Министерство образования и науки Российской Федерации

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР РАН – ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТ-ВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ «ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬ-СКИЙ ЦЕНТР ИНСТИТУТ ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК»

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



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:

РАМАНОВСКАЯ СПЕКТРОСКОПИЯ. ИЗМЕРЕНИЯ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА. СПЕКТРОСКОПИЯ ЭКСИТОННЫХ СОСТОЯНИЙ. ЭФФЕКТ СИЛЬНОГО ПОЛЯ. ИЗМЕРЕНИЯ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА. СПЕКТРОСКОПИЯ СОСТОЯНИЯ В СТРУКТУРАХ. (заключительный)

Этап 6

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.

В.Н. Шастин 29,12,17 подпись, дата

Нижний Новгород 2017

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель проекта:

Зав. лаб. 113 отд. 110 ИФМ РАН, доктор физикоматематических наук

<u>29.12.20/7</u>Шастин В. Н. (введение, разделы 1,2,3,4,5,6,7,8,9 заключение)

подпись, дата

Исполнители:

Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания

29.12.2017 подпись, дата

Цыпленков В. В. (раздел 1,2)

Электроник, без ученой степени, без ученого звания

Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания

29.12.17

подпись, дата

юдпись, дата

подпись, дата

29.12.2017

17

Орлов М. Л. (раздел 7)

Дербенева Н.В. (раздел 1)

Сергеев С. М. (раздел 2)

Младший научный сотрудник, аспирант

Младший научный сотрудник, кандидат физикоматематических наук, без ученого звания

Старший научный сотрудник, кандидат физикоматематических наук, без ученого звания

Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания

Научный сотрудник, кандидат физико-математических наук, без ученого звания подпись, дата

n 99 12 2017

29 12 20175

Жукавин Р. Х. (раздел 2, 3,4)

Ковалевский К. А. (раздел 2, 5,6)

подпись, дата

29.12,2012

подпись, дата

Бекин Н. А. (раздел 5)

29.12.2017 cu

подпись, дата

Юрасов Д.В. (раздел 5)

2

ΡΕΦΕΡΑΤ

Отчет 182 с., 59 рис., 12 источников, 7 приложений

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

Проект направлен на создание станции по измерению методом пробного импульса времен быстропротекающих процессов на базе ЛСЭ в Новосибирске, а так же изучение физики неравновесных состояний в кристаллах кремния и германия, направленное на развитие источников ТГц излучения на базе кремния и детекторов электромагнитного излучения на базе германия.

Задачами шестого этапа являются:

 теоретические расчеты темпов релаксации состояний примесных центров в германии в условиях одноосной деформации кристаллов;

- измерение временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров сурьмы и мышьяка в одноосно-деформированном германии, а так же кремний-германиевых наноструктурах на собранной в рамках данного проекта установке на базе лазера на свободных электронах и ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения;

 измерение временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров и акцепторов в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса с использованием излучения лазера на свободных электронах;

- обнаружение и исследование эффекта сильного поля, т.е. влияние излучения лазера на свободных электронах (ЛСЭ) на локализованные состояния примесей в кремнии с использованием лазера на свободных электронах;

- исследование эффектов комбинационного рассеяния света на состояниях примесных центров (Рамановская спектроскопия).

- нелинейная терагерцовая спектроскопия экситонных состояний в структурах на основе полупроводников III-V групп: анализ и построение физической модели явления.

Работы шестого заключительного этапа проведены с использованием современных апробированных методов. Российской стороной совместного проекта работы выполнены с использованием трех уникальных научных установок, оборудования трех центров коллективного пользования и одного объекта зарубежной научной инфраструктуры. Задачи шестого заключительного этапа были выполнены полностью. Проведенные работы полностью соответствуют план-графику и требованиям технического задания.

3

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ
1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЕ РАСЧЕТЫ ЗАВИСИМОСТЕЙ ОТ ОДНООСНОЙ ДЕФОРМАЦИИ ТЕМПОВ РЕЛАКСАЦИИ ВОЗБУЖДЕННЫХ СОСТОЯНИЙ МЕЛКИХ ДОНОРОВ В КРИСТАЛЛЕ ГЕРМАНИЯ9
1.1 Общие положения теоретической модели 9 1.2 Результаты расчетов. 13 Как видно из рисунков, зависимости от деформации темпа излучения междолинных 13 фононов имеет резкий обрыв справа. Это связано с особенностью дисперсии фононов на границе зоны Бриллюэна, при которой небольшое изменение энергии фонона приводит к 13 большому изменению его волнового вектора. Изоэнергетическая поверхность фононов на границе зоны аппроксимировалась цилиндрической поверхностью, с сечением основания стремящимся к нулю, при стремлении энергии перехода к энергии фонона с волновым векторов, лежащим точно в точке X зоны Бриллюэна. 16 1.3 Оценка скоростей релаксации возбужденных состояний акцепторов в германии
2. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ РЕЛАКСАЦИИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ ДОНОРОВ СУРЬМЫ В ОДНООСНО- ДЕФОРМИРОВАННОМ ГЕРМАНИИ НА СОБРАННОЙ В РАМКАХ НАСТОЯЩЕГО ПРОЕКТА УСТАНОВКЕ НА БАЗЕ ЦКП СИБИРСКОГО ЦЕНТРА СИНХРОТРОННОГО И ТЕРАГЕРПОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ
2.1 Используемое оборудование 20 2.2 Результаты работ 20
3. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ВРЕМЕНИ РЕЛАКСАЦИИ ВОЗБУЖДЕННЫХ СОСТОЯНИЙ МЕЛКИХ ДОНОРНЫХ ЦЕНТРОВ ВИСМУТА И АКЦЕПТОРОВ В ОДНООСНО-ДЕФОРМИРОВАННОМ КРЕМНИИ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА28
3.1 Используемое оборудование 28 3.2 Измерения методом пробного импульса в SI:BI 28 3.3 Измерения методом пробного импульса в SI:Mg ⁰ 31
4. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ВРЕМЕНИ РЕЛАКСАЦИИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ МЕЛКИХ ДОНОРНЫХ И АКЦЕПТОРНЫХ ЦЕНТРОВ В ОДНООСНО- ДЕФОРМИРОВАННОМ КРЕМНИИ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ЛАЗЕРА НА СВОБОДНЫХ ПЕРЕХОДАХ
 4.1 Используемое оборудование
5. ИЗМЕРЕНИЙ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ В СЕЛЕКТИВНО ЛЕГИРОВАННЫХ КВАНТОВЫХ ЯМАХ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЙ- ГЕРМАНИЯ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА
5.1 Используемое оборудование
6. ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ РЕЛАКСАЦИИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ МЕЛКИХ ДОНОРОВ МЫШЬЯКА В ОДНООСНО- ДЕФОРМИРОВАННОМ ГЕРМАНИИ НА СОБРАННОЙ В РАМКАХ НАСТОЯЩЕГО ПРОЕКТА УСТАНОВКЕ НА БАЗЕ ЦКП СИБИРСКОГО ЦЕНТРА СИНХРОТРОННОГО И ТЕРАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ
6.1 Используемое оборудование

ОДНООСНО-ДЕФОРМИРОВАННОМ КРЕМНИИ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА

ПРИЛОЖЕНИЕ Е АКТ И ПРОТОКОЛ ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ В СЕЛЕКТИВНО ЛЕГИРОВАННЫХ КВАНТОВЫХ ЯМАХ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЙ-ГЕРМАНИЯ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА 162

ПРИЛОЖЕНИЕ Ж МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ В СЕЛЕКТИВНО ЛЕГИРОВАННЫХ КВАНТОВЫХ ЯМАХ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЙ-ГЕРМАНИЯ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА 171

ВВЕДЕНИЕ

Работы шестого этапа являются заключительными совместного Российско-Германского проекта. Главная цель Российской составляющей настоящего проекта – построение станции для измерения времен быстропротекающих процессов методом пробного импульса с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах (ЛСЭ) и проведение исследований релаксационной динамики неравновесных состояний мелких примесей в кристалле германия и кремний-германиевых наноструктурах с ее использованием. На данном этапе с использованием построенной установки был проведены экспериментальные исследования времен релаксации состояний доноров сурьмы и мышьяка в одноосно-деформированном германии, а так же в кремнийгерманиевых наноструктурах

В ходе работ шестого этапа были завершены теоретические расчеты времен релаксации возбужденных состояний донорных центров в кристалле германия. Проведение таких работ связано с необходимостью понимания физики релаксационных процессов в легированных мелкими примесями полупроводниках и интерпретация получаемых результатов измерений методом пробного импульса. Так же были проведены измерения темпов релаксации состояний донорных и акцепторных центров в кремнии методом пробного импульса (pump-probe) с использованием ЛСЭ в Дрездене-Россендорфе. Измерения релаксационной динамики методом пробного импульса в деформированных кристаллах проводятся в ходе настоящего проекта впервые в мире.

Задачей иностранного партнера в рамках совместного проекта является построение исследовательских установок на базе ЛСЭ в Дрездене-Россендорфе и проведение соответствующих исследований. На данном этапе проведены работы по обнаружению и исследованию эффекта сильного поля, т.е. влияние излучения лазера на свободных электронах (ЛСЭ) на локализованные состояния доноров фосфора и акцепторов бора в кремнии, работы по Рамановской спектроскопии примесных центров, исследования экситонных состояний в структурах типа A3B5 с использованием лазера на свободных электронах.

Научные работы иностранного и Российского коллективов занимаются изучением разных эффектов, но имеют общий объект исследования – кристаллический кремний и германий, легированные мелкими примесными центрами. В этом плане работы являются взаимодополняющими, научно-прикладная цель которых – развитие источников и детекторов электромагнитного излучения в ТГц диапазоне частот.

Весь проект был разделен на семь этапов работ. По итогам каждого этапа был подготовлен отчет, включающий аннотационный отчет иностранного партнера:

- отчет о ПНИ за этап 1 «Подготовительный»;

- отчет о ПНИ за этап 2 «Подготовка рабочих станций. Изготовление образцов»;

- отчет о ПНИ за этап 3 «Подготовка рабочих станций. Измерения методом пробного импульса. Исследование эффекта сильного поля»;

- отчет о ПНИ за этап 4 «Измерения методом пробного импульса. Исследование эффектов сильного поля и Рамановская спектроскопия. Нелинейная спектроскопия в гетероструктурах»;

- отчет о ПНИ за этап 5 «Рамановская и нелинейная спектроскопия. Измерения методом пробного импульса. Спектроскопия насыщения»;

- отчет о ПНИ за этап 6 (заключительный) «Рамановская спектроскопия. Измерения методом пробного импульса. Спектроскопия экситонных состояний. Эффект сильного поля. Измерения методом пробного импульса. Спектроскопия состояний с структурах».

Проведенные в 2017 г. на заключительном этапе работы завершают запланированный в данном проекте цикл экспериментальных и теоретических исследований неравновесных состояний примесных центров в кристаллических полупроводниках и полупроводниковых. Выполненный в ходе всего проекта работы соответствуют план-графику и достигают поставленных целей. 1. Теоретические расчеты зависимостей от одноосной деформации темпов релаксации возбужденных состояний мелких доноров в кристалле германия

В данной главе приводится описание результатов численного вычисления скоростей релаксации возбужденных состояний 2s, 3s, $3p_0$ и $2p_{\pm}$ для доноров сурьмы и мышьяка в кристалле германия в зависимости от одноосной деформации сжатия в кристаллографическом направлении [111]. Результаты расчетов частично опубликованы в [*P.X. Жукавин et al, письма в ЖЭТФ, 106, 9, 555 (2017)*].

1.1 Общие положения теоретической модели

Для описания состояний донорных в кристалле германия использовались волновые функции, построенные в рамках метода эффективных масс. Зона проводимости германия имеет четырехкратное вырождение, и её минимумы (долины) в k-пространстве ориентированы вдоль кристаллографических направлений [111], [1-1], [1-11], [-111] (рисунок 1).



Рисунок 1 – Расположение долин зоны проводимости германия в пространстве волновых векторов

Согласно методу эффективных масс в многодолинных полупроводниках волновые функции донорных состояний являются линейными комбинациями функций различных долин с одной энергией *E* и представляются в виде:

$$\Psi_l = \sum_l \alpha_l F_n^l(\vec{r}) \varphi_l(\vec{k}, \vec{r}), \qquad (1)$$

где $\varphi_l(k,r)$ – блоховская волновая функция на дне зоны проводимости *l*-ой долины, $F_n^l(r)$ – огибающая волновой функции донорного состояния *n*-го уровня *l*-ой долины, а α_l – коэффициенты, определяющиеся из соображений симметрии для точечной группы тетраэдра T_d и отражающие распределение волновой функции по долинам. Суммирование в кристалле германия проводится по четырем долинам.

Основное 1s-состояние мелких доноров в германии расщеплено на однократно вырожденное состояние 1s(A) и трехкратно вырожденное 1s(T). В случае одноосного сжатия в направлении [111] триплет расщепляется на однократно и двукратно вырожденные состояния. Распределение связанного состояния по долинам зоны проводимости германия так же зависит от приложенной деформации. Волновая функция основного Ψ_1 и первого возбужденного 1s-типа Ψ_2 состояний мелкого донора при одноосном сжатии вдоль направления [111] следующим образом распределяются по долинам:

$$\Psi_{1} = \frac{1}{\sqrt{3 + \alpha^{2}}} (\alpha 111)$$

$$\Psi_{2} = \frac{1}{\sqrt{3 + \beta^{2}}} (\beta 111)$$
(2)

где $\alpha = -1 + 2\frac{\Delta}{4\Delta_c} + 2\sqrt{1 - \frac{\Delta}{4\Delta_c} + (\frac{\Delta}{4\Delta_c})^2}$, $\alpha\beta = -3$, Δ – междолинное расщепление, $\Delta_c - \frac{1}{4}$ энергетического зазора между основным и 1s триплетным состояниями в недеформированном кристалле. Образовавшееся при расщеплении 1s-триплета дуплетное состояние. Для состояний мелких доноров в германии, энергия которых линейно зависит от прикладываемого к кристаллу давления в направлении [111] были выбраны следующие симметрии распределения по долинам зоны проводимости:

$$(1\ 0\ 0\ 0)$$

$$\frac{1}{\sqrt{3}}(0\ 1\ 1\ 1)$$

$$\frac{1}{\sqrt{2}}(0\ 1\ 0\ -1)$$

$$\frac{1}{\sqrt{6}}(0\ 1\ -2\ 1)$$
(3)

В качестве огибающих волновых функций состояний были использованы пробные волновые функции с варьируемыми параметрами, определяющими локализацию состояния в пространстве.

Эти функции в представлении волновых векторов и в системе координат, в которой долина ориентирована вдоль оси *x*, даются следующими выражениями:

$$F_{1s} = \frac{2a\sqrt{2b}}{\pi} * \frac{1}{((k_x * b)^2 + (k_y * a)^2 + (k_z * a)^2 + 1)^2}$$

$$F_{2p0} = \frac{8\sqrt{2}ab^{3/2}}{\pi} * \frac{k_x}{((k_x * b)^2 + (k_y * a)^2 + (k_z * a)^2 + 1)^3}$$

$$F_{2s} = \frac{4\sqrt{2ab^2}}{\pi} * \left(\frac{1}{((k_x * b)^2 + (k_y * a)^2 + (k_z * a)^2 + 1)^2} - \frac{2}{((k_x * b)^2 + (k_y * a)^2 + (k_z * a)^2 + 1)^3}\right)$$
(4)

$$F_{3p0} = \frac{32ab^{3/2}}{\sqrt{3}\pi} * k_z * \frac{2((k_x * b)^2 + (k_y * a)^2 + (k_z * a)^2) - 1}{((k_x * b)^2 + (k_y * a)^2 + (k_z * a)^2 + 1)^4}$$

$$F_{2p\pm} = \frac{8\sqrt{2}a^2\sqrt{b}}{\pi} * \frac{k_z + ik_y}{((k_x * b)^2 + (k_y * a)^2 + (k_z * a)^2 + 1)^3}$$

Электрон-фононное взаимодействие описывалось в рамках акустического деформационного потенциала. Междолинными переходами при излучении фононов пренебрегалось. Матричный элемент перехода между состояниями донора с излучением длинноволнового акустического фонона имеет вида:

для взаимодействия с продольными фононами:

$$\int \left\langle n_{q} + 1 \middle| \varphi_{i}^{*}(\mathbf{k},\mathbf{r}) \left(\sum_{\alpha} \mathbf{F}(\mathbf{r} - \mathbf{R}_{\mathbf{a}\alpha}) \mathbf{e}_{sq} \sqrt{\frac{\hbar}{2NV\rho\omega_{q}}} a_{qs}^{+} \right) \varphi_{j}(\mathbf{k},\mathbf{r}) \middle| n_{q} \right\rangle d\mathbf{r} = iq \sqrt{\frac{\hbar(n_{q} + 1)}{2NV\rho\omega_{q}}} (\Xi_{u} \cos^{2} \vartheta + \Xi_{d})$$
(5)

для взаимодействия с поперечными фононами:

11

$$\int \langle n_q + 1 | \varphi_i^*(\mathbf{k}, \mathbf{r}) \left(\sum_{\alpha} \mathbf{F}(\mathbf{r} - \mathbf{R}_{\mathbf{a}\alpha}) \mathbf{e}_{sq} \sqrt{\frac{\hbar}{2NV\rho\omega_q}} a_{qs}^+ \right) \varphi_j(\mathbf{k}, \mathbf{r}) | n_q \rangle d\mathbf{r} = iq \sqrt{\frac{\hbar(n_q + 1)}{2NV\rho\omega_q}} (\frac{1}{2} \Xi_u \sin 2\vartheta)$$

где \mathcal{G} – угол между волновым вектором **q** и осью симметрии долины, $|n_q\rangle$ – волновая функция фононов, n_q – число фононов в моде с волновым вектором **q**, **F** ($\mathbf{R}_{a\alpha}$, **r**) имеет смысл силы, действующей со стороны иона решетки, положение которого $\mathbf{R}_{a\alpha}$, на электрон с координатами **r**, α – номер этого иона в ячейке, положение которой в кристалле задается вектором **a**, *V* - объем кристалла, ρ его плотность. Закон дисперсии фононов принимается изотропным.

При расчете вероятностей внутридолинных переходов при взаимодействии с акустическими фононами возникает сложность из-за сложной долинной структуры кристалла германия (рисунок 1), т.к. фонон с определенным волновым вектором, приводящий к переходу внутри одной долины, приводит также к переходу в другой. При этом матричные элементы переходов в различных долинах с излучением одного и того же фонона не равны. Кроме того, при строгом подходе вероятность перехода между состояниями донора определяется не только квадратами матричных элементов переходов в различных долин, но и произведениями матричных элементов переходов в различных долин, но и произведениями матричных элементов переходов в различных долинах (перекрестные матричные элементы). Вследствие чего, зависимость полного матричного элемента перехода от ориентации волнового вектора в пространстве фонона становится очень нетривиальной, сильно зависящей от направления вектора q и меняющаяся при этом на несколько порядков. Это приводит к сложностям в численном счете.

Однако из-за того, что долины зоны проводимости германия обладают сильной анизотропией, и того, что продольный и сдвиговый деформационные потенциалы отличаются почти в четыре раза, значения матричных элементов переходов внутри одной долины становятся существенными в относительно небольшой области углов, задающих ориентации волнового вектора фонона, а именно, когда ориентации волновых векторов близки к оси симметрии долины. Это значит, что если при определенном направлении волнового вектора фонона матричный элемент в одной долине дает существенную величину, то матричный элемент в другой долине притом же волновом векторе будет, как правило, гораздо меньше. Как следствие, величины перекрестных матричных элементов становятся достаточно малыми по сравнению с матричными элементами переходов внутри одной долины, и в большинстве случаев ими можно пренебречь. Сказанное справедливо для переходов между состояниями, ось симметрии которых совпадает с осью симметрии долины, т.е. в которых квантовое число *m* равняется нулю. Если *m* не равно нулю, как в случае переходов с участием состояния $2p_{\pm}$, при расчетах темпов внутридолинных переходов нужно проявлять особую аккуратность.

12

1.2 Результаты расчетов

Деформационные зависимости скоростей релаксации состояния $2p_0$, связанного с нижними долинными зоны проводимости одноосно-сжатого германия, и отщепленных 1s состояний для доноров сурьмы и мышьяка проведены на предыдущем этапе и описаны в отчете за пятый этап работ по проекту. На шестом этапе работ проведены вычисления скоростей релаксации 2s, 3s, $3p_0$ и $2p_{\pm}$ в зависимости от одноосной деформации сжатия в кристаллографическом направлении [111] для доноров мышьяка и сурьмы в кристалле германия. Для доноров мышьяка, как для более глубоких по сравнению с сурьмой, были рассмотрены так же междолинные процессы электрон-фононного взаимодействия.

Схема уровней донора мышьяка в зависимости от междолинного расщепления при одноосной деформации кристалла представлена на рисунке 2.



Рисунок 2 – Схема уровней донора мышьяка в кристалле германия в зависимости от одноосной деформации сжатия в направлении [111]

Спектр примесей сурьмы качественно похож на спектр мышьяка, только доноры сурьмы имеют меньший химический сдвиг.

Релаксация состояния $2p_{\pm}$ определяется в основном переходами в состояние $3p_0$ и составляет для доноров сурьмы значение $5.9 \times 10^8 \text{ c}^{-1}$. Темп перехода в состояние $2p_0$ для того же донора равняется $3.23 \times 10^7 \text{ c}^{-1}$. Энергия такого перехода не изменяется при деформации. Темпы переходов из состояния $2p_{\pm}$ в 1s состояния (как основное, так и состояния, образованные расщеплением при деформации 1s триплета) пренебрежимо малы. Как следствие скорость релаксации этого состояния практически не зависит от прикладываемого к кристаллу давления, как для доноров сурьмы,

так и для доноров мышьяка. На рисунках ниже представлены рассчитанные зависимости темпов релаксации от междолинного расщепления, возникающего при одноосной деформации кристалла (давление 1кбар соответствует междолинному расщеплению в кристалле германия 10.81 мэВ).



Рисунок 3 – Зависимость темпов релаксации состояния 2s от междолинного расщепления для доноров мышьяка в германии



Рисунок 4 – Зависимость темпов релаксации состояния 2s от междолинного расщепления для сурьмы в германии



Рисунок 5 – Зависимость темпов релаксации состояния 3p₀ от междолинного расщепления для доноров мышьяка в германии при взаимодействии с междолинными фононами



Рисунок 6 – Зависимость темпов релаксации состояния 3p_± от междолинного расщепления для доноров мышьяка в германии при взаимодействии с междолинными фононами



Рисунок 7 – Зависимость темпов релаксации состояния 2s от междолинного расщепления для доноров мышьяка в германии при взаимодействии с междолинными фононами

Как видно из рисунков, зависимости от деформации темпа излучения междолинных фононов имеет резкий обрыв справа. Это связано с особенностью дисперсии фононов на границе зоны Бриллюэна, при которой небольшое изменение энергии фонона приводит к большому изменению его волнового вектора. Изоэнергетическая поверхность фононов на границе зоны аппроксимировалась цилиндрической поверхностью, с сечением основания стремящимся к нулю, при стремлении энергии перехода к энергии фонона с волновым векторов, лежащим точно в точке X зоны Бриллюэна.

1.3 Оценка скоростей релаксации возбужденных состояний акцепторов в германии

Для оценки темпов релаксации состояний акцепторных центров был использован гамильтониан Латинжера-Кона. Так как в кристалле германия спин-отщепленная подзона валентной зоны находится на достаточно большом удалении от дна валентной зоны (больше энергии основного состояния мелких акцепторов), то ее влиянием на состояния примеси можно пренебречь. В этом случае Гамильтониан Латинжера-Кона учитывает только влияние тяжелой и легкой подзон валентной зоны германия и представляет собой матрицу размерности 4×4.

