистрируемого отклика составила около 10 мВ (нагрузка 50 Ом). Однако спектральный анализ показал, что большая часть отклика относится к коротковолновой части излучения, обеспечивающей межзонное и близкое к нему по частоте поглощение, в то время как в длинноволновй области спектра отклик теряется в шумах. Использование высокочастнотных усителей тока, таких как фирмы FEMTO GmbH, полоса до 200 МГц, усиление до 50 дБ, не принесло желаемого результата. В настоящее время решается вопрос о поиске оптимального согласованного для данного детектора и малошумящего усилителя. Группа также получила от коллег из ИФМ образец КРТ (кадмий-ртуть-теллур) гетероструктуры, обладающей коротким временем межзонной релаксации, значительно меньшим, чем коммерчески доступные объемные КРТ приемники (по разным данным от 2 до 50 нс), в том числе используемые в спектрометрах Bruker для регистрации спектров поглощения с временным разрешением. Данный образец способен регистрировать сигналы и в длинноволновом ИК лиапазоне, до длин волн порядка 30 мкм. Предполагается всестороннее тестирование материала и создание на его основе приемника высокоскоростного приема в среднем и дальнем ИК диапазоне. Данный приемник работает на переходах между зонами полупроводника, и, вследствие этого, должен обеспечить повышенную чувствительность к излучению с энергией фотонов, превышающей нирину запрещенной зоны, т.е. в конечном счете, дать преимущество по сравнению с германиевыми примесно-зонными приемниками.

3.10. Изготовление и необходимая обработка образцов кристаллического германия, на основе которого будут изготовлены приемники ТГц излучения, которые будут использованы на лазерах на свободных электронах в Новосибирске и Дрездене.

Основной задачей второго полугодия было получение сильнокомпенсированных кристаллов германия, на основе которых в последующем должны были быть изготовлены приемники ТГц излучения. Выращивание кристаллов проводилось методом Чохральского. Были выбраны стандартные в случае германия легирующие примеси: сурьма (Sb) для n-типа и галлий (Ga) для p-типа. При получении компенсированных кристаллов важны два параметра, которые контролируются исходной загрузкой: абсолютная концентрация примесей в кристалле и их разностная концентрация. При этом надо учитывать, что в результате сегрегации распределение примесей по длине будет разным, что определяется их коэффициентами распределения. Для сурьмы равновесный коэффициент распределения имеет величину $k_0 = 0.003$, а для галлия $k_0 = 0.087$, что означает, что если в кристалле преобладет сурьма, то кристалл по всей длине будет расти п-типа, но разностная концентрация примесей будет увеличиваться. Если в кристалле в начальный момент роста будет преобладать галлий, то кристалл вначале будет расти р-типа, но разностная концентрация по мере роста будет уменьшаться, и как только концентрации примесей в кристалле сравняются, то дальше будет расти кристалл п-типа. Момент смены типа проводимости зависит от абсолютных концентраций примесей в кристалле и обычно перед началом проводится моделирование процесса роста, чтобе сместить точку инверсии ближе к середине кристалла. Выращивались кристаллы как р-, так и п-типа. Абсолютная концентрация примесей в начале кристалла выбиралась вблизи 2×10¹⁶см⁻³, при этом разностная концентрация была в области около 2×10¹⁵см⁻³ (Рисунок 58).



Sample	N _{Ga} (cm ⁻³)	N _{Sb} (cm ⁻³)	N _{net} (cm ⁻³)	Comp (%)
Ge-539-1	2.72×10 ¹⁶	2.6×10 ¹⁶	(p) 1.2×10 ¹⁵	95.6
Ge-539-3	3.4×10 ¹⁶	3.31×10 ¹⁶	(p) 9×10 ¹⁴	97.3
Ge-538-0	2.3×10 ¹⁶	2.6×10 ¹⁶	(n) 3×10 ¹⁵	88.5
Ge-538-1	2.9×10 ¹⁶	3.3×10 ¹⁶	(n) 4×10 ¹⁵	87.9
Ge-538-3	3.45×10 ¹⁶	4.0×10 ¹⁶	(n) 5.5×10^{16}	86.2
Ge-538-4	4×10 ¹⁶	4.7×10 ¹⁶	(n) 7×10 ¹⁵	85.1

Рисунок 58 – Кристаллы компенсированного германия (снимки), расчитанные (графики в центре) и достигнутые параметры (см. таблицу) в местах резки (указаны вертикальными линиями в графиках в верхней части рисунка).

Из кристаллов вырезались образцы: размерами 10×10×0.6 мм³, которые в дальнейшем использовались для спектроскопии, а также исследования динамики неравновесных носителей, а также габаритами (0,5-2)×(2-4)×(2-4) мм³ для изготовления приемников ТГц излучения. Образцы для спектроскопии полировались с двух сторон (химико-механическая полировка) с плоскопараллельными гранями, угол 0.2-1 градуса, чтобы избежать интерференционных эффектов. Для детекторов использовалось шлифование противоположных граней.