Для оценок был выбран акцепторный центр галлия, поскольку именно с этой примесью проведены в ходе настоящего проекта измерения динамики релаксации неравновесного распределения фотовозбужденных носителей методом пробного импульса (pump-probe) с использованием излучения лазера на свободных (ЛСЭ) электронах в центре Гельмгольца в Дрездене-Россендорф (HZDR, FELBE). Результаты это работы опубликованы в журнале Physica status solidi b [*Nils Deβmann, S. G. Pavlov, V. V. Tsyplenkov, E. E. Orlova, A. Pohl, V. N. Shastin, R. Kh. Zhukavin, S. Winnerl, M. Mittendorff, J. M. Klopf, N. V. Abrosimov, H. Schneider, and H.-W. Hübers, Dynamics of nonequilibrium charge carriers in p-germanium doped by gallium, Phys. Status Solidi B 254, No. 6, 1600803 (2017) / DOI 10.1002/pssb.201600803]. В ходе этих эксперименбтальных работ показано, что время захвата фотоионизованных носителей потенциалом примеси уменьшается при увеличении мощности излучения ЛСЭ от значения ~10.9 нс при потоке квантов накачки 1.2 \times 10^{24} см⁻²c⁻¹ до значения ~1.2 нс при потоке квантов накачки 2 \times 10^{26} см⁻²c⁻¹. Время релаксация внутри валентной зоны не зависит от мощности излучения ЛСЭ и составляет значения ~200 пкс. Измерены так же внутрицентровые времена релаксации. При возбуждении состояния 1\Gamma_8^- измеренное время значение ~275 пкс, в то время как времена релаксации высших возбужденных состояний 2\Gamma_8^-, 3\Gamma_8^- и меют значения ~160 пкс. Ниже на рисунках 8 – 10 показаны ритр-ргове отклики среды при возбуждении состояний 1\Gamma_8^-, 2\Gamma_8^-, 3\Gamma_8^- и зависимости измеренного времени релаксации от мощности излучения лСЭ.*



Рисунок 8 – Сверху показан pump-probe отклик среды при возбуждении Ge:Ga образца в состояние 1Г₈⁻ (черная линия). Цветные линии – интерполяционные кривые, аппроксимирующие сигнал и выделяющие в нем различные составляющие, связанные с различными релаксационными процессами. Снизу показана зависимость измеренного времени от мощности излучения ЛСЭ.



Рисунок 9 – Сверху показан pump-probe отклик среды при возбуждении Ge:Ga образца в состояние 2Г₈⁻ (черная линия). Красная линия – интерполяционная кривая, аппроксимирующая сигнал. Снизу показана зависимость измеренного времени от мощности излучения ЛСЭ.



Рисунок 10 – Сверху показан pump-probe отклик среды при возбуждении Ge:Ga образца в состояние 3Г₈⁻ (черная линия). Цветные линии – интерполяционные кривые, аппроксимирующие сигнал и выделяющие в нем различные составляющие, связанные с различными релаксационными процессами. Снизу показана зависимость измеренного времени от мощности излучения ЛСЭ.

Для интерпретации полученных экспериментальных данных были проведены оценки времен релаксации возбужденных связанных акцепторных центров. Волновые функции описывались, используя гамильтониан Латинжера размерности 4×4 и сферическое приближение.

$$H = \frac{\hbar^2}{2m_0} \left\{ (\gamma_1 + 2.5\gamma) \frac{\hat{\mathbf{p}}^2}{2} - \gamma (\hat{\mathbf{p}} \,\mathbf{S})^2 \right\}$$
(6)

Использовалось следующее общее выражение для волновых состояний:

$$F^{j}(r,\theta,\varphi) = \sum_{l} r^{l} \exp(-\frac{r}{r_{l}}) \sum_{m=-l}^{l} c_{jlm} Y_{lm}(\theta,\varphi)$$
(7)

Где j – номер компоненты вектора F(r). Энергии состояний не вычислялись, а использовались известные значения, взятые из эксперимента. Знание этих значений позволяло осуществлять подгонку параметров, задающих локализацию волновых функций в пространстве.

Взаимодействие с длинноволновыми акустическими фононами описывалось в рамках методики, аналогичной используемой для расчета переходов в донорах. Пренебрегая анизотропией дисперсии фононов и делая сильные упрощения в выражениях для волновых функций, получилось, что релаксация состояний $2\Gamma_8^-$, $3\Gamma_8^-$ определяется в основном переходами в состояние $1\Gamma_8^-$, которое, в последствии, релаксирует на переходе в основное состояние мелкого акцептора. Оценочные значения для времен релаксации состояний $2\Gamma_8^-$, $3\Gamma_8^- - \sim 200$ пкс, и чуть меньшее значение для времени релаксации $1\Gamma_8^-$, что качественно соответствует эксперименту и подтверждает правильность интерпретации данных измерений, полученных методом ритр-ргове. 2. Проведение измерения временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров сурьмы в одноосно-деформированном германии на собранной в рамках настоящего проекта установке на базе ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения.

2.1 Используемое оборудование

Работы данного раздела проведены с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах, который относится к уникальным научным установкам, а так же оборудования центра коллективного пользования «Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения». Акт и протокол работ представлены в приложении А, методика измерений – в приложении Б. Результаты данных работ опубликованы в журнале «Письма в ЖЭТФ» [*P.X. Жукавин еt аl., Времена низкотемпературной внутрицентровой релаксации мелких доноров в Ge, Письма в ЖЭТФ, VOLUME 106 / ISSUE 9 / PAGE 555*]. Кроме того, в 2017 г. построенная в ходе настоящего проекта установка по измерению времен быстропротекающих процессов на базе Новосибирского ЛСЭ была оборудована дифракционными решетками для точного определения длины волны излучения ЛСЭ, которые были изготовлены в ИЯФ СО РАН с использованием уникальной научной установки «ВЭПП-З». Акт изготовления представлен в приложении В.

2.2 Результаты работ

Слиток монокристаллического германия был выращен методом Чохральского с концентрацией сурьмы порядка 10^{15} см⁻³ и малой ком пенсацией (10^{12} см⁻³). Образец № 1 для измерений при деформации имел размеры 1.5 мм × 5 мм × 7 мм, причем нормаль к грани 1.5 мм × 5 мм совпадала с направлением [111] кристалла. Образец № 2 для исследования без деформации отличался меньшей толщиной – 0.5 мм. Грани образцов были полированы. Торцы 5 мм × 7 мм, пересекаемые лучами, не были параллельны: угол между плоскостями составлял ~ 1 °. Оптическая схема эксперимента представлена на рисунке 8.

Давление к образцу прикладывалось с помощью специального модуля, изготовленного по аналогии с описанным в работе [7]. Образцы помещали в проточный гелиевый криостат Janis ST-100 с окнами TPX. Экспериментальная установка "накачка-зондирование" [8] при Сибирском центре синхротронного и терагерцового излучения в качестве источника использует ЛСЭ NovoFEL [9, 10]. В данном эксперименте была задействована первая очередь ЛСЭ с возможностью перестройки в диапазоне 90–220 мкм. Входное излучение делилось с помощью поляризатора на пучки накачки (pump) и зондирования (probe).

20



Рисунок 8 – Схема эксперимента

Далее зондирующий луч попадал в автоматизированную линию задержки. Задержка времени прихода τ зондирующего импульса на образец относительно импульса накачки менялась в интервале от 0 до 4 нс с шагом ~ 10 пкс. Пучки фокусировали таким образом, что диаметр пятна на поверхности образца составлял порядка 1 мм для зондирующего излучения и 2 мм для излучения накачки. Угол между пучками $\alpha = 15^{\circ}$. Излучение каждого пучка после прохождения образца попадало на приемники Голея. Мощности обоих лучей можно было менять независимо с сохранением поляризации при помощи системы из двух поляризаторов в каждом канале. Мощность импульса накачки варьировалась в диапазоне 100–300 Вт, зондирующего – в диапазоне 1–30 Вт. Длительность импульса составляла ~ 100 пс, что позволило достигать точности измерения ~ 150 пс. Чтобы излучение накачки не влияло на сигнал приемника в канале зондирования, поляризаторы в пучках ставили под углом 90°, а в канале зондирования перед приемником стоял дополнительный поляризатор, ориентированный таким образом, чтобы прохождение излучения накачки было минимальным. Излучение накачки модулировалось с помощью оптического прерывателя на частоте 15 Гц и сигнал с приемника зондирующего импульса подавался на синхронный усилитель. Характерное время спадания сигнала в простой двухуровневой модели интерпретируется как время жизни верхнего уровня. В случае если в системе присутствует несколько уровней, и квант возбуждения соответствует переходам выше первого возбужденного состояния, характерное время спада сигнала определяется временем возвращения донора в основное состояние. Результаты и обсуждение. Основное внимание было уделено исследованию линии поглощения на переходе в состояние $2p_+$ как самой сильной в спектре поглощения донора сурьмы в германии [11]. Тестирование экспериментальной установки происходило на длине волны 104 мкм, что соответствует ионизации донора сурьмы. Ранее такие эксперименты на недеформированном кристалле германия были проведены с применением аналогичной установки в исследовательском центре Дрезден-Россендорф [6].

Сигнал модуляции зондирующего луча хорошо аппроксимируется экспоненциальным законом с характерным временем спадания t = 1.9 нс, что достаточно хорошо совпадает с результатом [6]. Рисунок 9 демонстрирует сигнал модуляции для случая возбуждения состояния $2p_+$ в недеформированном образце Ge:Sb при различных температурах решетки: 4, 20, 30, 40 К. Рисунок 10 показывает сравнение сигналов, измеренных на длинах волн 150, 139 и 104 мкм образца № 2 без деформации. Время релаксации составляет t = 1.9 нс для $\lambda = 104$ мкм (ионизация донора), 1.0 нс для 139 мкм (состояние $3p_{\pm}$) и 2.0 нс для 150 мкм ($2p_{\pm}$). Сравнение времен явно указывает на отклонение от модели каскадной релаксации, когда электрон последовательно проходит через соседние возбужденные уровни энергии, что должно быть при условии $q \cdot a \gg 1$ (q – модуль вектора фонона, а – боровский радиус примесного состояния) [12]. Возможным объяснением данного факта может быть влияние междолинных ТА-фононов с характерной энергией ~ 10 мэВ, близкой к энергии возбуждения уровня $3p_{\pm}$ (8.9 мэВ). Рисунок 11 демонстрирует сравнение откликов для состояния $2p_{\pm}$ в образце, сдавленном вдоль направления [111] и без деформации при температуре 4 К. Сравнение двух случаев, представленных на рисунке 11, показывает как качественное, так и количественное различие в сигнале "накачка-зондирование": приложение давления приводит к появлению быстрого пика (~ 100 пкс) вблизи нулевой разности хода лучей и общему удлинению времени релаксации до 3.2 нс.



Рргове = 14 Вт. Длина волны $\lambda = 150$ мкм.



На рисунке 12 изображено положение уровней донора в отсутствии одноосного давления S = 0 и при таком значении одноосного давления вдоль [111] $S > S_0$, когда междолинное расщепление превышает величину "химического" сдвига (порядка 0.4 мэВ для сурьмы) и основное состояние примеси уже можно рассматривать как образованное лишь одной долиной зоны проводимости германия [13].



Рисунок 12 – Схема уровней энергии донора Sb в деформированном (справа) и недеформированном (слева) кристалле Ge. Давление вдоль кристаллографического направления [111]. Стрелки, направленные вверх, показывают линии возбуждения; волнистые стрелки, направленные вниз, показывают наиболее вероятный канал релаксации состояния 2p±

Основное состояние донора синглетно и для случая S = 0 отделено от первого возбужденного уровня (триплета) на малую величину "химического" сдвига. По этой причине уже при давлениях S > 300 бар вкладом верхних долин в волновую функцию основного состояния можно пренебречь, и это приводит к тому, что оптические переходы из основного уровня идут в рамках одной долины. Если в случае S = 0 кристалл обладает кубической симметрией, и выбор двух перпендикулярных друг другу поляризаций накачки и зондирования произволен, то в условиях одноосной деформации $S > S_0$ переходы между состояниями $1s \rightarrow 2p_{\pm}$ разрешены правилами отбора лишь тогда,

когда имеется проекция электрического поля волны, перпендикулярная направлению деформации [111]. Поэтому при $S > S_0$ мы использовали поляризации накачки и зондирования, расположенные под углом 45° к оси [111], как показано на рисунке 13.



Рисунок 13 – Относительные ориентации долин зоны проводимости Ge и поляризаций электрического поля волны возбуждающего и зондирующего импульсов: (a) S = 0 и (b) при деформации S > S0

Данное обстоятельство в эксперименте может приводить к отличию формы откликов для случаев S = 0 и $S > S_0$ при задержках порядка длительности импульса $\tau \sim \Delta t$. Действительно, наведенная поляризация Р в первом случае параллельна поляризации накачивающего излучения и не взаимодействует с зондовым сигналом, а измеренное изменение поглощения пропорционально населенности нижнего состояния $\Delta \alpha \sim N_{1s}$. В случае же одноосной деформации кристалла наведенная излучением накачки поляризация среды определяется ориентацией долины, вдоль которой осуществляется сжатие [111], и в общем случае может не совпадать с поляризацией поля волны накачки. При возбуждении состояния $2p\pm$ при S > S0 вектор **P** лежит поперек направления [111] и взаимодействует с зондовым сигналом. При этом изменение поглощения в среде пропорционально разности населенностей Δα ~ N_{1s}-N_{2p±}, что можно избежать в случае кубической симметрии (недеформированном кристалле). Как известно, в двухуровневой системе электрон в поле световой волны претерпевает осцилляции с обобщенной частотой Раби $\Omega = (\mu^2 \cdot E^2/\hbar + \delta^2)^{1/2} (\mu - матричный$ элемент перехода под действием поля волны, E – напряженность электрического поля, \hbar – постоянная Планка, δ – отстройка частоты волны от частоты перехода), причем, как показывают оценки, в представленном эксперименте $\Omega \Delta t \sim 1 (\Delta t - длительность импульса возбуждения). Используя$ параметры, соответствующие эксперименту, на рисунке 14 продемонстрирован расчет Рабиосцилляций в ансамбле примесных атомов при импульсной накачке, из которого следует, что населенность верхнего уровня атомов претерпевает осцилляции за время импульса накачки Δt и сохраняет некое значение населенности после его окончания, меньшее максимального.



Рисунок 14 – Усредненная по ансамблю атомов населенность состояния $2p_{\pm}$, индуцированная импульсом накачки, при следующих значениях параметров: неоднородное уширение – 0.1 ($2\pi \times 10^{12}$ с⁻¹), отстройка $\delta = 0$ и интенсивность излучения накачки – 3 кВт/см².

Таким образом, короткий пик на рисунке 11 можно связать с наличием осцилляций Раби в атоме донора, которые в данном эксперименте не могут быть явно измерены из-за ограничения на временн ое разрешение, накладываемое длительностью импульса ЛСЭ. Вторая, более длинная, часть сигнала связана с релаксацией состояния донора с излучением акустических фононов при возвращении на основной уровень. Причины увеличения времени релаксации при одноосной деформации кристалла германия могут быть связаны как с уменьшением степени вырождения нижележащих уровней (ввиду исчезновения компонент в волновых функциях примесных состояний, связанных с верхними долинами зоны проводимости германия), так и с "отключением" взаимодействия с вышеупомянутыми междолинными акустическими фононами. Согласно проведенным теоретическим оценкам основной канал релаксации состояния 2p_± в недеформированном кристалле проходит через следующие состояния: $2p_{\pm} \rightarrow 3p_0 \rightarrow 2p_0 \rightarrow 1s^{(3)}(\Gamma_5)$, в деформированном – $2p_{\pm} \rightarrow$ $3p_0 \rightarrow 2p_0 \rightarrow 1s^{(1)}(\Gamma_1)$ (см. рисунок 12). Основное отличие во временах релаксации состояния $2p_{\pm}$ по данным каналам связано с разницей в темпах релаксации промежуточного состояния 2p₀. Переход $2p_0 \rightarrow 1s^{(3)}(\Gamma_5)$ в недеформированном кристалле имеет больший темп по сравнению с переходом $2p_0 \rightarrow 1s^{(1)}(\Gamma_1)$ в случае одноосного сжатия кристалла в направлении [111] из-за большей кратности вырождения состояния $1s^{(3)}(\Gamma_5)$. Следует отметить, что измерение времени релаксации мелких доноров методом неравновесной субмиллиметровой спектроскопии в недеформированном кристалле [3] дает хорошее согласие с результатами, полученными в настоящей работе для уровня 2*p*₊. Стоит отдельно упомянуть, что диапазон времен релаксации, полученных в данном эксперименте, лежит в наносекундном интервале, в то время как времена релаксации возбужденных уровней в акцепторах (галлий), измеренные по той же методике [6], оказываются на порядок меньше. В качестве теста, используя излучение Новосибирского ЛСЭ, было измерено время релаксации одного из переходов, ранее полученного в работе [5], что подтвердило заметно меньшее значение времени релаксации (200–250 пс). Заключение. Измерены времена релаксации возбужденных состояний мелких доноров Sb в германии при криогенных температурах. Время релаксации электронов при возбуждении уровня $2p_{\pm}$ составляет порядка 1.8 нс при температуре 4 K и снижается при повышении температуры до 0.8 нс при T = 30 K. Время релаксации электрона при возбуждении уровня $3p_{\pm}$ составляет порядка 0.9 нс. Укорочение времени релаксации по сравнению с уровнем $2p_{\pm}$ может быть связано с приближением к полосе междолинных фононов. Время релаксации электрона с уровня $2p_{\pm}$ при одноосном давлении вдоль кристаллографического направления [111] составляет порядка 3.2 нс, что мы связываем с изменением времени релаксации электрона с уровня $2p_0$ на основной уровень $1s(A_1)$. 3. Проведение измерений времени релаксации возбужденных состояний мелких донорных центров висмута и акцепторов в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса

3.1 Используемое оборудование

В данном разделе проводится описание работ по измерениям времен релаксации возбужденных состояний примесных центров (Bi, Mg^0) в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса (pump-probe). Измерения проведены с использованием оборудования зарубежной инфраструктуры – лазера на свободных электронах (ЛСЭ) в центре Гельмгольца в Дрездене-Россендорф (HZDR, FELBE). Акт и протокол работ представлены в приложении Г, методика измерений – в приложении Д.

3.2 Измерения методом пробного импульса в Si:Bi

Для измерения динамики релаксации возбужденных состояний мелких доноров в кремнии при оптическом возбуждении была применена методика пробного импульса (pump-probe). В соответствии с техническим заданием были проведены измерения на деформированном кремнии, легированном висмутом и двухзарядными центрами магния. Образец помещался в специально разработанный модуль, позволяющий прикладывать одноосное давление к образцу и охлаждался до температуры жидкого гелия. Калибровка величины давления осуществлялась посредством анализа спектров, снятых с помощью метода Фурье спектроскопии. На рисунке 15 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 $2p_0$ в условиях деформации, можно заключить, что в случае, изображенном на рисунке, величина прикладываемого давления равняется 200 и 750 бар. Следует отметить, что наблюдаемое уширение линий в спектре деформированного кремня связано с наличием неоднородного уширения, которое неизбежно появляется при деформации образца. Приложение давления на исследуемый образец приводит к неоднородности деформации в нем, ведущей к вариации положения основного состояния различных примесных центров, т.к. основное состояние состоит из вкладов всех шести долин зоны проводимости кремния, лежащих на осях как вдоль прикладываемого давления, так и на ортогональных. Однако эта неоднородность деформации не сказывается на возбужденных состояниях.



Рисунок 15 - Спектр поглощения в Si:Вi при различных величинах давления

Измерения времени релаксации в случае ионизации доноров висмута продемонстрировали время захвата на уровне 200 пс. Данные измерения проводились при умеренных мощностях возбуждения, чтобы не изменять эффективную температуру кристалла кремния. Результаты, полученные методом "pump-probe" представлены на рисунке 16.



Рисунок 16 – Ритр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки при фотоионизации донора и давлении 200 бар.

Так как время релаксации возбужденных состояний оказывается много короче, можно заключить что основной вклад в величину 200 пс дает процесс захвата ионизованных носителей заряда примесным центром при взаимодействии с длинноволновыми акустическими фононами.

Рисунок 17 демонстрирует результаты измерений динамики релаксации доноров висмута при возбуждении состояния 2p_± (19 мкм). Полученные данные показывают достаточно быстрый отклик при малых степенях возбуждения, достигающий времени порядка 20 пс. Увеличение интенсивности приводит к заметному удлинению отклика. Такое поведение вызвано выбросом электронов в зону проводимости, в результате чего в сигнал pump-probe начинает давать вклад процесс захвата.



Рисунок 17 – Сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки для возбуждения 2p_± при давлении 200 бар.

Короткое время релаксации можно связать с тем фактом, что при давлении порядка 200 бар одна из компонент уровня донора висмута, соответствующего состоянию $2p_{\pm}$, входит в резонанс с междолинным продольным оптическим фононом (g-LO). Излучение этого фонона приводит к быстрому оголению возбуждаемого состояния, и, как следствие, восстановлению поглощения в среде. Повышение мощности возбуждения приводит к увеличению переброса носителей заряда в зону проводимости (двуступенчатая ионизация), что ограничивает последующую релаксацию скоростью каскадного захвата с излучением длинноволновых акустических фононов и дает время pump-probe сигнала порядка 200 пс.

Рисунок 18 демонстрирует сигналы pump-probe для случая нижней компоненты уровня 2p₀ при давлении 200 бар. При малых интенсивностях заметно проявление быстрого процесса, что обусловлено взаимодействием с оптическими TO-f фононами. Аналогично предыдущему случаю, увеличение интенсивности вызывает удлинение времени из-за выброса в зону проводимости.

Ниже приведены данные по измерению времен релаксации возбужденных состояний доноров висмута в кремнии для величины одноосного давления около 750 бар (см. рисунок 19). Как видно из рисунка наблюдается длинное время релаксации, что вызвано выходом из резонанса с оптическими фононами.



Рисунок 18 – Ритр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки для возбуждения на длине волны 20.5 мкм при давлении 200 бар



Рисунок 19 – Ритр-ргове сигнал в Si:Вi при различных мощностях накачки на длине волны 22.4 мкм при давлении 750 бар.

3.3 Измерения методом пробного импульса в Si:Mg⁰

Были проведены измерения времен релаксации нейтрального донора магния методом памппроб при низких температурах. Как известно, линии поглощения при переходах из основного состояния магния лежат в диапазоне 96-107 мэВ (770-860 см⁻¹). Рисунок 20 демонстрирует спектр поглощения образца, содержащего нейтральные доноры магния как без давления, так и при приложении давления вдоль направления [001]. Теоретически рассчитанное поведение энергий донорных уровней в зависимости от междолинного расщепления при деформации в направлении [100] показан на рисунке 21. Линии, лежащие в указанном диапазоне расщепляются в соответствии с симметрией донора в кремнии. Несколько иначе ведут себя линии переходов, соответствующие переходам молекулярного комплекса Mg_2 и MgX центров. Целью экспериментов было исследование именно нейтральных центров Mg^0 .



Рисунок 20 – Спектр пропускания кремния, легированного магнием при температуре 6 Кельвин в отсутствии давления (черная линия) и при фиксированном давлении (красная линия).



Рисунок 21 – Поведение уровней донора магния при давлении вдоль направления [001].

Измерения были проведены с использованием установки памп-проб, работающей в центре Дрезден-Россендорф. В качестве источника излучения служит лазер на свободных электронах ЛСЭ FELBE, обладающий возможностью перестройки длины волны, генерирующий последовательность импульсов с частотой 13 МГц и длительностью импульса порядка 10 пс. В случае необходимости возможна перестройка линии ЛСЭ (рисунок 22).



Рисунок 22 – Спектры излучения ЛСЭ в необходимом диапазоне длин волн.

Образцы помещались в оптический гелиевый прокачной криостат (He flow cryostat). В случае приложения давления образец предварительно зажимается в модуле и предварительно промеряется для нахождения положения линии поглощения и интерпретации перехода на основе теоретических и экспериментальных данных.

Оптическая схема предполагает фокусировку пучков пампа и проба на образце, а также их наложение. Рисунок 23 демонстрирует профили пучков пампа и проба, находящиеся одной области.



Рисунок 23 – Фокусы пучков пампа (слева) и проба (справа) на поверхности образца, снятые камерой Spiricon.

Контроль совпадения фокусов пучков производился также с помощью отверстия (pinhole) с размерами порядка размера фокуса. Кроме того, использования pinhole позволяло контролировать длительность импульса ЛСЭ с помощью функции автокорреляции (рисунок 24).



Рисунок 24 – Функция автокорреляции пучка ЛСЭ.

Рисунок 25 демонстрирует временной отклик при возбуждении линии 2p₀ магния без давления. Как следует из рисунка, отклик содержит два вклада: короткий пик и более плавное спадание сигнала просветления. Проведенные дополнительные эксперименты с отстройкой длины волны от резонанса показали, что короткий отклик присутствует только в условиях резонанса. При отстройке, превышающей ширину линии излучения и линии поглощения в сигнале pump-probe присутствует только длинное время (рисунок 26).



Рисунок 25 – Сигнал pump-probe Si:Mg без давления в резонансе



Рисунок 26 – Сигнал pump-probe Si:Mg без давления вне резонанса.

Проведены измерения времени отклика методом памп-проб для деформированного кремния, легированного магнием при давлении, соответствующем спектру на рисунке 20. Рисунок 27 демонстрирует сигнал памп-проб при возбуждении нижней компоненты 2p₀. Как следует из эксперимента, временной отклик практически не отличается от случая недеформированного кремния. Аналогичный результат получен для других переходов Si:Mg: верхней компоненте состояния 2p₀ (соответствующего верхним долинам зоны проводимости кремния) и обеих компонент состояния 2p_±. Данный результат стоит особняком на фоне данных, полученных ранее для доноров пятой группы, имеющих энергии переходов, не превышающих энергию оптического фонона в кремнии.



Рисунок 27 – Сигнал pump-probe Si:Mg при давлении вдоль [001] и возбуждении нижней компоненты 2p₀.
4. Проведение измерений времени релаксации неравновесных состояний мелких донорных и акцепторных центров в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса с использованием лазера на свободных переходах

4.1 Используемое оборудование

В данном разделе проводится описание работ по измерениям времен релаксации возбужденных состояний акцепторов бора в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса (pump-probe) и кинетики ТГц фотолюминесценции кремниевых образцов, легированных нейтральными донорами магния, при межзонном возбуждении. Измерения методом пробного импульса проведены с использованием оборудования зарубежной инфраструктуры – лазера на свободных электронах (ЛСЭ) в центре Гельмгольца в Дрездене-Россендорф (HZDR, FELBE). Методика измерений – в приложении Е. Люминесцентная спектроскопия с временным разрешением с использованием уникальной научной установки УСУ «Фемтоспектр». Акты и протоколы работ представлены в приложении Д.

4.2 Измерения методом пробного импульса в Si:В

Ниже приводятся результаты измерений методом пробного импульса релаксационной динамики акцепторов бора в кристалле кремния. На рисунке 28 продемонстрирован спектр поглощения кремния, легированного акцепторными центрами бора, при температуре вблизи 6 К как в случае деформации вдоль кристаллографического направления [001], так и в случае ее отсутствия деформации. Смещение (расщепление) линий соответствует давлению порядка 750 бар.

Исследование линии Г8+ на энергии кванта около 40 мэВ вызвано возможностью лазерного процесса на переходе из этого состояния и важно понять влияние деформации на время этого перехода. На рисунке 29 показан сигнал при возбуждении наисильнейшей компоненты линии «4» на длинах волн 30.3 микрон. Как показало сравнение с имеющимися в литературе данными по временам релаксации недеформированного Si:В приложение одноосного давления не приводит к заметному изменению времени релаксации (30-40 пс). Такое поведение объясняется отсутствием выделенных резонансов с фононными частотами в отличие от доноров в кремнии.



Рисунок 28 – Спектр поглощения акцепторами бора (В) в Si в случае деформированного образца (черным) и отсутствия деформации (синим)



Рисунок 29 – Ритр-ргове сигнал в Si:Вi при накачке в линию «4» на длине волны 30.3 мкм.

4.3 Измерения кинетики фотолюминесценции при межзонном фотовозбуждении в Si:Mg⁰

Проведены измерения спектрокинетических характеристик фотолюминесценции Si:Mg при криогенных температурах под воздействием импульсного источника света. Такие измерения необходимы для исследования скорости оже-рекомбинации связанного примесью экситона. Измерения проводились с использованием уникальной научной установки в ИФМ РАН УСУ «Фемтоспектр».

Для исследования использовалась длина волны 532 нм с длительностью импульса 10 нс и изменяемой мощностью. Частота повторения импульсов 30 Гц. Образец помещался в оптический криостат замкнутого цикла, позволяющего получить температуру до 7 К. Излучение образца направлялось на вход монохроматора и детектор на основе германия охлажденного до температуры жидкого азота. Измерения проводились для кремния легированного магнием с различным содержанием лития, а также кремния, легированного фосфором для сравнения. Рисунок 30 представляет спектрокинетическую характеристику сигнала фотолюминесценции образца Si:Mg #97-1, содержащего около 10^{15} см⁻³ магния и около 10^{14} см⁻³ лития.



Рисунок 30 –. Спектрокинетическая характеристика сигнала фотолюминесценции кремния, легированного магнием с 10% добавкой лития в диапазоне 1080-1250 нм.

Наиболее интенсивная линия люминесценции сосредоточена вблизи длины волны 1125 нм и обладающая характерным временем спадания порядка 80 нс (Рисунок 31, слева). Кроме того, в на-

чальный момент времени существует область с длинноволновой стороны линии, обладающая более коротким временем релаксации (50 нс) (Рисунок 31, справа).



Рисунок 31 – Кинетика фотолюминесценции кремния, легированного магнием с 10% добавкой лития для длин волн излучения 1125 нм (слева) и 1135 нм (справа).

На рисунке 32 показана спектрокинетическая характеристика образца Si:Mg #97-1 в диапазоне 950 – 1300 нм. В коротковолновой части существуют линии, обладающие достаточно коротким временем релаксации.



Рисунок 32 – Спектрокинетическая характеристика сигнала фотолюминесценции кремния, легированного магнием с 10% добавкой лития в диапазоне 950 -1300 нм.

На рисунке 33 показана спектрокинетическая характеристика образца Si:Mg #138-2 в диапазоне 950 – 1300 нм. Сравнение с образцом 97-1 показывает более быстрое время релаксации. Рисунок 34 представляет кинетику фотолюминесценции для двух длин волн излучения.



Рисунок 33 – Спектрокинетическая характеристика сигнала фотолюминесценции кремния, легированного магнием с минимизированным содержанием лития в диапазоне 950-1300 нм.



Рисунок 34 – Кинетика фотолюминесценции кремния, легированного магнием #138-2 для длины волны излучения 1125 нм (слева) и 1060 нм (справа).

На рисунке 35 показана спектрокинетическая характеристика образца Si:P в диапазоне 950 – 1300 нм и кинетика для нескольких длин волн показана на рисунке 36.



Рисунок 35 – Спектрокинетическая характеристика сигнала фотолюминесценции кремния, легированного фосфором в диапазоне 950-1300 нм.



Рисунок 36 – Кинетика фотолюминесценции кремния, легированного фосфором для длины волны излучения 1130 нм (слева) и 1125 нм (справа).

Анализ полученных для Si:Mg и сравнение с Si:P, что кинетика фотолюминесценции, связанная с Оже-рекомбинацией связанного на примесном центре экситона оказывается заметно быстрее для магния. Данное обстоятельство находится в рамках теоретических предсказаний и может быть объяснено меньшим радиусом локализации связанного экситона, что приводит к ускорению Оже-рекомбинации для более глубоких центров с характерным законом ~E⁴. Следует отметить, что на данный момент в литературе отсутствует упоминание об экспериментах по кинетике фотолюминесценции связанного экситона для Si:Mg.

5. Измерений временной динамики неравновесных состояний в селективно легированных квантовых ямах на основе кремний-германия методом пробного импульса

5.1 Используемое оборудование

Измерения скоростей релаксации неравновесных состояний методом пробного иппульса проведены с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах, который относится к уникальным научным установкам, а так же оборудования центра коллективного пользования «Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения, методика измерений представлена в приложении Ж, а так же выполнены работы на оборудовании центра коллетивного пользования «Центр сканирующей зондовой микроскопии» по измерению спектров фотолюминесценции с временным разрешением при оптическом возбуждении (акты и протоколы работ в приложении Е)

5.2 Результаты работ

Квантово-размерные структуры на основе кремния и германия были выращены методом молекулярно-лучевой эпитаксии и имели следующие характеристики.

1. R1082 - структура №1.

2. R1081 - структура №3.

Покрывающий слой i-Si, 50 нм	
р-Si, B: 5х10⁻⁵ см °, 20 нм	
i-Si, 100 нм	
i-Si, 6.5 нм	
р-Si, B: 10 ¹⁶ см ⁻³ , 2 нм	
i-Si, 6.5 нм	75 периодов
i-Si _{0.9} Ge _{0.1} , 4 нм	
р-Si _{0.9} Ge _{0.1} , В: 10 ¹⁶ см ⁻³ , 3 нм	

i-Si _{0.9} Ge _{0.1} , 4 нм	
i-Si, 15 нм	
р-Si, В: 10 ¹⁶ см ⁻³ , 30 нм	
i-Si буфер	
Изолирующая подложка (Si(001), n-тип)	

3. R1084 - структура №4.

Покрывающий слой i-Si, 50 нм p-Si, B : 5x10¹⁵ см ⁻³ , 20 нм i-Si, 100 нм	
i-Si, 6 нм p-Si, B: 10 ¹⁶ см ⁻³ , 3 нм i-Si, 6 нм i-Si _{0.9} Ge _{0.1} , 4 нм p-Si _{0.9} Ge _{0.1} , B: 10 ¹⁶ см ⁻³ , 3 нм i-Si _{0.9} Ge _{0.1} , 4 нм	75 периодов
i-Si, 15 нм p-Si, B: 10 ¹⁶ см ⁻³ , 30 нм i-Si буфер Изолирующая подложка (Si(00	1), n-тип)

Расчетная зонная структура и волновые функции дырок в квантовой яме представлены на рисунке 37.





Учитывая, что основная часть носителей находится в квантовой яме и участвует в образовании положительно заряженных A+ центров, диапазон длин волн 100-200 мкм Новосибирского лазера на свободных электронах (NovoFEL) хорошо подходит для исследования времени образования (захвата дырки на нейтральную примесь) таких центров при их фотоионизации. Расчетное значение энергии фотоионизации акцепторов бора в исследуемых структурах с широкой квантовой ямой в модели без учета эффекта размерного квантования составило ~1 meV.

Измерения времени релаксации фотовозбужденных дырок в кванторазмерных структурах проводились методом «накачка-зондирование» на рабочей станции новосибирского ЛСЭ, описанной выше. Методика измерений представлена в приложении Ж. Результаты измерений представлены на рисунках 38, 39. Измеренное время релаксации составляет 10-11 нс.





Рисунок 39 – Сигнал модуляции прохождения зондирующего импульса в SiGe квантоворазмерной структуре (структура №4). Мощности возбуждающего и зондирующего импульсов: Ppump = 100 BT, Pprobe = 3 BT при λ = 151,2 мкм. Температура T = 4,1 K.

На данном этапе были так же проведены измерения кинетики фотолюминесценции при межзонном фотовозбуждении неравновесных состояний в кремний-германиевых наноструктурах лазерным излучением. Работы выполнены на оборудовании центра коллетивного пользования «Центр сканирующей зондовой микроскопии». Такие измерения с точностью до быстродействия используемой аппаратуры дают оценку времени жизни связанного экситона потенциалом примесных центров в квантовых ямах гетероструктур и позволяют, кроме того, провести оценку качества полученных структур. Данный метод позволяет получить количественные и качественные характеристики структур. А именно, речь идет о разрыве зон для валентной зоны в расплаве SiGe по спектру фотолюминесценции, а также возможности контроля качества (дефектности) по времени спада сигнала фотолюминесценции. Структуры были выращены таким образом, чтобы в ямах SiGe образовались A+ центры, то есть акцепторы, захватившие дополнительную дырку. Для этого при росте гетероструктур производилось легирование как ямной области, так и области барьера. Максимальный уровень легирования в барьере достигается в структуре R1084, при этом он сравнивается с уровнем (концентрацией) акцепторов (бор) в яме, 10¹⁶ см⁻³.

Рисунок 40 демонстрирует спектры фотолюминесценции сструктуры R1081. Длины волн люминеценции соответствует как экситонной люминесценции, так и излучению слоя квантовой ямы. На рисунке 41 показана кинетика фотолюминесценции структуры R1081, соответствующая пикам (рисунок 40).



Рисунок 40 – Спектр фотолюминесценции структуры R1081.



Рисунок 41 – Кинетика фотолюминесценции структуры R1081 для нескольких длин волн, соответствующих пикам на рисунке 40.

Рисунок 42 демонстрирует спектры фотолюминесценции структуры R1082. Длины волн люминеценции соответствует как экситонной люминесценции, так и излучению слоя квантовой ямы.

На рисунке 43 показана кинетика фотолюминесценции структуры R1082, соответствующая пикам рисунка 42. Рисунок 44 демонстрирует спектры фотолюминесценции структуры R1084. Длины волн люминеценции соответствует как экситонной люминесценции, так и излучению слоя квантовой ямы. На рисунке 45 показана кинетика фотолюминесценции структуры R1084, соответствующая пикам рисунке 44.

Анализ полученных данных позволяет сделать вывод о существования фотолюминесценции, связанной с экситоном в кремнии, а также квантовой ямой. Длина волны излучения соответствует необходимому разрыву зон в валентной зоне. Время отклика (несколько микросекунд), измеренное с микросекундной точностью позволяет сделать вывод о приемлемом качестве гетероструктур. Близкие длины волн в серии выращенных структур позволяют сделать вывод о близких параметрах структур, что и должно было наблюдаться, так как отличие в серии состоит лишь в разном уровне легирования.



Рисунок 42 – Спектр фотолюминесценции структуры R1082.



Рисунок 43 – Кинетика фотолюминесценции структуры R1082 для нескольких длин волн, соответствующих пикам на рисунке 1.



Рисунок 44 – Спектр фотолюминесценции структуры R1084.



Рисунок 45 – Кинетика фотолюминесценции структуры R1084 для нескольких длин волн, соответствующих пикам на рисунке 44

6. Проведение измерений временной динамики релаксации неравновесных состояний мелких доноров мышьяка в одноосно-деформированном германии на собранной в рамках настоящего проекта установке на базе ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения.

6.1 Используемое оборудование

Работы данного раздела проведены с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах, который относится к уникальным научным установкам, а так же оборудования центра коллективного пользования «Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения». Акт и протокол работ представлены в приложении А, методика измерений – в приложении Б.

6.2 Результаты работ

Слиток монокристаллического германия был выращен методом Чохральского с концентрацией мышьяка порядка 10¹⁵ см⁻³ и малой компенсацией (10¹² см⁻³). Образец № 1 для измерений при деформации имел размеры 2 мм × 5 мм × 7 мм, причем нормаль к грани 2 мм × 5 мм совпадала с направлением [111] кристалла. Образец № 2 для исследования без деформации имел те же размеры. Грани образцов были полированы. Торцы 5 мм × 7 мм, пересекаемые лучами, не были параллельны: угол между плоскостями составлял ~ 1°. Оптическая схема эксперимента представлена на рисунке 8. Постановка эксперимента, техника измерений и экспериментальная установка полностью совпадают с тем, что было использовано для измерения времен релаксации в германии, легированном донорами сурьмы. Результаты измерений (pump-probe отклики) представлены на рисунках 46-49. Время релаксации неравновесных состояний, связанных с донором мышьяка, в одноосно-деформированном кристалле германия составляет t = 1,8 нс для $\lambda = 100,1$ мкм (ионизация донора), а в случае отсутствия одноосного сжатия t = 0.8 нс для 131,2 мкм (состояние $3p_0$), 1,4 нс для 150,4 мкм ($2p_{\pm}$) и 1,4 нс для 150,4 мкм ($2p_{\pm}$). Полученное время захвата на примесь в деформированном Ge:As хорошо соответствует с результатами измерений в деформированном Ge:Sb, что говорит о слабой чувствительности времени рекомбинации фотоинозованных носителей от химической природы примесного центра.



Рисунок 46 – Сигнал модуляции прохождения зондирующего импульса в Ge:As при температуре 4К. Мощность импульса накачки Ppump = 200 Вт, пробного импульса Pprobe = 2,5 Вт. Длина волны λ = 131,2 мкм.



Рисунок 47 – Сигнал модуляции прохождения зондирующего импульса в Ge:As при температуре 4К. Мощность импульса накачки Ppump = 100 Вт, пробного импульса Pprobe = 1,4 Вт. Длина волны λ = 100,1 мкм.



Рисунок 48 – Сигнал модуляции прохождения зондирующего импульса в Ge:As при температуре 4К. Мощность импульса накачки Ppump = 76 Вт, пробного импульса Pprobe = 1,4 Вт. Длина волны $\lambda = 150,4$ мкм.



Рисунок 49 – Сигнал модуляции прохождения зондирующего импульса в одноосно деформированном кристалле Ge:As (S > 500 бар) при температуре 4K. Мощность импульса накачки *P*pump = 140 Вт, пробного импульса *P*probe = 2,2 Вт. Длина волны λ = 95,2 мкм.

7. Проведение работ по обобщению результатов и подведению итогов ПНИ.

Основной прикладной целью Российской части проекта является построение в России станции по измерению времен быстротекущих процессов методом «накачка-зондирование» на базе Новосибирского лазера на свободных электронах (NovoFEL) в Институте ядерной физики им. Г.И. Будкера (ИЯФ СО РАН, г. Новосибирск) и проведение с ее помощью экспериментальных исследований. В настоящий момент в России существует единственный лазер на свободных электронах (ЛСЭ) на базе института ядерной физики им. Г.И. Будкера Сибирского отделения РАН (ИЯФ СО РАН). До последнего времени на данном ЛСЭ установка для измерений методом пробного импульса («накачка-зондирование») отсутствовала, и проведение целого ряда исследований в нашей стране было невозможно. Создание соответствующей рабочей станции на ЛСЭ в Новосибирске являлась актуальной задачей, и она успешно решена в рамках настоящего проекта.

Немецкая составляющая совместного проекта связана с развитием на базе ЛСЭ в Дрездене-Россендорф (FELBE) измерительной инфраструктуры, позволяющей проводить измерения эффектов комбинационного рассеяния света (Рамановская спектроскопия) на состояниях примесных центров, нелинейных эффектов взаимодействия поля излучения ЛСЭ с веществом, включая эффекты влияния сильного поля излучения ЛСЭ на состояния примесей в кремнии, и проведение экспериментальных исследований.

В научном плане предметом исследований данного проекта являлись сильнонеравновесные состояния мелких примесных центров в полупроводниках (кремний, германий) и полупроводниковых структурах на основе кремния и германия. Основной экспериментальный метод, используемый для таких исследований, является метод «накачка-зондирование» (pump-probe). Исследование неравновесных состояний примесей в кристалле германия и полупроводниковых гетероструктурах данным методом проводилось главным образом на построенной установке в Новосибирске, исследования же в кремнии проводились в основном на аналогичной установке в Дрездене-Россендорф на базе ЛСЭ (FELBE). Такое разделение связано с различными характерными энергии возбуждающего кванта излучения ЛСЭ.

Еще одной прикладной целью совместного проекта являлось проведение исследовательских работ, которые позволили провести разработку быстрого фотоприемника терагерцового излучения на базе кристалла германия легированного мелкими примесями. Такой фотоприемник может использоваться не только для измерений методом пробного импульса, но и других временных измерениях как на отмеченных выше ЛСЭ, так и других подобных источниках импульсного инфракрасного излучения. Так же целью являлось исследования неравновесных состояний примесей в

кремнии, которые, в частности, будут способствовать развитию источников ТГц излучения, использующих состояний примесных центров в кремнии.

В ходе всего проекта российскими участниками получены следующие основные результаты: - Построена станция по измерению быстропротекающих процессов методом пробного импульса («накачка-зондирование») на базе Новосибирского лазера на свободных электронах. Станция позволяет проводить измерения динамических характеристик различных процессов в различных средах, измеряя время релаксации коэффициента поглощения среды в терагерцовом диапазоне частотного спектра.

- С помощью этой станции проведены измерения на построенной станции времен релаксации возбужденных состояний донорных центров мышьяка, сурьмы и акцепторов галлия в кристалле германия. Показано влияние одноосной деформации сжатия кристалла германия в кристаллографическом направлении <111> на времена релаксации этих состояний.

- Проведено множество экспериментов и измерены времена релаксации связанных с примесным центров состояний электронов для доноров фосфора, висмута, сурьмы, мышьяка, двухзарядных доноров магния, а так же акцепторов бора в кристалле кремния в отсутствии и при наличии одноосной деформации сжатия. Показана сильная зависимость темпов релаксации возбужденных состояний от деформации кристалла в кристаллографическом направлении <100> для однозарядных доноров. Напротив, для двойных доноров и акцепторов в кремнии не обнаружено влияние одноосной деформации. Измерения проводились методом пробного импульса (pump-probe) с использованием излучения лазера на свободных электронах FELBE в Дрездене-Россендорфе, а так же для доноров магния и фосфора в кремнии методом измерения межзонной фотолюминесценции с временным разрешением.

- В случае Si:P показано, что одноосная деформация кристалла приводит к удлинению времени релаксации возбужденного уровня $2p_0$ с 200 пс до 250 пс при деформации порядка 650 бар. Для доноров мышьяка показано удлинение времен релаксации уровня $2p_0$ с величины порядка 70 пс в отсутствии деформации до 250 пс при деформации около 3 кбар, в то время как для уровня $2p_{\pm}$ получено немонотонное поведение от величины одноосной деформации, что позволило сделать вывод о существовании дополнительного релаксационного канала. Измерения времен релаксации для висмута в кремнии при одноосной деформации вдоль направления [001] показали, что при давлении выше 600 бар нижняя компонента уровня $2p_0$ выходит из резонанса с междолинными оптическми фононами, что приводит к увеличению времени релаксации с единиц пикосекунд до 300 пс. Приложение одноосного давления к Si:Mg не привело к заметному удлинению времени релаксации, которое не превышает величину 20 пс.

- Измерены времена релаксации в донорах германия (Sb, As) методом пробного импульса и показано, что для доноров такие времена заметно длиннее по сравнению с акцепторами (приблизительно в 10 раз) и достигают величин 2 -3 нс в зависимости от конкретного уровня. Измерения также выявили наличие влияния междолинных фононов на скорость релаксации для переходов с энергией вблизи 10 мэВ. Такая гипотеза подтверждена зависимостью от одноосной деформации, приводящей к удлинению времени релаксации.

- Проведенные исследования показали, что времена релаксации для возбужденных состояний примесных центров в кремнии и германии не зависят от концентрации до уровней 10^{16} и 10^{15} см⁻³ соответственно. Показано, что использование изотопически чистых образцов приводит к некоторому удлинению времени релаксации для доноров (не более 20 % для фосфора в кремнии 28). В случае германия было показано, что высокий уровень компенсации (85-95 %) позволяет существенно ускорить время рекомбинации для доноров и акцепторов и получить рекордное для такого материала время менее 100 пс.

- В ИФМ РАН выращены многопериодные кремний-германиевые наноструктуры со слоями, легированными мелкими примесными центрами. Проведен анализ свойств неравновесных электронных состояний методами пробного импульса с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах, методом измерения фотолюминесценции с временным разрешением при межзонном фотовозбуждении.

- Проведено легирование кристаллов кремния и германия методом ядерной трансмутации при облучении образцов потоком тепловых нейтронов. Легирование проводилось с использованием уникальной установки – Многоцелевого модернизированного химико-технологического экспериментального комплекса на базе исследовательского реактора BBP-ц «Уникум». Такой метод легирования позволяет получать образцы с высокой степенью однородности распределения примесей в кристалле. Впоследствии эти образцы были использованы в экспериментальных исследованиях.

- В ходе проекта российскими участниками сделано три патентных заявки, по итогам рассмотрения уже получен один патент. Результаты опубликованы в научных статьях в рецензируемых журналах, индексируемых в базах WoS и Scopus.

Иностранным партнером:

- Построены установка для наблюдения сигнала рамановского рассеяния, установка по неравновесной спектроскопии, установка по времяразрешенной терагерцовой спектроскопии на базе лазера на свободных электронах в FELBE (HZDR).

Установка для наблюдения сигнала рамановского рассеяния предназначена для исследования сигналов рассеяния света в различных средах, в частности, полупроводниковых, при возбуждении излучением лазера на свободных электронах. Установка по неравновесной спектроскопии предна-

значена для проведения спектральных измерений в дальнем и среднем инфракрасном диапазоне при возбуждении сред и излучением среднего и ближнего инфракрасного диапазона. В частности, установка дает информацию о спектре сигнала прохождения для неравновесной системы мелких доноров или акцепторов при возбуждении излучением лазера на свободных электронах. Установка по времяразрешенной терагерцовой спектроскопии основана на принципах, разработанных для применения терагерцовых источников, возбуждаемых фемтосекундными импульсами света с применением излучения лазера на свободных электронах в качестве возмущения.

- Выращено множество образцов кристаллического кремния и германия, легированных мелкими донорными и акцепторными центрами, на которых впоследствии проводились измерения, как российскими участниками проекта, так и иностранным партнером. Технологические работы выполнены в Институте роста кристаллов (IKZ, Berlin).