Образцы кремния для экспериментов по односной деформации, легированные висмутом, вырезались из кристаллов, полученных ранее по методике, разработанной в IKZ. Размер образцов составлял 4×4×2 мм³. Концентрация висмута в образцах составляла 4.8×10¹⁵см⁻³. Образцы полировались химико-механически с четырех сторон и большие грани делались неплоскопараллельными для избежания интерференционных эффектов.

3.11. Обнаружение и исследование эффекта сильного поля, т.е. влияние излучения лазера на свободных электронах (ЛСЭ) на локализованные состояния доноров и (или) акцепторов в кремнии с использованием лазера на свободных электронах в г. Дрезден: исследование висмута в кремнии.

Из-за серьезной аварии ЛСЭ в Дрездене и значительной потери рабочего времени эффекты сильного поля на локализованные состояния доноров в кремнии были исследованы на ЛСЭ в Голландии (FELIX, Radboard University, Nijmegen). Схема эксперимента в значительной степени соответствовала изложенной в аннотационном отчете за первое полугодие 2015, использовался транспортный сосуд с жидким гелием STRATOS SL100. На охлаждаемый образец, изотопически обогащенный кремний с висмутом (V355 10Pr10Bi3.2) с габаритами $4.5 \times 6 \times 3$ мм3 и концентрацией цетров висмута 2.4e15/см3, подавалось накачивающее излучение ЛСЭ. Стимулированное изучение на внутрицентровых переходах регистрировалось спектрометром дальнего ИК диапазона в пошаговом режиме записи с временным разрешением в доли микросекунды, обеспеченное скоростным германиевым охлаждаемым детектором. Показано, что при определенном резонансном возбуждении центров висмута, а именно – при накачке в возбужденные состояния с высокой степенью вырождения, наблюдается расщепление соответствующего перехода стимулированного изучения (см. Рисунок 59) из возбуждаемого состояния в нижнее отщепленное от основного. Данное расщепление демонстрирует заметную динамику в течение макроимпульса (порядка 6 микросекунд) и максимально на спаде последнего.



Рисунок 59 – Эффект сильного поля при внутрицентровом стимулированном излучении на переходе атомов висмута в течение макроимпульса накачивающего излучения.

Предварительно предполагается, что данное расщепление вызвано влиянием сильного электрического поля электромагнитной волны, приводящего к динамическому эффекту Штарка. Анализ полученных данных продолжается. Планируется повторное проведение эксперимента для получения более высокого спектрального разрешения (пока использовалось только 0,5/см) и других материалов.

3.12. Исследование эффектов вынужденного комбинационного рассеяния света на состояниях примесных центров (Рамановская спектроскопия): исследование висмута в кремнии.

Другим интересным научным результатом из того же эксперимента является расширение спектрального диапазона наблюдения эффекта вынужденного (стимулированного) КРС излучения в образце с сильным (99.995 %) изотопным обогащением ²⁸Si:Bi по сравнению с его природным аналогом ^{nat}Si:Bi. Расширение диапазона произошло в основном в сторону низких энергий фотонов, а именно в облать энергий ниже энергии связи состояния 2p₀, низшего из фозбужденных состояний р-типа, что ранее не наблюдалось ни для какого донорного центра в образцах на основе природного кристаллического кремния электронного типа проводимости. Предполагалось, что такое усиление КРС может быть связано с изменением спектра фононов в кристалле, а именно с его пониженной дисперсией вследствие идеализации кристаллической решетки. Были предприняты попытки прямого доказательства изменения спектрального состава фононов в интересующей нас области, т.е. от 20 до 35 мэВ. Однако сравнительная КРС спектроскопия изотопно обогащенного и природного кремния не показала никакой заметной разницы в указанном частотном диапазоне, спектры фононов при низких температурах решетки оказались там идентичны. Таким образом, причина более сильного лазерного эффекта в моноизотопном материале, так же как и сравнительно длительное время жизни носителей на возбужденных состояниях в моноизотопном кремнии остается открытым вопросом.

Ведется анализ динамики спектров излучения, на внутрицентровых и КРС переходах висмута в кремнии при его резонансной и нерезонансной накачке излучением ЛСЭ. Для этого пишется новый код для обработки массива данных, полученного при записи спектров накачки и излучения с высоким временным разрешением. Результаты этого анализа ожидаются в первом квартале следующего года.