- На построенных станциях измерены эффекты комбинационного рассеяния света в кремнии, легированном различными примесями (доноры фосфора, сурьмы, мышьяка, висмута и глубоких двухзарядных центров, а так же акцепторы бора). Показано наличие стимулированного Рамановского эффекта в некоторых из этих материалов. Исследованы эффекты сильного поля, которые показали, что влияние излучения лазера на свободных электронах на спектр состояний кулоновских центров не превышает уровня спектрального разрешения измерительной аппаратуры. Проведены эксперименты по оптическому насыщению населенности возбуждаемого состояния доноров висмута в кремнии при возбуждении излучением FELBE, которые дают альтернативную оценку скорости релаксации неравновесных состояний в среде.

- Проведена нелинейная терагерцовая спектроскопия экситонных состояний в структурах на основе полупроводников III и V группы. Измерения проведены в центре Гельмгольца (HZDR) на станции, использующей излучение лазера на свободных электронах FELBE. Как временные, так и спектральные данные показывают ясно зависимости от pump-probe задержки. В частности спектры показывают выраженное уширение в течении времени, когда пробный и импульс и импульс накачки перекрываются (т.е. 4–5 пс памп-проб задержки), который проявляется в АС Штарковском эффекте. Наблюдаемое поведение согласуется с ожидаемым Autler-Townes расщеплением 1–2 межподзонных переходов и появлением триплета Моллоу с переходами 2–3, как и предсказывается моделью, использующей дипольные элементы переходов.

На всех этапах проведения научных и научно-технических исследований выполнялись требования в части обеспечения токсикологической, электро-, пожаро,- взрывобезопасности для жизни и здоровья людей, сохранности окружающей среды с учетом требований, предусмотренных законодательными актами Российской Федерации и внутренними инструкциями организацииисполнителя как в отношении предмета исследований, так ив отношении проведения работ.

8. Проведение работ подготовке предложений и рекомендаций по реализации результатов исследований.

1. Построенная в рамках данного проекта станция по измерению временной динамики быстропротекающих процессов методом «накачка-зондирование» (pump-probe), построенная на базе Новосибирского ЛСЭ, рекомендуется стать основой нового центра коллективного пользования в Институте ядерной физики им. Г.И. Будкера в Новосибирске. Область применения этой установоки весьма широка и не ограничивается только донорными/акцепторными центрами в полупроводниках, но охватывает также другие объекты физики и техники, а также химии и биологии, обладающие соответствующими скоростями откликов в терагерцовом диапазоне. Появление этого инструмента в России должно упростить, а, значит, и ускорить проведение соответствующих научных и научно-технических исследований, т.к. получение доступа к подобному оборудованию за рубежом является не всегда простой процедурой.

2. Исследования релаксации неравновесных состояний в легированных мелкими примесями полупроводниках дают основания рекомендовать к внедрению детектора в инфракрасном и дальнем инфракрасном диапазонах с субнаносекундным откликом на основе кристаллического германия, легированного мелкими примесями до концентраций >10¹⁶ см⁻³ и с сильной компенсацией. Такой фотоприемник мог бы использоваться не только для измерений методом пробного импульса, но и других временных измерениях как на отмеченных выше ЛСЭ, так и других подобных источниках импульсного инфракрасного излучения.

9. Проведение патентных исследований

Отчет о патентных исследованиях

Российская академия наук

ИНСТИТУТ ФИЗИКИ МИКРОСТРУКТУР РАН – ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТ-ВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ НАУКИ «ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬ-СКИЙ ЦЕНТР ИНСТИТУТ ПРИКЛАДНОЙ ФИЗИКИ РОССИЙСКОЙ АКАДЕМИИ НАУК»

УДК 538.9; 535.14; 53.092; 535.4; 537.9

№ госрегистрации 114120240018

УТВЕРЖДАЮ директор ИФМ РАН д-р физ, мат. наук, член. корр. РАН Ср. З.Ф. Красильник >> Γ.

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 17.09.2014 г. № 14.616.21.0008

по теме: ПОЛЯРИЗАЦИОННО ЧУВСТВИТЕЛЬНЫЙ ДЕТЕКТОР ТЕРАНЕРЦОВОГО ДИАПАЗОНА

(заключительный, этап № 6)

Руководитель проекта, д.ф.-м.н.

В.Н. Шастин подпись, дата 9.11.2017

Нижний Новгород 2017

СПИСОК ИСПОЛНИТЕЛЕЙ

Руководитель проекта:

-9. 11. 17 Шастин В. Н. (приложение А, заклюдоктор физикоalles математических наук, ведущий чение) подпись, дата научный сотрудник Исполнители : 11. 2017 Цыпленков В. В. (основная часть, закандидат физико-09 математических наук, без уче подпись, дата ключение) ного звания Ковалевский К.А. (отчет о патентных кандидат физико-911.17 математических наук, без учеисследованиях) подпись, дата ного звания Жукавин Р. Х. (общие данные об объ-9112017 кандидат физикоматематических наук, без учеекте исследования) подпись, дата ного звания

СОДЕРЖАНИЕ

Перечень сокращений, условных обозначений, символов, единиц, терминов	4
Общие данные об объекте исследования	4
Аналитическая часть отчета о патентных исследованиях	6
Заключение	12
Список использованных источников	14
Приложение А. Задание на проведение патентных исследований	15
Приложение Б Регламент поиска	16
Приложение В Отчет о поиске	19
Приложение Г Рефераты к патентам, отобранным в процессе поиска	22

ПЕРЕЧЕНЬ СОКРАЩЕНИЙ, УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ, СИМВОЛОВ, ЕДИНИЦ, ТЕРМИНОВ

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

ТГц – терагерц

ИК – инфракрасный

мкм – микрометр

см. – смотри

мэВ – миллиэлектронвольт

мм – миллиметр

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 Поляризационно чувствительный детектор терагерцового диапазона

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 связи со сказанным существует необходимость развития устройств, с помощью которых можно осуществлять детектирование электромагнитных волн ТГц диапазона. Кроме того для множества научных и медицинских приложений необходимо знать поляризацию излучения, поэтому детекторы ТГц диапазона, обладающие поляризационной селективностью, особенно актуальны.

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 «Полупроводниковые детекторы и фоточувтсвительные элементы в ИК и дальнем ИК диапазоне», целью которых на шестом 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.

В патенте на изобретение № US2816232 (US) представлена схема детектора в инфракрасном диапазоне частотного спектра и в частности фотопроводящего материала, который может быть использован в дальнем ИК диапазоне. Целью изобретения является создание инфракрасного фотопроводящего детектора, имеющего спектральный отклик на длину волны, по меньшей мере, 38 мкм и входное значение с низким эквивалентным шумом в этой области инфракрасного диапазона. Другой целью этого изобретения является обеспечение удовлетворительной фотопроводимости гомополярного материала, легированного соответствующими примесями, который может использоваться в качестве фотопроводника в дальнем инфракрасном диапазоне спектра.

Изобретение включает в себя детектор излучения в дальнем ИК диапазоне с использованием гомополярного соединения, такого как германий, легированный акцепторными примесями, такими как цинк или медь. Температура полупроводникового кристалла и количество введенных примесей определяют его чувствительность. Излучение в дальнем ИК диапазоне, падающее на легированный гомополярный кристалл, которой поддерживается при температурах жидкого гелия, вызывает фотопроводимость, а внешняя цепь связана с гомополярным веществом для измерения изменения его проводимости. Это изменение проводимости вызывает изменение тока во внешней цепи, и это изменение тока усиливается и детектируется. Можно отфильтровывать все излучение, отличное от инфракрасного диапазона, чтобы фототок был определенно коррелирован исключительно с излучением в выбранной ИК области спектра.

Патент на изобретение GB902684 (GB) касается прибора для детектирования излучения, спектр которого имеет общую часть со спектром какого-либо паразитного или рассеянного излу-

чения. Прибор включает в себя средство для разделения регистрируемого излучения на два пучка, включающих излучения различных длин волн в различных пропорциях. Излучение в этих пучках модулируется таким образом, что они чередуются и падают на одну и ту же область фоточувствительной поверхности элемента детектирования. Предусмотрено средство для регулирования напряжения на фоточувствительном элементе, что позволяет отсекать нежелательно излучения.

В патенте на изобретение № 924218 (GB) представлена модель устройства для поляризации излучения в ИК диапазоне. Устройство включает в себя источник ИК излучения и материал, прозрачный в этом диапазоне. Поверхностная часть этого материала находится в контакте с металлическим слоем. Так же устройство включает средство управления пучком от упомянутого источника, чтобы обеспечить падение луча на поверхность прозрачного тела, на которую нанесен металлический слой, под таким углом, чтобы излучение было полностью отражено. При этом диэлектрическая проницаемость прозрачного тела и приводимость металлического слоя подбираются таким образом, чтобы отраженное от слоя излучение оказалось поляризованным.

Патент на изобретение № 908666 (GB) относится к системе, служащей для детектирования ИК излучения от нагретых тел, например оболочки ракеты, нагревающейся из-за трения при большой скорости, и от выбрасываемых ей струй горячих газов. Система включает в себя детектор узконаправленного пучка, средство для вращения детектора вокруг определенной оси, средство для обеспечения колебаний детектора вдоль другой оси, которая под прямым углом к первой, катодно-лучевую трубку, средство для вращения направления отклонения электронного пучка синхронно с колебаниями детектора, и средство для модуляции интенсивности электронного пучка в соответствии с сигналом на выходе детектора.

Патент на изобретение № 991462 (GB) касается детектора в ИК диапазоне, способному различать различные спектральные области ИК диапазона. Детектор включает в себя мишень на основе полупроводника, легированного примесными центрами, обладающей собственной фотопроводимостью при воздействии на нее ИК излучения в первой частотной полосе ИК спектра, и примесной фотопроводимостью при воздействии ИК излучения в другой области ИК спектра, так же детектор включает в себя средства дифференцирования фототока в полупроводниковой мишени, обусловленного собственной и примесной фотопроводимостью. Существует возможность прикладывать магнитное поле, которое подавляет собственную фотопроводимость в течении первого заданного периода или периодов времени, и имеется внешняя электрическая цепь для генерации электрических сигналов в течении первого периода или периодов времени, соответствующих фототоку, обусловленному примесной фотопроводимостью, и электрических сигналов в течении другого периода/периодов времени, соответствующих фототоку, обусловленному общей, как примесной так и собственной, фотопроводимостью.

В патенте на изобретение № 1035167 (GB) представлена модель фоточувствительного прибора, включающего полупроводник с одним определенным типом проводимости и относительно низким сопротивлением. На одной из поверхностей полупроводника нанесен тонкий эпитаксиальный слой с тем же типом проводимости, но относительно высоким сопротивлением. Так же прибор включает в себя электрод, проникающий в эпитаксиальный слой, и обеспечивающий в малой области контакта со слоем p-n переход, и расположенный достаточно близко к свободной поверхности устройства, чтобы была возможность принимать падающее излучение, и сопротивление соединения полупроводника с электродом было достаточно низким. Время жизни неосновных носителей в эпитаксиальном слое достаточно велико по сравнению с временем жизни в объеме полупроводника.

Патент на изобретение № 1096909 касается фотодетектора в ИК диапазоне, в котором используется слой флуоресцентного материала для преобразования ИК излучения в видимое излучение света. Флуоресцентный материал представляет собой порошкообразный слой фтористого кальция (CaF2) с примесью празеодимия до 1 % веса, суспендированного в связующем материале, и слоя материала, который отражает либо инфракрасный - излучение или видимый свет, причем два слоя смежны друг с другом.

Патент на изобретение № 3457409 (US) касается детектора излучения в инфракрасном диапазоне частотного спектра, который использует легированный германий в качестве детектирующего элемента. Высокочистый германий, легированный бериллием в диапазоне концентраций от 1×10¹⁵ до 2×10¹⁶ атомов на см³, является эффективным детектором ИК излучения в диапазоне длин волн 10-52 микрометра.

Патент на изобретение US 2007/0099315 A1 (US) касается сенсоров ИК излучения и метода изготовления детектора на основе германия.

Метод изготовления германиевого фотодетектора включает подготовку кремниевой подложки и осаждение на нее плоского слоя оксида кремния. В слое оксида кремния формируются контактные отверстия. На слое оксида кремния и в отверстиях выращивается эпитаксиальный слой высоколегированного донорами германия (N^+). Слой N^+ германия формируется методом ELO. Вся структура шлифуется и делается тонкой. На слое N^+ германия выращивается слой чистого германия. Слой высоколегированного акцепторами германия (P^+) формируется на слое чистого германия, и наносится слой оксида кремния. Через слой оксида кремния открыто окно к слою P^+ германия. Слой проводящего материала осаждается на оксид кремния и в его окна. Далее проводящий элемент вытравливается в форме отдельных чувствительных элементов.

Из уровня техники известен германиевый детектор для детектирования дальнего инфракрасного диапазона, содержащий кристалл германия, содержащий акцепторную примесь цинка в диапазоне 10¹³ – 10¹⁸ см⁻³, устройство для согласования данного кристалла с излучением, устройство для установления температуры данного образца близкой к абсолютному нулю (холодильник) и устройство для определения уровня энергии указанного образца. Варианты, кроме указанного, включают кристалл германия, содержащий вместо цинка медь (с той же концентрацией) или другой элемент из группы цинка и меди. Принцип действия указанного устройства состоит в возникновении тока, вызванного ионизацией акцепторов в германии через поглощение излучения дальнего инфракрасного излучения. Величина кванта энергии, который несут фотоны указанного диапазона, соответствует энергии ионизации акцепторов в германии. Акцепторы в отсутствии излучения при температуре, близкой к абсолютному нулю, не дают ток, что вызвано их «вымораживанием», то есть захватом на атом примеси. Для уменьшения воздействия излучений других диапазонов предполагается использование фильтров (патент на изобретение US2816232(A), МПК F17C3/08, G01J5/28, H01L21/00, 10.12.1957).

Недостатком такого устройства является отсутствие поляризационной чувствительности.

Также известен фотопроводящий детектор на основе германия, легированного бериллием. Данное устройство служит для детектирования дальнего инфракрасного диапазона и содержит кристалл германия, содержащий акцепторную примесь бериллия в диапазоне 1×10¹⁵ – 2×10¹⁶ см⁻³, устройство для согласования данного кристалла с излучением, устройство для установления температуры данного кристалла близкой к абсолютному нулю (холодильник) и устройство для определения уровня проводимости указанного кристалла. Варианты, кроме указанного, включают кристалл германия, содержащий акцепторную примесь бериллия с концентрацией 1×10¹⁶. Принцип действия указанного устройства состоит в возникновении тока, вызванного ионизацией акцепторов в германии через поглощение излучения дальнего инфракрасного излучения. Величина кванта энергии, который несут фотоны указанного диапазона, соответствует энергии ионизации акцепторов в германии. Акцепторы в отсутствии излучения при температуре, близкой к абсолютному нулю, не дают ток, что вызвано их «вымораживанием». Для уменьшения воздействия излучений использование фильтров изобретение других диапазонов предполагается (патент на US3457409(A), МПК H01L31/08, H01J39/00, H01J39/12, H01L13/00, 22.07.1969). Недостатком такого устройства является отсутствие поляризационной чувствительности.

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому устройству является детектор терагерцового диапазона, включающий кристалл германия, содержащий донорную примесь сурьмы с концентрацией $10^{14} - 3 \times 10^{14}$ см⁻³, вырезанный в виде прямоугольного параллелепипеда с нанесенными металлическими контактами, к которым приложено напряжение, охлаждающее устройство (холодильник) для обеспечения температуры кристалла германия не выше температуры жидкого гелия, входное окно для ввода излучения, устройство регистрации сигнала, представляющее собой электрическую схему, которая позволяет регистрировать изменение проводимости кристалла германия при поглощении терагерцового излучения. В случае необходимости для слабых сиг-

налов используется электрическая схема с усилителем [1]. Недостатком указанного устройства является отсутствие поляризационной чувствительности.

Так как германий является кубическим полупроводником, то коэффициент поглощения в нем является изотропным, то есть не зависит от поляризации падающего на детектор излучения, следовательно, данный детектор не является поляризационно-чувствительным (избирательным).

Задача, на решение которой направлено предложенное изобретение, заключается в создании такой конструкции поляризационно-чувствительного детектора терагерцового диапазона, которая исключала бы указанный выше недостаток.

Техническая проблема, решаемая созданием заявленного изобретения, состоит в создании детектора терагерцового диапазона обладающего поляризационной чувствительностью.

Техническим результатом, на достижение которого направлено заявленное изобретение, является расширение функциональных возможностей устройства, так как оно позволяет определять направление поляризации детектируемого излучения терагерцового диапазона.

Определение поляризации излучения необходимо в случае, когда происходит измерение свойств оптически активных веществ, то есть веществ, обладающих определенной симметрией и способных изменять поляризацию при облучении их излучением лазера с известной поляризацией. В частности, речь может идти о кристаллах с двулучепреломлением и некоторых органических молекулах. Определение поляризации излучения позволяет получить данные о пространственной ориентации кристаллов и молекул. Кроме того, исследование поляризации излучения может дать информацию о свойствах некоего удаленного (неизвестного, нового) источника излучения или свойствах среды, в которой распространяется излучение.

Технический результат достигается в поляризационно-чувствительном детекторе терагерцового диапазона, включающем оптически связанные входное окно для ввода излучения и монокристаллический германий, вырезанный в форме прямой призмы и связанный электрически или оптически с устройством регистрации сигнала. Поляризационно-чувствительный детектор терагерцового диапазона включает холодильник, служащий для установления температуры монокристаллического германия. Монокристаллический германий содержит донорную примесь сурьмы или фосфора или мышьяка или висмута или лития с концентрацией $10^{14} - 10^{16}$ см⁻³. Поляризационночувствительный детектор терагерцового диапазона включает модуль давления, выполненный с возможностью изменения взаимной ориентации монокристаллического германия и поляризации входного излучения в плоскости, перпендикулярной направлению входного излучения, и возможностью одноосного сжатия монокристаллического германия в направлении, перпендикулярном направлению входного излучения. При этом одноосное сжатие направлено вдоль:

- кристаллографической оси кристалла [111], перпендикулярной основаниям прямой призмы, в форме которой вырезан монокристаллический германий или

- эквивалентной оси из семейства <111>, перпендикулярной основаниям прямой призмы, в форме которой вырезан монокристаллический германий или

- оси, составляющей с ближайшей из кристаллографических осей семейства <111> кристалла угол, меньший половины наименьшего угла между двумя эквивалентными кристаллографическими осями <111>, перпендикулярной основаниям прямой призмы, в форме которой вырезан монокристаллический германий.

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 «Поляризационно-чувствительный детектор терагерцового диапазона» на основе одноосно деформированного германия, легированного донорами установлено:

Из уровня техники известен германиевый детектор для детектирования дальнего инфракрасного диапазона, содержащий кристалл германия, содержащий акцепторную примесь цинка в диапазоне $10^{13} - 10^{18}$ см⁻³, устройство для согласования данного кристалла с излучением, устройство для установления температуры данного образца близкой к абсолютному нулю (холодильник) и устройство для определения уровня энергии указанного образца. Варианты, кроме указанного, включают кристалл германия, содержащий вместо цинка медь (с той же концентрацией) или другой элемент из группы цинка и меди. Принцип действия указанного устройства состоит в возникновении тока, вызванного ионизацией акцепторов в германии через поглощение излучения дальнего инфракрасного излучения. Величина кванта энергии, который несут фотоны указанного диапазона, соответствует энергии ионизации акцепторов в германии. Акцепторы в отсутствии излучения при температуре, близкой к абсолютному нулю, не дают ток, что вызвано их «вымораживанием», то есть захватом на атом примеси. Для уменьшения воздействия излучений других диапазонов предполагается использование Недостатком такого устройства является отсутствие поляризационной чувствительности.

Также известен фотопроводящий детектор на основе германия, легированного бериллием. Данное устройство служит для детектирования дальнего инфракрасного диапазона и содержит кристалл германия, содержащий акцепторную примесь бериллия в диапазоне 1×10¹⁵ – 2×10¹⁶ см⁻³, устройство для согласования данного кристалла с излучением, устройство для установления тем-

пературы данного кристалла близкой к абсолютному нулю (холодильник) и устройство для определения уровня проводимости указанного кристалла. Варианты, кроме указанного, включают кристалл германия, содержащий акцепторную примесь бериллия с концентрацией 1×10^{16} . Принцип действия указанного устройства состоит в возникновении тока, вызванного ионизацией акцепторов в германии через поглощение излучения дальнего инфракрасного излучения. Величина кванта энергии, который несут фотоны указанного диапазона, соответствует энергии ионизации акцепторов в германии. Акцепторы в отсутствии излучения при температуре, близкой к абсолютному нулю, не дают ток, что вызвано их «вымораживанием».

Недостатком такого устройства является отсутствие поляризационной чувствительности.

Наиболее близким по технической сущности к заявляемому устройству является детектор терагерцового диапазона, включающий кристалл германия, содержащий донорную примесь сурьмы с концентрацией $10^{14} - 3 \times 10^{14}$ см⁻³, вырезанный в виде прямоугольного параллелепипеда с нанесенными металлическими контактами, к которым приложено напряжение, охлаждающее устройство (холодильник) для обеспечения температуры кристалла германия не выше температуры жидкого гелия, входное окно для ввода излучения, устройство регистрации сигнала, представляющее собой электрическую схему, которая позволяет регистрировать изменение проводимости кристалла германия при поглощении терагерцового излучения. В случае необходимости для слабых сигналов используется электрическая схема с усилителем [1]. Недостатком указанного устройства является отсутствие поляризационной чувствительности.

Так как германий является кубическим полупроводником, то коэффициент поглощения в нем является изотропным, то есть не зависит от поляризации падающего на детектор излучения, следовательно, данный детектор не является поляризационно-чувствительным (избирательным).
СПИСОКИСПОЛЬЗОВАННЫХИСТОЧНИКОВ

[1] Beeman, J.W. Hansen, W.L., Dubon, O.D., Haller, E.E. High performance antimony-doped germanium photoconductors. Infrared physics & technology, 37(7), p. 715-721 (1996).

ПРИЛОЖЕНИЕ А

«УТВЕРЖДАЮ»

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

<u>______</u>В.Н. Шастин/ "_<u>31</u>"_августа 2017 г.

ЗАДАНИЕ на проведение патентных исследований

Наименование работы (темы): «Поляризационно-чувствительный детектор терагерцового диапазона»

Шифр работы № 14.616.21.0008

Этап работы 6, сроки выполнения: 01.10.2017 – 14.10.2017

Задачи патентных исследований: исследование уровня техники с целью подготовки и подачи заявки 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- тентной инфор- мации; II – анализ ото- бранных па- тентных доку- ментов; III - составле- ние отчета о па- тентных иссле- дованиях. 	 Федеральное государственное бюджетное учреж- дение науки Ин- ститут физики микроструктур Российской акаде- мии наук (ИФМ РАН) 	 Ковалевский К.А. Цыпленков В.В. 	01.09.2015 - 14.09.2015	Отчет о патент- ных исследова- ниях Рефераты к па- тентам

КАЛЕНДАРНЫЙ ПЛАН

нс отдела 110 ИФМ РАН

личная подпись

Ковалевский К.А. <u>31 08 2017</u> дата

ПРИЛОЖЕНИЕ № Б

РЕГЛАМЕНТ ПОИСКА

31 августа 2017г.

дата составления регламента

Наименование работы (темы): Поляризационно-чувствительный детектор терагерцового диапазона

Шифр работы (темы): 14.616.21.0008

Номер и дата утверждения задания: 31 августа 2017 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 по классам международной патентной классификации изобретений (МПК), а также с использованием источников информации, указанных в таблице. Ретроспектива поиска – 70 лет.

Начало поиска 01.09.2017 г.

окончание поиска 14.09.2017 г.

	Страна поиска	Источники информации, по которым будет проводиться поиск						Ретро	Наименование информационной базы (фонда)		
Предмет поиска (объект исспелова-		Патентные		НТИ		ко юн гу]	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 индексы		
1	2	3	4	5	6					7	8
Поляриза- ционно- чувстви- тельный детектор терагерцо- вого диа- пазона	Россия, страны Евро- пей- ского Сооб- щест- ва, США,	WEB-сайты Патентных Ве- домств стран поиска	Действую- щая версия МПК- 2015.01: G01J 4/00 G01J 4/04 H01L 31/00 H01L 31/08 HКИ США: 356/3.04 356/364 356/366 356/367 356/442 356/453 356/927	Российские журналы: «ЖЭТФ», «ЖТФ», «Письма в ЖТФ», «Письма в ЖЭТФ»; международ- ные: «Physical Re- view», «Physi- cal Review Letters», «Journal of Applied Phys-	538.9; 535.14; 53.092; 535.4 537.9					70 лет	Полнотекстовая база данных «Патент- ные документы РФ» ФГБУ ФИПС. База Европейского патентного ведом- ства ESP@CENET.

	ics»,
	«Applied
	Physics Let-
	ters», «Journal
	of Electronic
	Materials»,
	«Infrared
	physics &
	technology»

Нс отдела 110 ИФМ РАН

Руководитель ПНИ, д.ф.-м.н, проф

Директор ИФМ РАН д.ф.-м.н, член.-корр. РАН

Ковалевский К.А. *Бишее* Шастин В.Н.

Красильник З.Ф.

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 31.08.2017 и Регламентом поиска от 31.08.2017 г.

В.2 Этап работы третий

В.З Начало поиска 01.09.2017 г. Окончание поиска 10.09.2017 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- нулирова- ния(только для анализа патентной чис- тоты)
1	2	3	4	5
Поляризационно	US, патент на изобрете-	Elias Burstein,	Germanium far in-	
чувствительный де-	ние, № US2816232	US, заявка № US2816232 (А)	fra-red detector	
тектор ТГц диапа-		Дата подачи заявки 09.07.1953 г.		
зона на основе од-		Дата публикации 10.12.1957 г.		
ноосно-				

деформированного германия, легиро- ванного донорами	GB, патент на изобрете- ние № GB902684	Рhilips Electrical Industries Limited UK, Заявка № 7162, дата подачи 02.03.1957 г. Заявка во Франции № 759640, дата подачи 4.03.1958 г. Заявка во Франции № 766701, дата подачи 30.03.1958 г. Дата публикации 09.08.1962 г.	Improvements in or relating to radiation detecting devices
	GB, патент на изобрете- ние № 924218	Philips Electrical Industries Limited UK, заявка № 30267/59 Дата подачи заявки 04.09.1959 г. Дата публикации 24.04.1963 г.	Improvements in or relating to Infra-red Radiation Polarizers
	GB, патент на изобрете- ние № 908666	Kelvin & Hughes Limited UK, заявка № 20590/60 Дата подачи заявки 10.06.1960 г. Дата публикации 24.10.1962 г.	Infra-Red Detection System
	GB, патент на изобрете- ние № 991462	Westinghouse Electrical Corporation UK, заявка № 32578/61 Дата подачи заявки 11.09.1961 г. Дата публикации 05.05.1965 г.	Infrared Detector
	GB, патент на изобрете- ние № 1035167	Western Electric Company, US, заявка № 21616/63 Дата подачи заявки 30.05.1963г. Дата публикации 06.07.1966 г.	Photosensitive De- vices Using Semi- conductor Bodies and Optical Detec- tors Including Such Devices

UK, патент на изобрете- ние № 1096909	Standard Telephones and Cables Limited, UK, заявка № 46287/65 Дата подачи заявки 02.11.1965 г. Дата публикации 29.12.1967 г.	An Infra-Red Pho- to-detector
US,патент на изобретение №3457409	H. Shenker, W.J. Moore, E.M. Swiggard, US, Заявка 577098, Дата подачи заявки02.09.1966 г. Дата патентования: 22.07.1969	Beryllium doped germanium photo- conductive detector
US,№ US 2007/0099315 A1	Sharp Laboratories of America США, заявка № 11/353802 Дата заявки 13.02.2006 г.	Germanium Photo Detector Having Planar Surface Though Germanium Epitaxial Over- growth

ПРИЛОЖЕНИЕ Г

РЕФЕРАТЫ К ПАТЕНТАМ, ОТОБРАННЫМ В ПРОЦЕССЕ ПОИСКА

1) Патент на изобретение № US2816232, US

Реферат: This invention relates in general to infra-red detectors and in particular to photoconductive materials suitable for use in the far infra-red spectrum.

It is an object of invention to provide an infra-red photoconductive detector having a spectral response to a wavelength of at least 38 microns and a low equivalent noise input value in this region of the infra-red band.

It is another object of this invention to provide a satisfactory homopolar material doped with appropriate impurities capable of being used as photoconductors in far infra-red portion of the spectrum.

The invention comprises a far infra-red radiation detector utilizing a homopolar compound such as germanium to which impurities in the form of acceptor atom, such as zinc or copper may be detected. The temperature at which the detector is kept and the amount of impurities added determine its sensitivity. Far infra-red radiation impinging upon the doped homopolar substance which is kept at liquid helium temperatures causes photoconductivity to take place in a body of this substance and external circuit is coupled to the homopolar substance to measure its change in conductivity as produced by the infra-red radiation. This change in conductivity of the substance causes a change in the current flow in the external circuit and this change in current flow is amplified and detected. Provision may be made to filter out all the radiation other than the infra-red band that is desired to be detected so that the photocurrent detected is definitely correlated solely with radiation in the infra-red band selected. Provision may be made either to chop the incoming radiation or to use scanning techniques to obtain radiation intensity variations at various frequencies to facilitate amplification and detection of small photocurrent.

2) Патент на изобретение № GB902684, GB

Pedepar: This invention relates to devise for detecting radiation, the spectrum of which has one or more parts in common with the spectrum of an undesired or stray radiation, in which provision is made of means for deriving two separated beams from a beam entering through an aperture of the devise, these two separated beams comprising radiation different wavelength in different proportion and being modulated so that they are alternately interrupted and projected onto the same part of the sensitive surface of a detection element, and further means being provided for adjusting the output voltage of the detection element to a constant value, if only the undesired or stray radiation exists and to detect the variable component produced by radiation to be detected.

3) Патент на изобретение № 924218, GB

Реферат: The present invention relates to apparatus for polarizing infra-red radiation.

According to the present invention, apparatus for polarizing infra-red radiation comprises a source of infra-red radiation and a body of a material which is substantially transparent to infra-red radiation, a surface portion of the body being in contact with a metal layer which constitutes an interface with the said body, means for defining a beam of infra-red radiation from said source so as to be incident upon a further surface portion of the body, in such manner that the infra-red radiation enters the body at said further surface, and on its path through the body, is incident at the said interface at the angle of incidence exceeding the critical angle, so as to be totally deflected, the dielectric constant of said body and the resistivity of said metal layer being such that said infra-red radiation is polarized on reflection at said interface.

4) Патент на изобретение № 908666, GB

Реферат: The present invention relates to an infrared detection system suitable for detecting the radiation emitted by warm bodies, for example that from the skin of rocket resulting from friction heating at high speeds and that from the hot gases ejected by a jet air-craft.

The infra-red system comprising a narrow beam detector, means for rotating the detector about a first axis, means for oscillating the detector about a second axis at right angles to the first, a cathode-ray tube, means for rotating the direction of deflection of the electron beam of the cathode-ray tube in synchronism with the rotation of the detector, means for effecting radial deflection of the electron beam in synchronism with the oscillation of the detector, and means for modulating the intensity of the electron beam in accordance with the output of the detector.

5) Патент на изобретение № 991462, GB

Pedepar: This invention relates to an infrared detector and, more particularly, to an infrared color detector capable of distinguishing between different wavelength region of the infrared portion of the spectrum. An infrared detector comprising an impurity doped semiconductor target member exhibiting the properties of intrinsic photoconductivity in response to infrared radiation in a first wave length band and of impurity photoconductivity in response to infrared radiation in second wave length band, and differentiating means cooperatively associated with the target member to provide signals in response to the photoconductivities of the target member for determining said intrinsic photoconductivity and said impurity photoconductivity. An infrared detector characterized by magnetic field producing means for suppressing the intrinsic photoconductivity during a first time period or periods, and circuit means for producing during said first time period or periods electrical signals corresponding to said impurity photoconductivity and, during other time periods, electrical signals corresponding to the combined intrinsic and impurity photoconductivities.

6) Патент на изобретение № 1035167, GB

Pedepar: A photosensitive device comprising a semiconductor body of one conductivity type and of relatively low resistivity having on a face thereof a mesa portion the surface of which comprises a thin epitaxial layer of said one conductivity type but of relatively higher resistivity and electrode penetrating the layer and alloy bonded thereto to form a small area pn junction within the layer and sufficiently close to a free surface of the device to receive incident radiation, and a low resistance connection to the body, the minority carrier lifetime in the mesa portion being relatively high in comparison with that in the remainder of the body.

7) Патент на изобретение № 1096909

Pedepar: This invention relates to infra-red photo-detector of the type in which a layer of fluorescent material is used to convert the incident infra-red radiation into visible light. According to the invention an infra-red photo-detector including a fluorescence layer, consisting of powdered calcium fluoride (CaF2) doped with praseodymium to 1 % by weight, suspended in a binder material, and a layer of material that is reflecting to either infra-red radiation or visible light, the two layer being adjacent one another.

8) Патент на изобретение № 3457409, US

Pedepar: This invention relates to infrared detector devises which utilize doped germanium material as the detector element. Hi purity germanium doped with beryllium in concentrations of from 1×10^{15} to 2×10^{16} atoms of beryllium per cm³ of germanium is efficient photoconductive detector for infrared radiation in the region of 10–52 microns.

9) Патент на изобретение US 2007/0099315 A1, US

Peфepar: A method of fabricating a germanium photo detector includes preparing a silicon substrate wafer and depositing and planarizing a silicon oxide layer on the silicon substrate. Contact holes are formed in the silicon oxide layer. An N⁺ epitaxial germanium layer is grown on the silicon oxide layer and in the contact holes. An N⁺ germanium layer is formed by ELO. The structure is smoothed and thinned. An intrinsic germanium layer is grown on N⁺ epitaxial germanium layer. A P⁺ germanium layer is formed on intrinsic germanium layer and a silicon oxide overcoat is deposit. A window is opened through the silicon oxide overcoat to the P⁺ germanium layer. A layer of conductive material is deposited on the silicon oxide overcoat and in the windows therein. The conductive material is etched to form individual sensing elements.

Аннотационный отчет иностранного партнера

7.1 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 фосфора в кремнии. С помощью Фурье спектрометра будет измерен спектр поглощения на внутрицентровых переходах с основного состояния центра (серия Лаймана) в зависимости от интенсивности излучения ЛСЭ.

Эксперимент проведен на построенной и протестированной ранее установке. Образцы Si:P легированы до концентрации 3×10¹⁵ см⁻³ и изготовлены как высокодобротный резонатор (прямоугольник с отполированными гранями до оптического качества). Образец соединялся с холодным пальцем проточного криостата (*Janis ST*-100-*FTIR*)и охлаждался до температуры примерно 6 К. Излучение ЛСЭ проходило через фронтальное алмазное окно криостата. Как альтернатива, кремниевый образец помещался в специальную вставку для оптических измерений и погружался в транспортный сосуд Дьюара STRATOS SL100 с жидким гелием. Полиэтиленовая пленка служила оптическим окном между окружающей атмосферой и гелиевым газом. Длина волны излучения соответствовала энергии перехода между основным состоянием донора фосфора и возбужденным состоянием между состояниями 2p0 – 3p0 донора или нерезонансному переходу между этими состояниями. Излучение из образца регистрировалось в перпендикулярном направлении через специальное охлаждаемое волноводное (Al2O3) и теплое полиэтиленовое (HDPE) окно. Излучение из Si:P образца проходило через Michelson Grubb Parsons интерферометр и детектировалось охлаждаемым жидким гелием Ge:Ga фотоприемником в отдельном криостате. Излучение ЛСЭ отсекалось с-cut кварцевым фильтром комнатной температуры. Спектр лазерного излучения накачки измерялось с разрешением 0.2 мкм. Спектр излучения с разрешением порядка 1/см снимался двумя способами: (i) измерялся интегральный спектр по всему импульсу; (ii) измерялся спектр части импульса длительностью до 100 нс (step scan). Временное разрешение необходимо, поскольку спектральный дрейф излучения накачки может приводить к исчезновению спектрального разрешения Рамановского излучения, зависящего от длины волны накачки, после интегрирования выходного сигнала по всему макроимпульсу. Снятие одного спектра с временным разрешением занимает от 1.5 до 3 часов.

При таких условиях не было зафиксировано влияние поля излучения накачки на связанные состояния донорных центров. Возможной причиной этого может быть слабое AC-расщепление, которое трудно зафиксировать при заданных мощностях накачки. Так же, возможно, это может быть вызвано быстрой внутрицентровой релаксацией состояний доноров с высокой степенью вы-

рождения (np+/- тип), в которых расщепление, как ожидается, важно, как для случая Si:Bi образцов (эффект динамического Штарковского расщепления наблюдался при возбуждении состояния $2p_{+/-}$). Такая релаксация может приводить к низкой населенности расщепленных состояний (AC splitting) и, как следствие, слабому влиянию излучения ЛСЭ на спектр стимулированного излучения Si:P образцов.

TR спектры в данный момент находятся в стадии анализа (реконструкции).

7.2 Исследование эффектов комбинационного рассеяния света на состояниях примесных центров (Рамановская спектроскопия): исследование фосфора в кремнии.

Проведена Рамановская спектроскопия состояний донора фосфора в кремнии. Результаты этих исследований подобны, полученным ранее для доноров мышьяка в кремнии. Стимулированное Рамановское излучение донорами фосфора при возбуждении излучением лазера на свободных электронах получено при низких температурах решетки и потоке квантов накачки $10^{25}/(cm^2c)$. Рамановское излучение наблюдается, когда частота кванта накачки находится между значениями энергий переходов $1s(A_1)-2p_0$ и $1s(A_1)-3p_0$ доноров фосфора. Частота Рамановского излучения сдвинута относительно кванта накачки на энергию перехода между основным состоянием донора и «Рамановски активным» возбужденным состоянием 1s(E).

Как и в случае доноров мышьяка в кремнии, спонтанное Раманоское излучение не зарегистрировано, вероятно, по причине слабой интенсивности и направленности рассеянного излучения. Стимулированное Стоксово излучение получено при концентрации доноров 3×10^{15} cm⁻³ и концентрации остаточной примеси < 10^{12} cm⁻³. Если температура кристалла превышает 10 К Рамановский эффект пропадает. Относительно низкий порог стимулированного Рамановского излучения в окрестности донорных переходов из состояний $2p_0$ и $2p_{\pm}$ объясняется тем, что матричные элементы оптических переходов в этом случае наибольшие. Измеренный диапазон Стоксова излучения 5.0–5.2 THz и 6.1–6.4 THz.

7.3 Нелинейная терагерцовая спектроскопияэкситонных состояний в структурах на основе полупроводников III-V групп: анализ и построение физической модели явления.

В порядке подготовки этих экспериментов была выращена первая серия исследуемых образцов методом молекулярно-лучевой эпитаксии, проведен процессинг в чистых комнатах на оборудовании нашего института в HZDR и характеризация методом электротранспортных, электроемкостных и магнито-транспортных (Шубников-де Гааз) измерений. Здесь особая проблема возникает из небольшого межзонного поглощения одиночной квантовой ямы, которая требует использования модуляционной спектроскопии, при которой электрическим полем осуществляется модуляция плотности носителей заряда в квантовой яме, изменяя напряжение на затворе. Кроме того, в широком диапазоне проведены измерения прохождения ТГц излучения (без использования излучения лазера на свободных электронах (ЛСЭ)) при криогенных температурах и проведена Фурье-спектроскопия в ИК диапазоне. В этих измерениях большая проблема состояла в слишком большом напряжении на затворе, которое необходимо для настройки плотности носителей, и, как результат, слишком большом электрическом токе, приводящем к неоднородной плотности носителей под электродом затвора. Причиной этих трудностей являются непреднамеренно введенные фоновые примеси. Из-за этой проблемы возникла необходимость создания другой структуры эпитаксиальных слоев.

Рабочая смена на ЛСЭ требует обширной подготовки, включая рост еще одного набора GaAs / AlGaAs структур методом молекулярно-лучевой эпитаксии, процессинг структур A3B5 в чистых комнатах нашего Института в HZDR, предварительную характеристику с помощью рентгеновской дифракции высокого разрешения, Фурье спектроскопия поглощения в ИК диапазоне, измерения осцилляций Шубникова-де Гааза, измерение фотолюминесценции, электрические транспортные и емкостные измерения. Более того, пропускание образца в ТГц диапазоне было исследовано для различных концентрация электронов методом ИК Фурье-спектроскопии в том числе с временным разрешением. Изменение концентрации носителей осуществлялась изменением напряжение смещения на затворе. Модуляция напряжения на затворе позволила идентифицировать долю участия электронов в поглощении. Кроме того, была применена улучшенная измерительная техника, в которой одновременно и измерялись дифференциальное (индуцированное напряжением на затворе) и полное поглощение. Это дает возможность изучения поглощения, индуцированного носителями, с хорошей точностью, как по амплитуде, так и по фазе. Эксперименты, в которых накачка осуществляется излучением ЛСЭ, а в качестве зонда используется широкополосное излучение (FEL THz pump – broadband THz probe) успешно проведены на улучшенной установке. Таким образом, новые измерительные возможности успешно продемонстрированы в эксперименте. Особая трудность заключалась в одновременном управлении множеством параметров и регулировок: временная синхронизация между излучением ЛСЭ и настольным лазером, пространственное и временное перекрытие между импульсом ЛСЭ и зондирующим ТГц импульсом, оптимизация слабых сигналов и обнаружение предельного изменения сигнала. Эти параметры можно последовательно контролировать с постепенной повышающейся точностью, что в конечном итоге привело к получению высококачественных данных измерений этих квантовых ям на основе элементов III-V группы.

В первой половине 2017 г. оборудование лазера на свободных электронах (ЛСЭ) FELBE подверглось серьезной модернизации, при которой менялся один из ондуляторов лазерной системы. По этой причине не было возможности регулярных работ на ЛСЭ FELBE в этот период. Поэтому немецкие участники в центре Гельмгольца (HZDR) сосредоточились на анализе экспериментальных данных полученных ранее и их интерпретации. Эти эксперименты касались ТГц спектроскопии и ультрабыстрой динамики трехуровневой электронной системы в широкой одиночной квантовой яме. В этих исследованиях широкополосный ТГц пробные импульсы фокусировались на образце с фиксированным временем задержки между длинным 16 пкс импульсом накачки излучения ЛСЭ и широкополосным ТГц пробным импульсом. Индуцированное изменение в прохождении пробного импульса регистрировалось с помощью электрооптического сэмплинга (electrooptic sampling). Полученные временные данные были конвертированы в ТГц спектр поглощения (см. рисунок ниже).



Рисунок 50 – (а) Прошедший широкополосный ТГц пробный импульс, измеренный для различных времен задержки между пробным импульсом и импульсом накачки ЛСЭ (см. масштаб в центре); (b) – вещественная часть поглощения пробного излучения как функция ТГц частоты, полученной Фурье преобразованием переходных процессов в (а). 1-2 межподзоные переходы (пик в окрестности 2–2.3 ТГц) показывают проявление ожидаемого расщепления Раби. Имеется так же ясность для расщепления 2-3 межподзонных переходов (пик в области 3.5 ТГц) в ожидаемом триплете Моллоу.

Как временные, так и спектральные данные показывают ясно зависимости от pump-probe задержки. В частности спектры показывают выраженное уширение в течении времени, когда пробный и импульс и импульс накачки перекрываются (т.е. 4–5 пкс памп-проб задержки), который проявляется в АС Штарковском эффекте. Наблюдаемое поведение согласуется с ожидаемым Autler-Townes pacщеплением 1–2 межподзонных переходов и появлением триплета Моллоу с переходами 2–3, как и предсказывается моделью, использующей дипольные элементы переходов. 4. 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 бора в кремнии.

Эксперимент проведен на предварительно построенной и протестированной станции аналогичной той, что описана в части 1 для криогенной вставки для оптических экспериментов в транспортном криостате с жидким гелием STRATOS SL100. Отличие состояло лишь используемом конечном детекторе, сдавленный p-Ge:Ga, охлаждаемый в криостате с жидким гелием, который имеет расширение для использование в коротковолновом диапазоне, что необходимо для перекрытия зоны стимулированного излучения Si:В ТГц лазера (165-182 µm) (см. [S. G. Pavlov, N. Deßmann, V. N. Shastin, R. Kh. Zhukavin, B. Redlich, A. F. G. van der Meer, M. Mittendorff, S. Winnerl, N. V. Abrosimov, H. Riemann, and H.-W. Hübers, Terahertz Stimulated Emission from Silicon Doped by Hydrogenlike Acceptors, Phys. Rev. X 4, 021009 (2014)]). Было использовано несколько образцов кремния, легированных акцепторами бора с концентраций ~2×10¹⁵ cm⁻³ – оптимальная для реализации Si:В лазера на внутрицентровых переходах. Не смотря на многочисленные попытки улучшить и модифицировать условия оптического возбуждения излучением FELBE, не удалось получить лазерную генерацию ни на одном используемом Si:В образце, которые являются лазерными при накачке другим более мощным FEL источником. Мы предполагаем, что отсутствие генерации может быть вызвано несколькими причинами, главная из которых – это самый низкий среди других кремниевых ТГц лазеров коэффициент усиления в сочетании с относительно более низкой спектральной яркостью излучения FELBE в конкретно этом диапазоне (короче 30 мкм). Это фактически было одной из причин остановки всего FELBE на полгода в 2017 г. для замены ондулятора U27. С этого момента установка FEL работает на новом ондуляторе U37 и предлагает улучшенные спектральные характеристики в диапазоне длин волн 10-40 мкм, что было недоступно до этого.

5. Исследование эффектов комбинационного рассеяния света на состояниях примесных центров (Рамановская спектроскопия). Анализ и постороение модели явления.

Рамановская спектроскопия электронных резонансов является мощным инструментом для исследования энергий возбужденных честных состояний примесей в полупроводниках. Переходы в в эти состояния из основного состояния с известной энергией являются Рамановски активными. Такая спектроскопия дает точные значения отщепленных 1s(E) состояний для некоторых доноров V группы в кремнии centers [*см.*, *например*, *K. Jain*, *S. Lai*, *and M.V. Klein*, *Electronic Raman scattering and the metal-insulator transition in doped silicon*, *Phys. Rev. B.* 13, 5448-5464 (1976)]. Мы сфокуси-

ровались на наблюдении возможных электронных Рамановских резонансов в донорахV группы висмута, акцепторах III группы бора и двойных донорах II группы магния в кремнии, которые не были замечены во время подготовки заявки на данный проект. Важно отметить, что электронный эффект Рамана очень слабый, и его наблюдение предполагает надлежащую подготовку образцов, обычно легированных почти до уровня перехода Мотта, надлежащую геометрию эксперимента (Для получения максимального рассеянного света необходимо использовать образец длиной до нескольких см) и использования надлежащего инструментария. В целях содействия проведению таких исследований предложенная группа приступила к дополнительному расширенному сотрудничеству. Три исследовательских института в Берлине (помимо университета, также Раманспектрометры в институт оптических сенсорных систем (под руководством доктора Dr. U. Böttger) и в Институте роста кристаллов (под руководством д-ра К. Irmscher)). Были проведены консультации с мировым лидером в области Рамановской спектроскопии в кремнии с проф. M.L.W. Thewalt (Simon Fraser University (SFU), Burnaby, Canada) для успешного выполнения поставленных задач. Только команда из SFU имеет подходящий лазер для возбуждения среды для проведения Рамановской спектроскопии в кремнии. Проведено много плодотворных дискуссий, получены полезные рекомендации для правильного выбора характеристик образцов, таких как уровень легирования, оптическая толщина для оптического «накопления» сигнала, чтобы наблюдать это слабое явление, для таких как длина волны возбуждения под запрещенной зоной Si, избегая сильной люминесценции, сборка оптики и др. В результате поиска удалось четко и однозначно определить энергию $1\Gamma_7^+$ состояния акцептора бора в Si (экспериментальные достижения СФУ команды), наблюдать электронные Рамановские переходы в донорах Ві (экспериментальные достижения Берлинского консорциума), но не обнаружено доказательств электронных Рамановских переходов в кремнии, легированном магнием, несмотря на множество экспериментальных попыток. Результаты, связанные с акцептором бора, в конце концов завершили многолетнюю научную дискуссию об энергии связи состояния, отделившегося от основного. Старая теоретически разработанная модель для акцептора бора в кремнии [Shallow acceptor resonant states in Si and Ge, R. Buczko and F. Bassani, Phys. Rev. B 45, 5838-5847 (1992)] нашла свое экспериментальное подтверждение. Это дает возможность для аналогичных исследований других акцепторов в кремнии и за его пределами. Эти исследования продемонстрировали критическую зависимость эффективности Рамановского эффекта от длины волны возбуждения. Существует компромисс между эффективностью комбинационного рассеяния, затухающей как длина волны в четвертой степени, и числом рассеивающих примесных центров в объеме кристалла возбуждаемого лазером. Наш эксперимент показан на рисунке 51, в котором Рамановского Рассеяние в кремнии произошло сначала в инфракрасном диапазоне при длине волны лазерного возбуждения 785 нм, что соответствует глубине скин-слоя около 10 мкм в Si и количеству атомов висмута приблизительно 10^{13} в качестве активных рассеивающих центров. Более коротковолновое возбуждение 532 нм (скин-слой порядка 1 мкм) не дает наблюдаемых Рамановских линий, в то время как лазеры на ближнем инфракрасном диапазоне 1064 нм и 1081 нм (скин слой > 1 мм) обеспечивают оптимальный баланс. Последний лазер (SFU) имеет большое преимущество слабого люминесцентного возбуждения, которое всегда благоприятно для наблюдения слабых Рамановских откликов.