Опубликованные в 2015 г. работы:

1. Статьи в реферируемых журналах

N. Deßmann, S.G. Pavlov, A. Pohl, N.V. Abrosimov, S. Winnerl, M. Mittendorff, R.Kh. Zhukavin, V.V. Tsyplenkov, D.V. Shengurov, V.N. Shastin, and H.-W. Hübers, Lifetime-limited, subnanosecond terahertz germanium photoconductive detectors, Applied Physics Letters 106, 171109 (2015).
URL: <u>http://scitation.aip.org/content/aip/journal/apl/106/17/10.1063/1.4918712</u> doi: 10.1063/1.4918712

S.G. Pavlov, N. Deßmann, A. Pohl, N.V. Abrosimov, M. Mittendorff, S. Winnerl, R.Kh. Zhukavin, V.V. Tsyplenkov, D.V. Shengurov, V.N. Shastin, and H.-W. Hübers, Towards a life-time-limited 8-octave-infrared photoconductive germanium detector, Journal of Physics: Conference Series 647, 012070 (2015).
URL: <u>http://iopscience.iop.org/article/10.1088/1742-6596/647/1/012070/pdf</u> doi:10.1088/1742-6596/647/1/012070

2. Приглашенные доклады

N. Deßmann, S. G. Pavlov, S. Winnerl, M. Mittendorf, A. Pohl, V. N. Shastin, R. Kh. Zhukavin, V. V. Tsyplenkov, K. A. Kovalevsky, D. V. Shengurov, N. V. Abrosimov, H.-W. Hübers, "Subnanosecond kinetics of photoionized carriers in n- and p-type germanium probed by a farinfrared free electron laser", Труды XIX Международного симпозиума НАНОФИЗИКА И НАНОЭЛЕКТРОНИКА, 10–14 марта 2015 г., Нижний Новгород, Издательство Нижегородского госуниверситета им. Н.И. Лобачевского, Нижний Новгород ISBN 978-5-91326-322-3, Том 2, с. 411-412

3. Устные доклады

S. Pavlov, H.-W. Hübers, N. Deßmann, A. Pohl, N.V. Abrosimov, B. Redlich, A.F.G. van der Meer, V.N. Shastin, R.Kh. Zhukavin, K. Kovalevskii, "Raman scattering at terahertz frequencies enabled by a free electron laser", Abstract book of the German THz Conference, Dresden, 8-10 June 2015, p. 23.

S.G. Pavlov, N. Deßmann, A. Pohl, N.V. Abrosimov, S. Winnerl, J. Otto, R.Kh. Zhukavin, V.V. Tsyplenkov, K.A. Kovalevskii, D.V. Shengurov, V.N. Shastin, and H.-W. Hübers, "Picosecond VIS-THz photoconductive germanium detector", in the Proceedings of the 40th International Conference on Infrared, Millimeter, and Terahertz Waves, Hong Kong, 23-28 August 2015, IEEE Conference Proceedings, Abstract ID: T1C3 - 3135470.

Web: <u>http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?arnumber=7327692</u> DOI: <u>10.1109/IRMMW-THz.2015.7327692</u>

Координатор работ, выполняемых немецким коллективом (German coordinator)

MeV. Anto Prof. H.-W. Hübers

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе третьего этапа по проекту Российскими участниками выполнены следующие работы:

- подготовка рабочей станции для измерения быстро протекающих процессов методом пробного импульса на ЛСЭ в г. Новосибирск;

- измерены спектры пропускания образцов кремния и германия после нейтронного легирования донорами и акцепторами, для уточнения спектра энергий электронных состояний;

- проведена оценка качества выращенных на основе кремния и германия наноструктур методом рентгеновской дифрактометрии;

- определен состав выращенных слоев в гетероструктурах методом масс спектроскопии вторичных ионов;

- создан низкотемпературный модуль для измерений методом пробного импульса, дающий возможность осуществления одноосной деформации образца;

- проведены измерения временной динамики релаксации неравновесных состояний мелких доноров и акцепторов в одноосно деформированном кремнии;

- проведены патентные исследования и подана заявка на патент.

Иностранным партнером:

- проведены тестовые измерения на создающейся рабочей станции по Рамановской спектроскопии на базе ЛСЭ в г. Дрезден (FELBE);

- проведены тестовые измерения на создающейся рабочей станции по нелинейной спектроскопии на базе ЛСЭ в г. Дрезден (FELBE);

- изготовлены и проведена необходимая обработка образцов кристаллического германия, на основе которого будут изготовлены приемники ТГц излучения, которые будут использованы на лазерах на свободных электронах в Новосибирске и Дрездене.

- произведено обнаружение и исследование эффекта сильного поля, т.е. влияние излучения лазера на свободных электронах (ЛСЭ) на локализованные состояния доноров и (или) акцепторов в кремнии с использованием лазера на свободных электронах в г. Дрезден: исследование висмута в кремнии.

- произведено исследование эффектов комбинационного рассеяния света на состояниях примесных центров (Рамановская спектроскопия): исследование висмута в кремнии.

Задачи второго этапа работ по проекту выполнены полностью и соответствуют план-графику и требованиям технического задания. Сведения о ходе выполнения проекта размещены на официальном сайте ИФМ РАН (http://ipmras.ru/ru/results/sc reports).