Рисунок 51 – Наблюдение Рамановского рассеяния на электронных состояниях донора Ві в кремнии (Берлинский консорциум). Важно, что электронный переход 1s(A1)-1s(E) появляется сначала в Стоксовой компоненте Рамановского спектра только при инфракрасном лазерном возбуждении. Кроме того, окружающие фононные полосы, отличные от оптического фонона, относительно увеличиваются с увеличением рассеивающего объема.

6. Nonlinear terahertz range spectroscopy of impurity centers in semiconductors.

Нелинейная спектроскопия насыщения примесных переходов в кремнии проведена на установке с использованием излучения ЛСЭ. Такая спектроскопия потенциально дает альтернативную оценку сил осцилляторов и времен жизни ключевых электронных оптических переходов. Мы провели такие измерения в кремнии, легированном глубокими донорами, в которых предварительные измерения показывали наличие долгоживущих возбужденных состояний, от нескольких сотен пкс для

доноров Mg) [S.G. Pavlov, N. Deßmann, A. Pohl, V.B. Shuman, L.M. Portsel, A.N. Lodygin, Yu.A. Astrov, S. Winnerl, H. Schneider, N. Stavrias, A.F.G. van der Meer, V.V. Tsyplenkov, K.A. Kovalesky, R.Kh. Zhukavin, V.N. Shastin, N.V. Abrosimov and H.-W. Hübers, Dynamics ofnonequilibrium electrons on neutral center states of interstitial magnesium donor in silicon Phys. Rev. B 94, 075208 (2016)] до нескольких нс по предварительному анализу для первых возбужденных состояний в Si:Se (рисунок 52).



Рисунок 52 – Времена жизни первых возбужденных состояний донора Se в Si как получено из времяразрешенной спектроскопии на ЛСЭ FELBE; т и т 2 – характерные временные константы быстрых и медленных компонент (многоэкспоненциальная аппроксимация) в pump-probe откликах

Известно, что интенсивность насыщения накачки может быть использована для оценки времени жизни верхнего состояния оптического перехода в предположении известного сечения оптического перехода. Такое приближение протестировано несколько раз для различных дипольных переходов с различной точностью получаемых значений по отношению к полученными другими методами. Наши оценки предсказали, что можно достигнуть эффекта насыщения поглощения при плотности потока фотонов 10^{25} см⁻²с⁻¹, что выглядело достижимо благодаря знанию доступных мощностей импульсов ЛСЭ при требуемых длинах волн излучения. Другая длина волны импульса использовалась для зондирования $1s(A_1)-2p_0$ перехода в Si:Mg и Si:Se, так же для перехода $1s(A_1)-1s(T_2)$ в Si:Se и Si:S кристаллах. Все эксперименты проведены при криогенных температурах в ставке для транспортного гелиевого криостата, имеющей минимальных оптические потери, все остальные детали установки очень похожи на описанные в части 1. Мощность излучения ЛСЭ из-

мерялась перед криогенной вставкой калиброванным измерителем мощности и вблизи образца чувствительным Ge:Ga детектором. Особое внимание уделано оценке локальной температуры, чтобы разделить оптический и температурный эффекты насыщения. Максимально достижимый поток фотонов, пересчитанный из измеренной мощности макроимпульса ЛСЭ, находился в диапазоне 10²⁵ см⁻² с⁻¹ и 10²⁶ см⁻² с⁻¹ для конкретной длины волны. Специальный акцент был сделан на максимизации перекрытия спектральной ширины линии излучения ЛСЭ, настраиваемой длительностью импульса, с шириной примесного перехода, чтобы максимизировать их перекрытие и, таким образом, эффективность поглощения. Мы наблюдали эффект насыщения поглощения в образцах Si:Mg и Si:S с различной концентрацией легирования вплоть до мощностей накачки, при которой происходит термическая ионизация доноров из-за разогрева излучением ЛСЭ с большой средней мощностью (> 0.5W). Для Si:Se насыщение поглощения начинается при меньших мощностях накачки, чем требуется для термической ионизации. Это затрудняет точный анализ получаемых данных, поскольку полное насыщение наблюдается при плотности потока фотонов, ведущей к температурным изменениям. Мы целенаправленно работали над интерпретацией получаемых данных для разделения различных вкладов в сигнал и получения оценки интенсивности насыщения. Как мы увидели из экспериментов, времена жизни, полученные с помощью в других альтернативных методов измерений могут существенно отличаться, поскольку измерение других параметров, таких как оптическое сечение, намного надежнее для таких оценок.

InTerFEL: Краткий отчет и общее заключение.

Участники:

Немецкие партнеры осуществляли подпроекты в рамках совместного проекта InTerFEL, который выполнялся в рамках Российско-Германской программы сотрудничества «Проведение исследований, направленных на создание научно-технического задела с применением источников излучения фотонов и нейтронов на базе ускорителей и источников нейтронного излучения в рамках сотрудничества с научно-исследовательскими организациями и университетами Федеративной Республики Германия» (BMBF No. 05К2014 and the Russian Ministry of Science and Education (No. RFMEFl61614X0008). Эти подпроекты были поданы Техническим университетом Берлина Berlin (TUB, позже его обязательства были взяты университетом Гумбольдта (Humboldt-Universität Berlin (HUB))), Центром Гельмгольца в Дрездене-Россендорфе (HZDR), Институтом роста кристаллов Лейбница (IKZ) и Российскими партнерами: Институт физики микроструктур РАН (H.Hoвгород, ИФМ РАН), Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера (Новосибирск, ИЯФ СО РАН, ЛСЭ - NovoFEL), Физико-химический институт им. Л.Я. Каопова (НИФХИ им. Л.Я. Карпо-

ва). Совместная исследовательская программа (согласно англоязычной версии заявки) включает 8 пунктов работ, за ключевые пункты 6-ти из которых ответственны немецкие партнеры. Немецкие участники предоставили отчеты о свое научной активности в Германии и в Российский фонд. Состоялся двусторонний обмен учеными, с визитами российских ученых в Германию (Берлин, Дрезден-Россендорф) и немецких ученым в Россию (Нижний Новгород, Новосибирск). Имело место 4 встречи всех участников проекта, каждый год в месте постоянно работы одного из участников: Берлин, Нижний Новгород, Новосибирск, Дрезден. Финансирование работ немецких участников осуществлял фонд BMBF, превышая объем, получаемый Российскими партнерами из Российского фонда.

Главные результаты проекта:

1. Основная научная активность партнеров была непосредственно связана с работами на ЛСЭ (HZDR, NovoFEL), носила интенсивный характер (включая соответствующие подготовку и вспомогательную деятельность) и имела крупные научные результаты. Как FELBE (HZDR), так и NovoFEL (Новосибирск, ИЯФ СО РАН) получили как новые рабочие установки, так и новые научные результаты, полученные на новом оборудовании, а также сопутствующие научные результаты, полученные в течение подготовки экспериментов с использованием излучения ЛСЭ. В HZDR построена экспериментальная установка по спектроскопии, в которой возбуждение среды осуществляется излучением ЛСЭ, а зондирование широкополосным излучением другого источника (рисунок 53). Критические рекомендации были даны для создания экспериментальной установки для одноцветной спектроскопии (pump-probe) на базе NovoFEL в Новосибирске. Обе установки прошли этапы оптического проектирования, поставки и наладки компонентов, сборки, разработки программного обеспечения, тестовых испытаний.

2. Важный опыт и понимание материалов для связанных исследований, в основном полупроводников, и связанных явлений, которые сфокусированы на быстрых процессах, типичный временной масштаб ограничен длительностью микроимпульса ЛСЭ, т.е. несколько пкс до нескольких нс, который перекрывает временные масштабы большинства критических фундаментальных динамических процессов, описывающих электронные и фотонные возбуждения. Помимо материалов, имеющихся у партнеров в начале проекта, новые современные и уникальные материалы были созданы, используя современные технологические подходы, как классические методы роста, так и легирование в процессе молекулярно пучковой эпитаксии. Спектр исследованных материалов включает объемные материалы кремния и германия со свойствами в их технологически достигнутых границах, квантовые ямы на типа A_3B_5 (GaAs), новые материалы дихлоргидата переходных металлы, в частности однослойные образцы WSe2, а также MoSe2, в которых наблюдается инте-

ресные физические явления, которые отсутствует в обычных полупроводниках IV и III-V группы: изо-спин, экстремально длинноволновое инфракрасное рассеяние света и другие.



Рисунок 53 – Экспериментальная установка по спектроскопии, в которой возбуждение среды осуществляется излучением ЛСЭ, а зондирование широкополосным излучением другого источника (FEL pump - **broadband** THz probe) на базе ЛСЭ FELBE. Ключевые элементы установки, которые используют интенсивное узкополосное излучение ЛСЭ в среднем ИК диапазоне и импульсы в ближнем ИК диапазоне от регенеративного лазерного усилителя (40 fs, 5 – 10 µJ, 100 – 300 kHz). Пунктирная желтая линия показывает ход луча ЛСЭ, который фокусируется на образце и коллимируется параболическим зеркалом. Луч в ближнем ИК диапазоне (красная линия) служит для генерации широкополосного ТГц излучения (пунктирная оранжевая линия) и детектирования прошедшего широкополосного ТГц луча с помощью электрооптического преобразователя. В месте, где находится образец, расположен оптический криостат (не показан на рисунке) для измерений при криогенных температурах ниже 4 К. Для электрооптического детектирования доступны как пошаговое сканирование, так и быстрое сканирование.

3. Команда исследователей выполнила запланированные исследовательские задачи, важная часть из которых закончилась успешно. Некоторые задачи из списка очень любопытные, но очень рискованные не удалось реализовать в соответствии с ожиданиями или реализовывались непредсказуемым образом. Множество интересных явлений обнаружено на обеих установках на базе ЛСЭ, а

так же в процессе в течение подготовки к рабочим сменам на ЛСЭ и сопутствующие исследования в лабораториях команд-участников.

Основные научные достижения партнеров в соответствии с планом исследований:

1. Наблюдение кратковременного стимулированного Рамановского резонанса в ТГц диапазоне при возбуждении доноров висмута излучением ЛСЭ при низких температурах решетки. Такой короткий, несколько пкс, импульс лазерного Рамановского излучения приводит к другой оценке достигаемого Рамановского коэффициента усиления на порядок большему по сравнению со значением, опубликованным ранее.

2. Предельно короткий отклик фотопроводимости, менее 60 пкс, в широкой полосе ИК спектра экспериментально продемонстрирован в специально подготовленных сильно легированных и сильнокомпенсированных германиевых фоторезистивных детекторах. Такие детекторы потенциально могут быть непосредственно использованы для характеризации излучения ЛСЭ, используя существующую диагностику ТГц диапазона.

3. Две ключевые технологии для контролируемого с высокой степенью легирования полупроводников на основе последовательного легирования из расплава, а так же нейтронное легирование были применены в настоящем проекте с высоким качеством, зачастую это были уникальные исследовательские образцы, включающие солегирование различными примесями с одним типом проводимости, а так же целенаправленно компенсированными (примеси с различным типом проводимости).

Общее заключение

- Проект InTerFEL был очень успешным. Очень полезный инструментарий был внедрен на двух лазерах на свободных электронах NovoFEL и FELBE, и участники провели очень интересные исследования. Эти новые инструментарии расширяют спектр возможности использования этих ЛСЭ сторонними пользователями. Уже в ходе выполнения проекта развитый инструментарий был использован внешними пользователями, не вовлеченными в проект, что показывает, что построенные станции будут использоваться и в дальнейшем. Например, станция по спектроскопии, в которой используется узкополосный источник накачки и широкополосный зондирующий импульс, позволил группе из университета во Франкфурте (Германия) исследовать эффект Аутлера-Тауна и триплет Моллоу примесных состояний в полупроводниках.

- Совместный проект привел к очень доверительным отношениям между участниками. Имело место интенсивный научный обмен между участниками InTerFEL проекта и изобилие совместных

экспериментальных работ немецких и российских участников на ЛСЭ NovoFEL и FELBE. Много как международных (немецкие и российские участники на NovoFEL и FELBE), так и много национальных (немецкие на FELBE и российские участники на NovoFEL) заявок на проведение работ с использованием ЛСЭ было подано и выиграно на конкурсной основе, и проведено.

- Кроме того, состоялись запланированные рабочие встречи в рамках InTerFEL проекта российских и немецких партнеров, организованные двумя центрами, на территории которых находятся ЛСЭ (2016 International Conference «Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application» SFR-2016, Novosibirsk, 04.-07.07.2016, and «2017 FELBE User Workshop», Dresden, 24.-25.04.2017) на которых были представлены важные научные презентации. На другие тематических международных конференциях и рабочих встречах, связанных со своими ЛСЭ, но так же и с физикой твердого тела, было уделено внимание участникам данного проекта, и их результатам, полученные в рамках InTerFEL проекта были представлены на этих мероприятиях.

- Новые исследовательские категории, частично уникальные материалы, одобренные комплексные технологические подходы, наблюдения интересных физических явлений детально проработаны и представлены в отчетах по проекту, в публикациях в научных журналах, представлены в научных мероприятиях. Более детально, см. предыдущую страницу и приложенный список публикаций.

14.12.2017

Немецкий координатор

проф. H.-W. Hübers

Геревод верен Ученого семрегарь ИРИ РАН



ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В ходе шестого заключительного этапа по совместному Российско-Германскому проекту InTerFEL был завершен цикл экспериментальных и теоретических исследований неравновесных состояний примесных центров в полупроводниках кремния и германия, а так же в полупроводниковых структурах.

Основные результаты, полученные Российскими участниками совместного проекта кратко можно представить следующим списком:

- Построена станция по измерению быстропротекающих процессов методом пробного импульса («накачка-зондирование») на базе Новосибирского лазера на свободных электронах. Станция позволяет проводить измерения динамических характеристик различных процессов в различных средах, измеряя время релаксации коэффициента поглощения среды в терагерцовом диапазоне частотного спектра.

- С помощью этой станции проведены измерения на построенной станции времен релаксации возбужденных состояний донорных центров мышьяка, сурьмы и акцепторов галлия в кристалле германия. Показано влияние одноосной деформации сжатия кристалла германия в кристаллографическом направлении <111> на времена релаксации этих состояний.

- Проведено множество экспериментов и измерены времена релаксации возбужденных состояний доноров фосфора, висмута, сурьмы, мышьяка, двухзарядных доноров магния, а так же акцепторов бора в кристалле кремния в отсутствии и при наличии одноосной деформации сжатия. Показана сильная зависимость темпов релаксации возбужденных состояний от деформации кристалла в кристаллографическом направлении <100>. Измерения проводились методом пробного импульса (pump-probe) с использованием излучения лазера на свободных электронах FELBE в Дрездене-Россендорфе, а так же для доноров магния методом измерения межзонной фотолюминесценции с временным разрешением.

- В ИФМ РАН выращены многопериодные кремний-германиевые наноструктуры со слоями, легированными мелкими примесными центрами. Проведен анализ свойств неравновесных электронных состояний методами пробного импульса с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах, методом измерения фотолюминесценции с временным разрешением при межзонном фотовозбуждении.

- Проведено легирование кристаллов кремния и германия методом ядерной трансмутации при облучении образцов потоком тепловых нейтронов. Легирование проводилось с использованием уникальной установки – Многоцелевого модернизированного химико-технологического экспериментального комплекса на базе исследовательского реактора BBP-ц «Уникум». Такой метод легиро-

вания позволяет получать образцы с высокой степенью однородности распределения примесей в кристалле. Впоследствии эти образцы были использованы в экспериментальных исследованиях.

- В ходе проекта российскими участниками сделано три патентных заявки и получен один патент. Результаты опубликованы в научных статьях в рецензируемых журналах, индексируемых в базах WoS и Scopus.

Немецким партнером получены следующие основнын результаты:

- Наблюдение кратковременного стимулированного Рамановского резонанса в ТГц диапазоне при возбуждении доноров висмута излучением ЛСЭ при низких температурах решетки. Такой короткий, несколько пкс, импульс лазерного Рамановского излучения приводит к другой оценке достигаемого Рамановского коэффициента усиления на порядок большему по сравнению со значением, опубликованным ранее.

- Предельно короткий отклик фотопроводимости, менее 60 пкс, в широкой полосе ИК спектра экспериментально продемонстрирован в специально подготовленных сильно легированных и сильнокомпенсированных германиевых фоторезистивных детекторах. Такие детекторы потенциально могут быть непосредственно использованы для характеризации излучения ЛСЭ, используя существующую диагностику ТГц диапазона.

- Две ключевые технологии для контролируемого с высокой степенью легирования полупроводников на основе последовательного легирования из расплава, а так же нейтронное легирование были применены в настоящем проекте с высоким качеством, зачастую это были уникальные исследовательские образцы, включающие солегирование различными примесями с одним типом проводимости, а так же целенаправленно компенсированными (примеси с различным типом проводимости).

Проект был успешным, и кратко его результаты можно охарактеризовать следующим образом:

- Был внедрен очень полезный инструментарий на двух лазерах на свободных электронах NovoFEL и FELBE, и участники провели очень интересные исследования. Эти новые инструментарии расширяют спектр возможности использования этих ЛСЭ сторонними пользователями. Уже в ходе выполнения проекта развитый инструментарий был использован внешними пользователями, не вовлеченными в проект, что показывает, что построенные станции будут использоваться и в дальнейшем. Например, станция по спектроскопии, в которой используется узкополосный источник накачки и широкополосный зондирующий импульс, позволил группе из университета во Франкфурте (Германия) исследовать эффект Аутлера-Тауна и триплет Моллоу примесных состояний в полупроводниках.

- Совместный проект привел к очень доверительным отношениям между участниками. Имело место интенсивный научный обмен между участниками InTerFEL проекта и изобилие совместных

экспериментальных работ немецких и российских участников на ЛСЭ NovoFEL и FELBE. Было подано много как международных (немецкие и российские участники на NovoFEL и FELBE), так и много национальных (немецкие на FELBE и российские участники на NovoFEL) конкурсных заявок на проведение работ с использованием этих ЛСЭ.

- Состоялись запланированные рабочие встречи в рамках InTerFEL проекта российских и немецких партнеров, организованные двумя центрами, на территории которых находятся ЛСЭ (2016 International Conference «Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application» SFR-2016, Novosibirsk, 04.-07.07.2016, and «2017 FELBE User Workshop», Dresden, 24.-25.04.2017) на которых были представлены важные научные презентации. На другие тематических международных конференциях и рабочих встречах, связанных со своими ЛСЭ, но также и с физикой твердого тела, было уделено внимание участникам данного проекта, и их результатам, полученные в рамках InTerFEL проекта были представлены на этих мероприятиях.

- Новые исследовательские категории, частично уникальные материалы, одобренные комплексные технологические подходы, наблюдения интересных физических явлений проработаны и представлены в отчетах по проекту, в публикациях в научных журналах, представлены в научных мероприятиях.

Работы Российского коллектива и иностранного партнера дополняют друг друга в плане исследования неравновесных состояний мелких примесных центров в кристаллах кремния и германия. Проведенные в 2017 г. на заключительном этапе работы завершают запланированный в данном проекте цикл экспериментальных и теоретических исследований неравновесных состояний примесных центров в кристаллических полупроводниках и полупроводниковых. Выполненные в ходе всего проекта работы соответствуют план-графику и достигают поставленных целей. Сведения о ходе выполнения проекта размещены на официальном сайте ИФМ РАН (http://ipmras.ru/ru/results/sc_reports).

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

- 1. A. K. Ramdas and S. Rodriguez, Rep. Prog. Phys. 44, 1297 (1981).
- 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. Hubers, Appl. Phys. Lett. 106, 171109 (2015).
- 3. Б. М. Гершензон, Г. Н. Гольцман, Н. Г. Птицина, Письма в ЖЭТФ 25, 574 (1977).
- F. A. Hegmann, J. B. Williams, B. Cole, M. S. Sherwin, J. W. Beeman, and E. E. Haller, Appl. Phys. Lett. 76, 262 (2000).
- 5. S. N. Deßmann, S. G. Pavlov, V. V. Tsyplenkov, E. E. Orlova, A. Pohl, V. N. Shastin, R. Kh. Zhukavin, S. Winnerl, M. Mittendorff, J. M. Klopf, N. V. Abrosimov, H. Schneider, and H.-W. Hubers, Phys. Stat. Sol. B 254, 1600803 (2017).
- N. Deßmann, S. G. Pavlov, V. N. Shastin, R. Kh. Zhukavin, V. V. Tsyplenkov, S. Winnerl, M. Mittendorff, N. V. Abrosimov, H. Riemann, and H.-W. H⁻ubers, Phys. Rev. B 89, 035205 (2014).
- 7. J.-Q. Wang, P. L. Richards, J.W. Beeman, and E. E. H⁻aller, Appl. Opt. 26, 4767 (1987).
- 8. Y. Y. Choporova, V. V. Gerasimov, B. A. Knyazev, S. M. Sergeev, O. A. Shevchenko, R. K. Zhukavin, and G. N. Kulipanov, Phys. Proc. 84, 152 (2016).
- G. N. Kulipanov, E. G. Bagryanskaya, E. N. Chesnokov, Yu. Yu. Choporova, V. V. Gerasimov, Ya. V. Getmanov, S. L. Kiselev, B. A. Knyazev, V. V. Kubarev, S. E. Peltek, V. M. Popik, T. V. Salikova, M. A. Scheglov, S. S. Seredniakov, O. A. Shevchenko, A. N. Skrinsky, S. L. Veber, and N. A. Vinokurov, IEEE Trans. on THz Sci. and Technol. 5, 798 (2015).
- B. A. Knyazev, E. G. Bagryanskaya, E. N. Chesnokov, Yu. Yu. Choporova, V. V. Gerasimov, Y. V. Getmanov, B. G. Goldenberg, G. N. Kulipanov, A. S. Kozlov, V. V. Kubarev, A. K. Nikitin, V. S. Pavelyev, S. E. Peltek, V.M. Popik, T. V. Salikova, M. A. Scheglov, S. S. Serednyakov, O. A. Shevchenko, A. N. Skrinsky, S. L. Veber, and N. A. Vinokurov, Phys. Proc. 84, 27 (2016).
- 11. R. J. Baker and P. Fisher, Solid St. Commun. 99, 679 (1996).
- 12. G. Ascarelli and S. Rodriguez, Phys. Rev. 124, 1321 (1961). 13. Г. Л. Бир, Г. Е. Пикус, Симметрия и деформацион ные эффекты в полупроводниках, Наука, М. (1972), гл. VII, с. 513.

Приложение А

Акт и протоколы измерения временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров и акцепторов в одноосно-деформированном германии на собранной в рамках настоящего проекта установке на базе ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения



АКТ

по измерению временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров и акцепторов в одноосно-деформированном германии на собранной установке на базе ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения

> Соглашение с Минобрнауки России от «17» сентября 2014 г. № 14.616.21.0008

«15» декабря 2017 г.

Комиссия в составе:

Іредседатель	Шастин Валерий Николаевич,
ілены комиссии	жукавин Гоман Лусеинович, Цыпленков Вениамин Владимирович
Stendi Komneenn	Цыпленков Вениа

назначенная приказом по *ИФМ РАН* от «5» декабря 2017 г. № 65, в период с «11» декабря 2017 г. по «15» декабря 2017 г. проверила результаты проведения работ по измерению временной динамики релаксации неравновесных состояний мелких доноров и акцепторов в одноосно-деформированном германии. Работы проведены с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах и оборудования ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения.

1. Комиссии предъявлены:

- 1.1 Результаты измерений временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров и акцепторов в одноосно-деформированном германии.
- 1.2 Протоколы работ.

2. В результате проверки установлено:

Результаты измерений, проведенных в период с «29» ноября 2017 г. по «7» декабря 2017 г., достигают целей поставленной в рамках проекта задачи. Продемонстрировано влияние одноосной деформации на временную динамику релаксации примесных состояний в германии при возбуждении их излучением лазера на свободных электронах.

3. Вывод:

Результаты работ полностью соответствуют план-графику и требованиям технического задания выполняемого проекта.

Председатель комиссии

Члены комиссии

Mun - Mun -

Шастин Валерий Николаевич Жукавин Роман Хусейнович Цыпленков Вениамин Владимирович

ПРОТОКОЛ

измерения временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров сурьмы в одноосно-деформированном германии методом пробного импульса

№1 06.06.2017 г.

- 1. Объект испытания: образцы кристаллического германия, легированные донорами сурьмы.
- 2. Цель испытания: измерение времен релаксации неравновесных состояний доноров сурьмы в одноосно-деформированном германии. Направление сжатия [111].
- 3. Дата начала испытаний: 01.06.2017 г.
- 4. Дата окончания испытаний: 06.06.2017 г.
- 5. Место проведения испытаний: ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН
- 6. Среда проведения испытаний: Лазер на свободных электронах (NovoFEL), установка для измерения методом пробного импульса, оборудования ЦКП «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения»
- 7. Результаты: измерены временные отклики среды (pump-probe сигналы) на резонансное импульсное возбуждение излучением лазера на свободных электронах


















 Выводы: Показано влияние одноосной деформации на скорости релаксации возбужденных состояний доноров сурьмы в кристалле германия.

Ответственный исполнитель электроник ИФМ РАН

6epul

Сергеев С.М.

ПРОТОКОЛ

измерения временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров мышьяка в одноосно-деформированном германии методом пробного импульса

№1 07.12.2017 г.

- 1. Объект испытания: образцы кристаллического германия, легированные донорами мышьяка.
- Цель испытания: измерение времен релаксации неравновесных состояний доноров мышьяка в одноосно-деформированном германии. Направление сжатия – [111].
- 3. Дата начала испытаний: 29.11.2017 г.
- 4. Дата окончания испытаний: 07.12.2017 г.
- 5. Место проведения испытаний: ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН
- 6. Среда проведения испытаний: Лазер на свободных электронах (NovoFEL), установка для измерения методом пробного импульса, оборудования ЦКП «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения»
- 7. Результаты: измерены временные отклики среды (pump-probe сигналы) на резонансное импульсное возбуждение излучением лазера на свободных электронах































 Показано влияние одноосного сжатия в кристаллографическом направлении [111] на времена релаксации возбужденных состояний доноров мышьяка в германии.

Ответственный исполнитель нс ИФМ РАН

4

Ковалевский К.А.

Приложение Б

Методика измерения временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров и акцепторов в одноосно-деформированном германии на собранной в рамках настоящего проекта установке на базе ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения



МЕТОДИКА

ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ РЕЛАКСАЦИИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ ДОНОРОВ И АКЦЕПТОРОВ В ОДНООСНО-ДЕФОРМИРОВАННОМ ГЕРМАНИИ НА СОБРАННОЙ В РАМКАХ НАСТОЯЩЕГО ПРОЕКТА УСТАНОВКЕ НА БАЗЕ ЦКП СИБИРСКОГО ЦЕНТРА СИНХРОТРОННОГО И ТРЕАГЕРЦОВОГО ИЗЛУЧЕНИЯ

ИФМ.2.2017.ПМ1

От Получателя субсидии:

Руководитель проекта Дери В.Н. Шастин

Исполнитель

а [Р.Х. Жукавин С.М. Сергеев

Условные обозначения и сокращения, принятые в тексте

Pump импульс – импульс возбуждения; Probe импульс – зондирующий импульс

1. Общие положения

1.1 Наименование и обозначение опытного образца продукции (далее – объект испытаний):Образцы кристаллического германия, легированные мелкими примесными центрами.

1.2.Цель испытаний:

- исследование временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров и акцепторов при одноосной деформации кристаллов при оптическом возбуждении;

предварительная оценка соответствия объекта испытаний требованиям ТЗ;

1.3 Условия предъявления объекта испытаний на испытания:

1.3.1 Испытания проводятся на образцах кристаллического германия, легированных мелкими донорами и акцепторами.

1.3.2 Объект испытаний предъявляется на испытания в сопровождении следующих документов: настоящая методика.

1.4 *Получатель субсидии* взаимодействует в процессе проведения работ с представителями Института ядерной физики им. Г.И. Будкера

2. Общие требования к условиям, обеспечению и проведению испытаний

2.1 Место проведения испытаний

2.1.1. Испытания при внутрицентровом возбуждении проводятся на базе Новосибирского ЛСЭ и с использованием оборудования ЦКП «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения»

2.2 Требования к средствам проведения испытаний

2.2.1 Измерения при внутрицентровом возбуждении производятся с помощью установки пробного импульса (pump-probe).

2.2.2 Средства измерений, может быть заменено другим, обеспечивающим требуемую точность измерений.

2.3 Требования к условиям проведения испытаний (предварительной обработке исследуемых образцов)

2.3.1 Измерения проводятся на достаточно тонких образцах, чтобы обеспечить возможность регистрации прошедшего через образец излучения источника

2.3.2 Образцы должны иметь не плоскопараллельные грани (клиновидную форму), чтобы исключить влияние эффектов переотражения излучения источника.

2.3.3 Объект испытаний охлаждается до температур, близких к температуре жидкого гелия.

3. Требования безопасности

При подготовке и проведении испытаний необходимо выполнять правила по работе с электроустановками, источниками лазерного излучения и сжиженными газами в соответствии с действующими внутренними инструкциями и стандартами ГОСТ 12.1.019-79 (переиздан в 1996 г.) по электробезопасности, ГОСТ 17518-79 по транспортировке жидких газов, ГОСТ 12.1.044-89 по пожаровзрывобезопасности, ГОСТ Р 50723-94 при эксплуатации лазерных изделий.

4. Программа испытаний

Определяемые показатели и точность их измерений:

Пункт про- граммы испы- таний	Вид испытаний (прове- рок)	Пункт требований ТЗ	Ед. изм.	Номи- нальное значе- ние	Пре- дельные откло- нения	Пункт мето- дики
4.1	Проверка соответствия объекта испытаний тре- бованиям ТЗ	3.6				6.1
4.2	Измерение спектра по- глощения деформиро- ванного образца		Вт, 1/см	1 нВт÷ 1мкВт, 10÷ 5000 (1/см)	1 %, 0.2/см	6.2
4.3.1	Юстировка оптической схемы					6.3.1
4.3.2	Откачка оптического криостата и охлаждение исследуемых образцов до температуры жидкого гелия (4.2 °K)		К	4.2 K	0.5 K	6.3.2
4.3.3	Проведение измерений временной динамики релаксации		Вт, пс	0÷1 Вт, 0÷1500 пс	1 % по мощно- сти, 10– 100 пкс	6.3.3

5. Режимы испытаний

5.1 Порядок испытаний

Для проведения испытаний руководителем работ по проекту назначаются исполняющие измерений.

Измерения проводятся в соответствии с планом-графиком работ.

5.2 Ограничения и другие указания, которые необходимо выполнять на всех или на отдельных режимах исследований.

Измерения прекращаются в случаях:

несоответствия получаемых результатов требованиям ТЗ;

возникновения аварийных ситуаций;

5.3. Измерение абсолютной падающей мощности в пучках накачивающего и пробного импульсов.

5.4 Измерение модуляции прохождения в зависимости от задержки пробного импульса.

6. Методы измерений

6.1 Проверка по п. 4.1. Программы выполняется следующим образом.

Проверяется соответствие параметров образцов требованиям ТЗ.

Объект испытаний считается выдержавшим проверку, если он соответствует ТЗ.

6.2 Работы по пункту 4.2 производятся с использованием Фурье спектрометра с разрешением не менее 0.2 1/см.

6.3.1 Юстировка оптической схемы осуществляется с помощью He-Ne лазера, а так же методом поиска максимальной модуляции прошедшего через образец зондирующего импульса.

6.3.2 Охлаждение исследуемых образцов до температуры жидкого гелия в соответствии с пунктом программы происходит с использованием проточного оптического криостата.

6.3.3 Измерения временной динамики релаксации по пункту программы 4.3.3 происходит в соответствии с приложением ТЗ.Г настоящей методики.

7. Отчетность

По завершению измерений составляется акт о проведенных работах, а так же протокол измерений, включающий в себя все первичные данные измерений. Протокол подписывается непосредственными исполнителями работ.

127

приложения

Приложение ТЗ.А	Перечень ссылочных документов
Приложение ТЗ.Б	Перечень средств измерений и испытательного оборудования, необходимых для проведения испытаний
Приложение ТЗ.В	Типовая форма протокола испытаний
Приложение ТЗ.Г	«Программа и методики обязательного вида испытаний»

Приложение ТЗ.А

к программе и методике измерений

Перечень ссылочных документов

N. Deßmann, S. G. Pavlov, V. N. Shastin, R. Kh. Zhukavin, V. V. Tsyplenkov, S. Winnerl, M. Mittendorff, N. V. Abrosimov, H. Riemann, and H.-W. Hübers, Time-resolved electronic capture in n-type germanium doped with antimony, Phys. Rev. B 89, 035205 (2014)

Standford Research Systems, Руководство пользователя, MODEL SR830, DSP Lock-In Amplifier, www.thinkSRS.com

Ophyr inc., Руководство пользователя, http://www.ophiropt.com/lasermeasurement/sites/default/files/3A-P-THz_3A-FS_3A-P-FS-12_0.pdf

Lasnix, 98 Lasers & Applications September 1984, Design Ideas, Infrared Attenuator Uses Diffraction Principle, by F. Keilmann and K.W. Kussmaul]

Tydex, ИК- поляризаторы, http://www.tydexoptics.com/pdf/ru/IR_polarizers.pdf

Приложение ТЗ.Б

к программе и методике измерений

Наименование,	Кол-	ГОСТ, ТУ	Основные
тип и марка	BO	или обозначение	характеристики
Лазер на свободных электронах (ЛСЭ)	1	NovoFEL	Длительность импульса 100-150 пс, частота по- вторения 6 МГц, средняя мощность – 10 Вт Длина волны излучения 90-240 мкм
Синхродетектор	2	Standford Research SR-830	Диапазон частот: 1мГц- 102.4 кГц Динамический диапазон >100 dB Стабильность 5 ppm/°С Разрешение по фазе не менее 0.01 градуса Постоянная времени 10 мксек - 30 ксек Встроенный источник Интерфейс GPIB и RS- 232
Поляризатор	1	Tydex	Полоса пропускания 8- 200 мкм Отношение сигналов на перпендикулярных поля- ризациях – не хуже 0.01
Персональный компьютер	1		Операционная система Windows XP или выше, наличие USB/RS-232 порта
Проточный гелиевый оптический криостат	1	Janis ST-100	Прозрачность окон в диапазоне 50-200 мкм
Контроллер температуры	1	LakeShore 310	Диапазон изменения и контроля температуры 4- 300 К
Измеритель мощности	2	Ophyr 3A-P-THz	0.3-10 ТГц, 15 мкВт – 3 Вт
автоматизированная линию за- держки	1	Standa, Модель 8MT195	диапазон перемещения 75 см, точность - 12 мик- рон, шаговый двигатель, контроллер с выходом на PC.

Перечень средств измерений и испытательного оборудования, необходимых для проведения испытаний

Приложение ТЗ.В

к программе и методике измерений

ПРОТОКОЛ

название

№ ____

дата.

- 1. Объект испытания:
- 2. Цель испытания:
- 3. Дата начала испытания:
- 4. Дата окончания испытания:
- 5. Место проведения испытания:
- 6. Средства проведения испытаний
- 7. Результаты
- 8. Выводы

Протокол подписывается непосредственными исполнителями работ.

к программе и методике измерений

Метод проведения измерений

Методика измерения времен быстропротекающих процессов методом пробного импульса при внутрицентровом возбуждении в кристалле германия сходна с проводимыми измерениями в кремнии, и основана на эффекте модуляции коэффициента поглощения среды, вызванной коротким импульсом (время импульса много меньше характерных релаксационных времен в системе) лазерного излучения. Регистрация динамики восстановления оптических свойств среды измеряется посредством пробного импульса, который имеет те же характеристики (частота, длительность), что и возбуждающий систему импульс, но гораздо меньшей мощности – не способной заметным образом изменить среду. Для реализации эксперимента по измерению методом пробного импульса необходимо осуществить сведение пучком накачивающего (Pump) и пробного (Probe) импульсов в исследуемом образце. Рисунок 54 иллюстрирует выполнение данного требования.



Рисунок 54 – Схема сведения пучков пробного и накачивающего пучков

Накачивающий импульс переводит исследуемую среду в возбужденное состояние в области засветки среду лазерным излучением, тем самым изменяя коэффициент поглощения в ней. Пробный импульс на той же частоте следует с некоторой задержкой от накачивающего импульса. Изменяя время задержки между pump и probe импульсами и измеряя мощность прошедшего через образец пробного импульса в зависимости от времени задержки, измеряется время восстановления оптических свойств среды (коэффициент поглощения). Время восстановления коэффициента поглощения в среде отражает времена релаксационных процессов в ней. Зависимость прошедшего через исследуемый образец мощности пробного импульса от времени задержки между pump и ргоbе импульсами называется pump-probe сигналом. Существуют различные варианты геометрии pump-probe измерений: направления распространения лучей накачивающего и зондирующих импульсов перпендикулярны или почти параллельны (под небольшим углом). При ортогональной геометрии лучей легче исключить попадание на детектор излучения pump импульса, с другой стороны, в случае, когда лучи распространяются под небольшим углом, легче осуществляется условие сведения лучей в исследуемом образце. В последнем варианте для исключения попадания на детектор излучения накачивающего импульса используют перпендикулярные поляризации pump и probe импульсов, и перед детектором ставят поляризатор.

На рисунке 55 представлена оптическая схема измерений на Новосибирском ЛСЭ. Регистрация pump-probe сигнала производится с помощью охлаждаемого до температур жидкого гелия Ge:Ga детектора. В случае исследования динамики возбужденных состояний мелких примесных центров в полупроводниках методом пробного импульса, частоту излучения ЛСЭ подбирают равной частоте перехода из основного состояния примеси в какое-либо возбужденное состояние, время жизни которого исследуется. Эксперимент проводится при температурах близких к температуре жидкого гелия, чтобы все примесные центры в отсутствие оптического возбуждения находились в основном состоянии. Когда часть примесных центров под действием pump импульса переходит в возбужденное состояние, уменьшается коэффициент поглощения, и пробный импульс проходит через среду, поглощаясь слабее.



Рисунок 55 – Схема установки по измерениям методом пробного импульса на базе Новосибирского ЛСЭ

По мере возвращения примесных центров в основное состояние за счет различных механизмов релаксации в среде, происходит восстановление поглощения в среде.

Одноосная деформация исследуемого кристалла приводит к изменению энергий и волновых функций состояний примесных центров, и, как следствие, изменяются и их темпы релаксации, что сказывается на форме pump-probe сигнала. В полупроводниках n-типа изменение состояний донорных центров связано со сдвигом долин зоны проводимости, вследствие чего происходит изменение вклада различных долин в волновую функцию примесного состояния. В полупроводниках р-типа деформация приводит к относительному сдвигу подзон валентной зоны, изменяя тем самым структуру и энергию акцепторных состояний.

Для осуществления одноосной деформации образца используется модуль давления, который имеет достаточно компактные размеры и позволяет поместить его в оптический криостат. Модуль обеспечивает возможность осуществлять одноосное сжатие образца и фиксировать это давление на достаточно продолжительное время для проведения эксперимента, так же обеспечивать возможность ввода и злучения.

Приложение В

Акт изготовления дифракционных решеток для станции измерения времен быстропротекающих процессов методом пробного импульса на ЛСЭ в г. Новосибирск



Изготовления дифракционных решеток для станции измерения времен быстропротекающих процессов метом пробного импульса на ЛСЭ г. Новосибирск

Соглашение между ИФМ РАН и ИЯФ СО РАН (№ 14-125-ИЯФ/110 от 24.10.2014 г.) на основании действующего соглашения между ИФМ РАН и Минобрнауки РФ от «17» сентября 2014 г. № 14.616.21.0008

В 2017 г. в рамках выполнения работ «Разработка и создание пользовательской станции измерений времен протекающих процессов с использованием излучения лазера на свободных электронах» на базе ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения по договору № 14-125-ИЯФ/110 от 24.10.2014 г., заключенного между ИФМ РАН и ИЯФ СО РАН на основании действующего соглашения между ИФМ РАН и Минобрнауки РФ (№ 14.616.21.0008 от 17.09.2014) в ИЯФ СО РАН были изготовлены периодические решетки на станции «Рентгеновская литография и LIGA», работающей на канале вывода синхротронного излучения из накопителя ВЭПП-3, входящего в перечень уникальных научных установок (комплекс электрон-позитронных коллайдеров ВЭПП-4).

Для создания периодических решеток с отверстиями размерами больше и меньше длины волны использовался метод глубокой рентгеновской литографии в сочетании с вакуумным магнетронным напылением серебра на поверхность решетки. Экспонирование образцов выполнено на станции «Рентгеновская литография и LIGA», работающей на канале вывода синхротронного излучения из накопителя ВЭПП-3 (энергия электронов в накопителе 2 ГэВ, магнитное поле в точке излучения 2 Тл). Использовалось СИ в коротковолновой части спектра (0.2 – 3 А) после фильтрации алюминиевой фольгой толщиной 115 мкм, обеспечивающее однородное облучение глубоких слоев полимерных резистов. Топология решеток была вырезана в латунной фольге толщиной 50 мкм посредством импульсного лазера (длина волны – 532 nm, длительность импульса 10 ns). Для латунных шаблонов расчетный контраст составляет около 16, что так же позволяет получить сквозные структуры в листовом ПММА, толщиной 1мм. Посредством глубокой рентгенолитографии с использованием созданных масок был изготовлен ряд образцов свободновисящих сеточных структур с указанными выше топологиями из лавсана 90 мкм, а так же листового ПММА толщиной 0.5 и 1 мм.

Созданные периодические решетки были использованы для точного определения длины волны излучения лазера на свободных электронах методом Тальбот-интерферометрии, что необходимо для качественного выполнения запланированных в 2017 г. работ.

Работу принял

Научный руководитель работ в ИЯФ СО РАН по договору № 14-125-ИЯФ/110 от 24.10.2014 г.

Князев Б.А.

Приложение Г

Акт и протокол измерения времени релаксации неравновесных состояний мелких донорных и акцепторных центров в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса с использованием лазера на свободных электронах



АКТ

по измерению времени релаксации возбужденных состояний мелких донорных и акцепторных центров в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса с использованием лазера на свободных электронах

> Соглашение с Минобрнауки России от «17» сентября 2014 г. № 14.616.21.0008

«15» декабря 2017 г.

Комиссия в составе:

Председатель	Зав. лаб. 113 отд. 110 ИФМ РАН	Шастин Валерий Николаевич,
члены комиссии	Снс ИФМ РАН	Жукавин Роман Хусейнович,
	Нс ИФМ РАН	Цыпленков Вениамин Владимирович

назначенная приказом по *ИФМ РАН* от «5» декабря 2017 г. № 65, в период с «11» декабря 2017 г. по «15» декабря 2017 г. проверила результаты работ по измерению временной динамики релаксации неравновесных состояний мелких доноров и акцепторов бора в одноосно-деформированном кремнии, выполненных с использованием лазера на свободных электронах FELBE (HZDR).

1. Комиссии предъявлены:

- 1.1 Результаты измерений временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров висмута, магния и акцепторов бора в одноосно-деформированном кремнии.
- 1.2 Протокол работ.

2. В результате проверки установлено:

Результаты измерений, проведенных в период с «18» октября 2017 г. по «23» октября 2017 г. достигают целей поставленной в рамках проекта задачи. Продемонстрировано влияние одноосной деформации на временную динамику релаксации состояний примесных центров в кремнии при возбуждении их излучением лазера на свободных электронах.

3. Вывод:

Результаты работ полностью соответствуют план-графику и требованиям технического задания выполняемого проекта.

Председатель комиссии

Члены комиссии

Шастин Валерий Николаевич Жукавин Роман Хусейнович Цыпленков Вениамин Владимирович

ПРОТОКОЛ

измерения времени релаксации неравновесных состояний мелких донорных и акцепторных центров одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса с использованием ЛСЭ

№2 23.10.2017 г.

- 1. Объект испытания: образцы кристаллического кремния, легированные висмутом (Si:Bi), магнием (Si:Mg) и бором (Si:B).
- 2. Цель испытания: измерение времен релаксации неравновесных состояний примесных центров в одноосно-деформированном кремнии. Направление сжатия [100].
- 3. Дата начала испытаний: 18.10.2017 г.
- 4. Дата окончания испытаний: 23.10.2017 г.
- 5. Место проведения испытаний: Центр Гельмгольца в Дрездене-Россендорф (HZDR)
- 6. Среда проведения испытаний: Лазер на свободных электронах (FELBE), установка для измерения методом пробного импульса
- 7. Результаты: измерены временные отклики среды (pump-probe сигналы) на резонансное импульсное возбуждение излучением лазера на свободных электронах.
 - 1) Si:Bi













3)

142



8. Выводы: Показано влияние одноосной деформации на скорости релаксации возбужденных состояний примесных центров висмута, магния и бора в кристалле кремния.

Ответственный исполнитель Снс ИФМ РАН

1

Жукавин Р.Х.



АКТ

по измерению спектров и кинетики межзонной фотолюминесценции при межзонном фотовозбуждении кремния, легированного донорами магния

Соглашение с Минобрнауки России от «17» сентября 2014 г. № 14.616.21.0008

«19» июня 2017 г.

Комиссия в составе:

Председатель	Зав. лаб. 113 отд. 110 ИФМ РАН	Шастин Валерий Николаевич,
члены комиссии	Снс ИФМ РАН	Жукавин Роман Хусейнович,
	Нс ИФМ РАН	Цыпленков Вениамин Владимирович

назначенная приказом по *ИФМ РАН* от «5» декабря 2017 г. № 65, в период с «11» декабря 2017 г. по «15» декабря 2017 г. проверила результаты работ по измерению спектров люминесценции с временным разрешением при межзонном фотовозбуждении кремния с нейтральными донорами магния.

1. Комиссии предъявлены:

1.1 Результаты измерений спектров люминесценции с временным разрешением при межзонном фотовозбуждении кремния, легированного нейтральными донорами магния до концентрации 2×10¹⁵ см⁻³.

1.2 Протокол работ.

2. В результате проверки установлено:

Результаты измерений, проведенных в период с «27» ноября 2017 г. по «30» ноября 2017 г. достигают целей поставленной в рамках проекта задачи. Проведено измерение спектров люминесценции кремния, легированного двухзарядными донорными центрами магния, с временным разрешением. Измерена кинетика люминесценции при межзонном фотовозбуждении. Работы выполнены с использованием уникальной научной установки УСУ «Фемтоспектр».

3. Вывод:

Результаты работ полностью соответствуют план-графику и требованиям технического задания выполняемого проекта.

Председатель комиссии

Члены комиссии

Шастин Валерий Николаевич Жукавин Роман Хусейнович Цыпленков Вениамин Владимирович
ПРОТОКОЛ

измерения кинетики фотолюминесценции в кремнии, легированном

нейтральными центрами магния

№2 23.10.2017 г.

- Объект испытания: образцы кристаллического кремния, легированные магнием (Si:Mg) Цель испытания: измерение кинетики фотолюминесценции в Si:Mg при межзонном импульсном возбуждении (спектроскопия с временным разрешением)
- 10. Дата начала испытаний: 27.11.2017 г.
- 11. Дата окончания испытаний: 30.11.2017 г.
- 12. Место проведения испытаний: ИФМ РАН

Среда проведения испытаний: Уникальный стенд перестраиваемых мощных (до 2 ГВт) импульсных фемто- и наносекундных лазеров и параметрических генераторов света (УСУ"Фемтоспектр")

13. Результаты: измерены временные отклики среды (pump-probe сигналы) на резонансное импульсное возбуждение излучением лазера на свободных электронах





8. Результаты: Показано наличие короткого времени рекомбинации связанного экситона.

Ответственный исполнитель

Снс ИФМ РАН

ty

Жукавин Р.Х.

Приложение Д

Методика измерения временной динамики релаксации неравновесных состояний мелких доноров и акцепторов в одноосно-деформированном кремнии методом пробного импульса

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИФМ РАН

3.Ф. Красильник

«27» декабря 2017 г.

МЕТОДИКА

ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕНИ РЕЛАКСАЦИИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ МЕЛ-КИХ ДОНОРНЫХ И АКЦЕПТОРНЫХ ЦЕНТРОВ В ОДНООСНО-ДЕФОРМИРОВАННОМ КРЕМНИИ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА С ИС-ПОЛЬЗОВАНИЕМ ЛАЗЕРА НА СВОБОДНЫХ ЭЛЕКТРОНАХ

ИФМ.2.2016.ПМЗ

От Получателя субсидии:

Руководитель проекта _____ В.Н. Шастин

Исполнитель _____ Р.Х. Жукавин

_____К.А. Ковалевский

Условные обозначения и сокращения, принятые в тексте

Pump импульс – импульс возбуждения; Probe импульс – зондирующий импульс

1. Общие положения

1.1 Наименование и обозначение опытного образца продукции (далее – объект испытаний):Образцы кристаллического кремния, легированные мелкими примесными центрами.

1.2.Цель испытаний:

- исследование временной динамики релаксации неравновесных состояний доноров и акцепторов при одноосной деформации кристаллов при оптическом возбуждении;

предварительная оценка соответствия объекта испытаний требованиям ТЗ;

1.3 Условия предъявления объекта испытаний на испытания:

1.3.1 Испытания проводятся на образцах кристаллического кремния, легированных мелкими донорами и акцепторами.

1.3.2 Объект испытаний предъявляется на испытания в сопровождении следующих документов: настоящая методика.

1.4 Получатель субсидии взаимодействует в процессе проведения работ по спектроскопии с представителями Института Роста кристаллов, Центра в Дрездене-Россендорф (FELBE).

2. Общие требования к условиям, обеспечению и проведению испытаний

2.1 Место проведения испытаний

2.1.1. Испытания при внутрицентровом возбуждении проводятся на базе ЛСЭ ФЭЛБЕ Центра Россендорфа.

2.2 Требования к средствам проведения испытаний

2.2.1 Измерения при внутрицентровом возбуждении производятся с помощью установки пробного импульса (pump-probe).

2.2.2 Измерения при межзонном возбуждении производятся на установке, обеспечивающей излучение на длине волны возбуждения 0.5-1.2 микрон и измерительную аппаратуру, обеспечивающую детектирование ближнего, среднего и дальнего ИК диапазона

2.2.2 Средства измерений, может быть заменено другим, обеспечивающим требуемую точность измерений.

2.3 Требования к условиям проведения испытаний (предварительной обработке исследуемых образцов) 2.3.1 Измерения проводятся на достаточно тонких образцах, чтобы обеспечить возможность регистрации прошедшего через образец излучения источника

2.3.2 Образцы должны иметь не плоскопараллельные грани (клиновидную форму), чтобы исключить влияние эффектов переотражения излучения источника.

2.3.3 Объект испытаний охлаждается до температур, близких к температуре жидкого гелия.

3. Требования безопасности

При подготовке и проведении испытаний необходимо выполнять правила по работе с электроустановками, источниками лазерного излучения и сжиженными газами в соответствии с действующими внутренними инструкциями и стандартами ГОСТ 12.1.019-79 (переиздан в 1996 г.) по электробезопасности, ГОСТ 17518-79 по транспортировке жидких газов, ГОСТ 12.1.044-89 по пожаровзрывобезопасности, ГОСТ Р 50723-94 при эксплуатации лазерных изделий.

4. Программа испытаний

Определяемые показатели и точность их измерений:

Пункт про- граммы испы- таний	Вид испытаний (прове- рок)	Пункт требований ТЗ	Ед. изм.	Номи- нальное значе- ние	Пре- дельные откло- нения	Пункт мето- дики
4.1	Проверка соответствия объекта испытаний тре- бованиям ТЗ	3.6				6.1
4.2	Измерение спектра по- глощения деформиро- ванного образца		Вт, 1/см	1 нВт÷ 1мкВт, 10÷ 5000 (1/см)	1 %, 0.2/см	6.2
4.3.1	Юстировка оптической схемы					6.3.1
4.3.2	Откачка оптического криостата и охлаждение исследуемых образцов до температуры жидкого гелия (4.2 °K)		К	4.2 K	0.5 K	6.3.2
4.3.3	Проведение измерений временной динамики		Вт, пс	0÷1 Вт, 0÷1500	1 % по мощно-	6.3.3

Пункт про- граммы испы- таний	Вид испытаний (прове- рок)	Пункт требований ТЗ	Ед. изм.	Номи- нальное значе- ние	Пре- дельные откло- нения	Пункт мето- дики
	релаксации			пс	сти, 10 пс	

5. Режимы испытаний

5.1 Порядок испытаний

Для проведения испытаний руководителем работ по проекту назначаются исполняющие измеренительных работ.

Измерения проводятся в соответствии с планом-графиком работ.

5.2 Ограничения и другие указания, которые необходимо выполнять на всех или на отдельных режимах исследований.

Измерения прекращаются в случаях:

несоответствия получаемых результатов требованиям ТЗ;

возникновения аварийных ситуаций;

5.3. Измерение абсолютной падающей мощности в пучках накачивающего и пробного импульсов.

5.5 Измерение модуляции прохождения в зависимости от задержки пробного импульса.

6. Методы измерений

6.1 Проверка по п. 4.1. Программы выполняется следующим образом.

Проверяется соответствие параметров образцов требованиям ТЗ.

Объект испытаний считается выдержавшим проверку, если он соответствует ТЗ.

6.2 Работы по пункту 4.2.1 производятся с использованием Фурье спектрометра с разрешением не более 0.2 1/см.

6.3.1 Юстировка оптической схемы осуществляется с помощью He-Ne лазера, а так же методом поиска максимальной модуляции прошедшего через образец зондирующего импульса.

6.3.2 Охлаждение исследуемых образцов до температуры жидкого гелия в соответствии с пунктом программы происходит с использованием проточного оптического криостата.

6.3.3 Измерения временной динамики релаксации по пункту программы 4.3.3 происходит в соответствии с приложением ТЗ.Г настоящей методики.

7. Отчетность

По завершению измерений составляется акт о проведенных работах, а так же протокол измерений, включающий в себя все первичные данные измерений. Протокол подписывается непосредственными исполнителями работ.

приложения

Приложение ТЗ.А	Перечень ссылочных документов
Приложение ТЗ.Б	Перечень средств измерений и испытательного оборудования, необходимых для проведения испытаний
Приложение ТЗ.В	Типовая форма протокола испытаний
Приложение ТЗ.Г	«Программа и методики обязательного вида испытаний»

Приложение ТЗ.А

к программе и методике измерений

Перечень ссылочных документов

N. Deßmann, S. G. Pavlov, V. N. Shastin, R. Kh. Zhukavin, V. V. Tsyplenkov, S. Winnerl, M. Mittendorff, N. V. Abrosimov, H. Riemann, and H.-W. Hübers, Time-resolved electronic capture in n-type germanium doped with antimony, Phys. Rev. B 89, 035205 (2014)

Standford Research Systems, Руководство пользователя, MODEL SR830, DSP Lock-In Amplifier, www.thinkSRS.com

Ophyr inc., Руководство пользователя, http://www.ophiropt.com/lasermeasurement/sites/default/files/3A-P-THz_3A-FS_3A-P-FS-12_0.pdf

Lasnix, 98 Lasers & Applications September 1984, Design Ideas, Infrared Attenuator Uses Diffraction Principle, by F. Keilmann and K.W. Kussmaul]

Tydex, ИК- поляризаторы, http://www.tydexoptics.com/pdf/ru/IR_polarizers.pdf

Приложение ТЗ.Б

к программе и методике измерений

Наименование,	Кол-	ГОСТ, ТУ	Основные
тип и марка	во	или обозначение	характеристики
Лазер на свободных электронах (ЛСЭ)	1	FELBE	Длительность импульса 2-10 пс, частота повторе- ния 13 МГц, средняя мощность – 1 Вт Длина волны излучения 4-200 мкм
Синхродетектор	2	Standford Research SR-830	Диапазон частот: 1мГц- 102.4 кГц Динамический диапазон >100 dB Стабильность 5 ppm/°С Разрешение по фазе не менее 0.01 градуса Постоянная времени 10 мксек - 30 ксек Встроенный источник Интерфейс GPIB и RS- 232
Ослабитель пучка	1	Lasnix	Диапазон частот 50-200 мк Величина ослабления: 3- 38 dB
Поляризатор	1	Tydex	Полоса пропускания 8- 200 мкм Отношение сигналов на перпендикулярных поля- ризациях – не хуже 0.01
Персональный компьютер	1		Операционная система Windows XP или выше, наличие USB/RS-232 порта
Проточный гелиевый оптический криостат	1	Janis ST-100	Прозрачность окон в диапазоне 50-200 мкм
Контроллер температуры	1	LakeShore 310	Диапазон изменения и контроля температуры 4- 300 К
Измеритель мощности	2	Ophyr 3A-P-THz	0.3-10 ТГц, 15 мкВт – 3 Вт
автоматизированная линию за- держки	1	Newport, Модель M-ILS250PP	диапазон перемещения 25 см, точность - 1 мик-

Перечень средств измерений и испытательного оборудования, необходимых для проведения испытаний

	рон, скорость до 50 мм/с, шаговый дви-
	гатель, контроллер с вы- ходом на PC.

Приложение ТЗ.В

к программе и методике измерений

ПРОТОКОЛ

название

№ ____

дата.

- 1. Объект испытания:
- 2. Цель испытания:
- 3. Дата начала испытания:
- 4. Дата окончания испытания:
- 5. Место проведения испытания:
- 6. Средства проведения испытаний
- 7. Результаты
- 8. Выводы

Протокол подписывается непосредственными исполнителями работ.

к программе и методике измерений

Метод проведения измерений

Методика измерения времен быстропротекающих процессов методом пробного импульса при внутрицентровом возбуждении основана на эффекте модуляции коэффициента поглощения среды, вызванной коротким импульсом (время импульса много меньше характерных релаксационных времен в системе) лазерного излучения. Регистрация динамики восстановления оптических свойств среды измеряется посредством пробного импульса, который имеет те же характеристики (частота, длительность), что и возбуждающий систему импульс, но гораздо меньшей мощности – не способной заметным образом изменить среду. Для реализации эксперимента по измерению методом пробного импульса необходимо осуществить сведение пучком накачивающего (Pump) и пробного (Probe) импульсов в исследуемом образце (см. рисунок 54).

Накачивающий импульс переводит исследуемую среду в возбужденное состояние в области засветки среду лазерным излучением, тем самым изменяя коэффициент поглощения в ней. Пробный импульс на той же частоте следует с некоторой задержкой от накачивающего импульса. Изменяя время задержки между pump и probe импульсами и измеряя мощность прошедшего через образец пробного импульса в зависимости от времени задержки, измеряется время восстановления оптических свойств среды (коэффициент поглощения). Время восстановления коэффициента поглощения в среде отражает времена релаксационных процессов в ней. Зависимость прошедшего через исследуемый образец мощности пробного импульса от времени задержки между pump и probe импульсами называется pump-probe сигналом.

На установке по измерениям такого типа в центре Гельмгольца (HZDR, Германия) базе ЛСЭ FELBE для сведения пучков практикуется использование для настройки в качестве образца графена, который имеет очень маленькую толщину, и наличие pump-probe сигнала на графеновом образце гарантирует условие сведения пучков с хорошей точностью.

Существуют различные варианты геометрии pump-probe измерений: направления распространения лучей накачивающего и зондирующих импульсов перпендикулярны или почти параллельны (под небольшим углом). При ортогональной геометрии лучей легче исключить попадание на детектор излучения pump импульса, с другой стороны, в случае, когда лучи распространяются под небольшим углом, легче осуществляется условие сведения лучей в исследуемом образце. В последнем варианте для исключения попадания на детектор излучения накачивающего импульса используют перпендикулярные поляризации pump и probe импульсов, и перед детектором ставят

158

поляризатор. Именно такая схема используется в установке на базе ЛСЭ FELIX (Наймеген, Нидерланды) (рисунок 56).

На рисунке 56 Не-Ne лазер используется для юстировки оптической схемы установки. В данной схеме кроме pump и probe импульсов присутствует reference импульс, который отстроен от ргове на 20 нс, что должно превышать времена всех релаксационных процессов в системе. Сигнал на детекторе после прихода на него пробного импульса сравнивается с сигналом от reference импульса – балансная схема регистрации модуляции поглощения в среде. ЛСЭ генерирует последовательность импульсов, которые посредством делителей (beam splitter) разделяется на последовательность probe и reference импульсов, которые сдвинуты друг относительно друга на 20 нс, и последовательность ритр импульсов, сдвиг которых относительно пробных импульсов может изменятся посредством линии задержки. Отсчет времени в pump-probe сигнале начинается со времени прихода на образец накачивающего ритр импульса. Схема временных сдвигов между последовательностями импульсов проиллюстрирована на рисунке 57. Временные сдвиги между импульсами осуществляются посредством линий задержки. Сдвиг prob импульса относительно импульса накачки регулируется с помощью двигающегося зеркала RetroR1 (см. рисунок), сдвиг reference импульса осуществляется с помощью стационарного зеркала Мб. Регистрация pump-probe сигнала производится с помощью охлаждаемого до температур жидкого гелия Ge:Ga детектора. Особенность установки на базе ЛСЭ FELIX в том, что микроимпульсы (pump, probe, reference) следуют не непрерывно, они объединены в макроимпульсы длительностью ~(5–10) мкс. Этот факт обуславливает необходимость балансной схемы регистрации модуляции поглощения в среде. Мощность ритр-макроимпульса ~(150 - 400) µJ в зависимости от диапазона, probe-макроимпульса – приблизительно в 20 раз меньше. В случае исследования динамики возбужденных состояний мелких примесных центров в полупроводниках методом пробного импульса, частоту излучения ЛСЭ подбирают равной частоте перехода из основного состояния примеси в какое-либо возбужденное состояние, время жизни которого исследуется. Эксперимент проводится при температурах близких к температуре жидкого гелия, чтобы все примесные центры в отсутствие оптического возбуждения находились в основном состоянии. Когда часть примесных центров под действием ритр импульса переходит в возбужденное состояние, уменьшается коэффициент поглощения, и пробный импульс проходит через среду, поглощаясь слабее.





По мере возвращения примесных центров в основное состояние за счет различных механизмов релаксации в среде, происходит восстановление поглощения в среде.



Рисунок 57 – Иллюстрация временных сдвигов между последовательностями импульсов

Одноосная деформация исследуемого кристалла приводит к изменению энергий и волновых функций состояний примесных центров, и, как следствие, изменяются и их темпы релаксации, что сказывается на форме pump-probe сигнала. В полупроводниках n-типа изменение состояний донорных центров связано со сдвигом долин зоны проводимости, вследствие чего происходит изменение вклада различных долин в волновую функцию примесного состояния. В полупроводниках р-типа деформация приводит к относительному сдвигу подзон валентной зоны, изменяя тем самым структуру и энергию акцепторных состояний. Для осуществления одноосной деформации образца используется модуль давления, который имеет достаточно компактные размеры и позволяет поместить его в оптический криостат. Модуль обеспечивает возможность осуществлять одноосное сжатие образца и фиксировать это давление на достаточно продолжительное время для проведения эксперимента, так же обеспечивать возможность ввода излучения.

Приложение Е

Акт и протокол измерения временной динамики неравновесных состояний в селективно легированных квантовых ямах на основе кремний-германия методом пробного импульса



АКТ

по измерению временной динамики неравновесных состояний в селективно легированных квантовых ямах на основе кремний-германия методом пробного импульса

> Соглашение с Минобрнауки России от «17» сентября 2014 г. № 14.616.21.0008

«15» декабря 2017 г.

Комиссия в составе:

Председатель	Зав. лаб. 113 отд. 110 ИФМ РАН	Шастин Валерий Николаевич,
члены комиссии	Снс ИФМ РАН	Жукавин Роман Хусейнович,
	Нс ИФМ РАН	Цыпленков Вениамин Владимирович

назначенная приказом по *ИФМ РАН* от «5» декабря 2017 г. № 65, в период с «11» декабря 2017 г. по «15» декабря 2017 г. проверила результаты проведения работ по измерению временной динамики неравновесных состояний в селективно легированных квантовых ямах на основе кремния и германия методом пробного импульса. Работы проведены с использованием излучения Новосибирского лазера на свободных электронах и оборудования ЦКП Сибирского центра синхротронного и терагерцового излучения.

1. Комиссии предъявлены:

 Результаты измерений временной динамики релаксации неравновесных состояний в селективно легированных квантовых ямах на основе кремния и германия методом пробного импульса.
Протокол работ.

2. В результате проверки установлено:

Результаты измерений, проведенных в период с «29» ноября 2017 г. по «7» декабря 2017 г., достигают целей поставленной в рамках проекта задачи. Исследована динамика релаксации неравновесных состояний, возбуждаемых терагерцовым излучением лазера на свободных электронах в кремний-германиевых гетероструктурах с легированными мелкими примесями слоями.

3. Вывод:

Результаты работ полностью соответствуют план-графику и требованиям технического задания выполняемого проекта.

Председатель комиссии

Члены комиссии

Шастин Валерий Николаевич Жукавин Роман Хусейнович Цыпленков Вениамин Владимирович

ПРОТОКОЛ

измерения временной динамики неравновесных состояний в селективно легированных структурах на основе кремния и германия методом пробного импульса

№1 07.12.2017 г.

- 1. Объект испытания: многопериодные кремний-германиевые наноструктуры с легированными мелкими примесями слоями
- 2. Цель испытания: измерение времен релаксации неравновесных состояний в гетероструктурах
- 3. Дата начала испытаний: 29.11.2017 г.
- 4. Дата окончания испытаний: 07.12.2017 г.
- 5. Место проведения испытаний: ИЯФ им. Г.И. Будкера СО РАН
- Среда проведения испытаний: Лазер на свободных электронах (NovoFEL), установка для измерения методом пробного импульса, оборудования ЦКП «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения»
- 7. Результаты: измерены временные отклики среды (pump-probe сигналы) на резонансное импульсное возбуждение излучением лазера на свободных электронах



8. Выводы: Обнаружены достаточно длинные времена релаксации (~10 нс) неравновесных состояний в гетероструктурах, связанных с примесными центрами в квантовых ямах структуры.

Ответственный исполнитель нс ИФМ РАН

Ковалевский К.А.

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Национальный исследовательский Нижегородский государственный университет им. Н.И. Лобачевского" Региональный центр сканирующей зондовой микроскопии коллективного пользования – Научно-образовательный центр «Физика твердотельных наноструктур»

(НОЦ ФТНС ННГУ)



«УТВЕРЖДАЮ» НОЦ ФТНС Лиректот О.Н. Горшков «15» декабря 2017 г.

Акт выполненных работ НОЦ ФТНС ННГУ по заявке от 05.12.2017 г.

в рамках проекта «Инфракрасная и терагерцовая спектроскопия с временным разрешением неравновесной динамики носителей заряда в полупроводниках с использованием излучения лазеров на свободных электронах» (ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы», мероприятие 2.2, Соглашение о предоставлении субсидии № 14.616.21.0008 от 17.09.2014 г., 2014-2017 гг.)

Комиссия в составе:

председателя

ПАВЛОВА Д.А., д-ра ф.-мат. наук, проф., зав. каф. физики полупроводников и оптоэлектроники ННГУ;

членов комиссии:

ПЛАНКИНОЙ С.М., канд. ф.-мат. наук, доц., каф. физики полупроводников и оптоэлектроники ННГУ,

МИХАЙЛОВА А.Н. канд.ф.-мат. наук, зав. лаб. физики и технологии тонких пленок НИФТИ ННГУ

действующая на основании распоряжения по НОЦ ФТНС от 05.12.17, провела приемку выполненных работ – измерения спектра фотолюминесценции многопериодных кремнийгерманиевых гетероструктур с временным разрешением с использованием оборудования: лаборатория оптической спектроскопии твердых тел и твердотельных наноструктур, включающая UV-Vis-IR решеточные монохроматоры Spectra Pro (Acton Research, США), комплект селективных усилителей (Stanford Research Systems, США), комплект источников перестраиваемого оптического излучения.

Комиссии были представлены следующие документы:

- заявка с техническим заданием;

- протокол экспериментальных исследований.

Комиссия установила:

Для трех гетероструктур (R1081, R1082, R1084) с легированными квантовыми ямами и барьерами были измерены спектры фотолюминесценции с временным разрешением при межзонном импульсном возбуждении. Обнаружены сигналы излучения из подложки, квантовых ям и барьеров в диапазоне λ =1100-1300 нм.

Полученные результаты соответствуют целям измерений и требованиям технического задания.

Председатель комиссии:

Члены комиссии:

Павлов Д.А. Планкина С. М. Михайлов А.Н.

ПРОТОКОЛ

измерения кинетики фотолюминесценции в кремний-германиевых наноструктурах

№ Ст1 15.12.2017 г.

- 1. Объект испытания: многопериодные кремний-германиевые наноструктуры: R1081, R1082, R1084
- Цель испытания: измерение спектров фотолюминесценции с временным разрешением (~1 мкс) при межзонном фотовозбуждении.
- 3. Дата начала испытаний: 11.12.2017 г.
- 4. Дата окончания испытаний: 15.12.2017 г.
- Место проведения испытаний: ННГУ им. Н.И. Лобачевского, Региональный центр сканирующей зондовой микроскопии коллективного пользования – Научно-образовательный центр «Физика твердотельных наноструктур»
- 6. Среда проведения испытаний: Лаборатория оптической спектроскопии твердых тел и твердотельных наноструктур, включающая UV-Vis-IR решеточные монохроматоры Spectra Pro (Acton Research, CША), комплект селективных усилителей (Stanford Research Systems, США), комплект источников перестраиваемого оптического излучения.
- Результаты: измерены спектры фотолюминесценции с временным разрешением (~1 мкс) при межзонном фотовозбуждении.

R1081









Длина волны, нм

1E-5 -



8. Выводы: Обнаружено, что спектр фотолюминесценции имеет нескольких частей (максимумов). Проведено измерение кинетики люминесценции на частотах, соответствующих этим максимумам.

Исполнитель зав. лаб. НИФТИ ННГУ

Михайлов А.Н.

Приложение Ж

Методика измерения временной динамики неравновесных состояний в селективно легированных квантовых ямах на основе кремний-германия методом пробного импульса

УТВЕРЖДАЮ

Директор ИФМ РАН



МЕТОДИКА

ИЗМЕРЕНИЯ ВРЕМЕННОЙ ДИНАМИКИ НЕРАВНОВЕСНЫХ СОСТОЯНИЙ В СЕЛЕКТИВНО ЛЕГИРОВАННЫХ КВАНТОВЫХ ЯМАХ НА ОСНОВЕ КРЕМНИЙ-ГЕРМАНИЯ МЕТОДОМ ПРОБНОГО ИМПУЛЬСА

ИФМ.2.2016.ПМ4

От Получателя субсидии:

Руководитель проекта 1511 В.Н. Шастин

Исполнитель *Г*и Д.В. Юрасов Бел Н.А. Бекин

Условные обозначения и сокращения, принятые в тексте

Pump импульс – импульс возбуждения; Probe импульс – зондирующий импульс

1. Общие положения

1.1 Наименование и обозначение опытного образца продукции (далее – объект испытаний):

Многопериодные наноструктуры на основе кремния и германия с легированными мелкими примесными центрами слоями.

1.2.Цель испытаний:

- исследование временной динамики релаксации неравновесных состояний в наноструктурах при оптическом возбуждении в терагерцовом диапазоне;

предварительная оценка соответствия объекта испытаний требованиям ТЗ;

1.3 Условия предъявления объекта испытаний на испытания:

1.3.1 Испытания проводятся в многопериодных наноструктурах на основе кремния и германия с легированными мелкими примесными центрами слоями.

1.3.2 Объект испытаний предъявляется на испытания в сопровождении следующих документов: настоящая методика.

1.4 *Получатель субсидии* взаимодействует в процессе проведения работ с представителями Института ядерной физики им. Г.И. Будкера

2. Общие требования к условиям, обеспечению и проведению испытаний

2.1 Место проведения испытаний

2.1.1. Испытания при внутрицентровом возбуждении проводятся на базе Новосибирского ЛСЭ и с использованием оборудования ЦКП «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения»

2.2 Требования к средствам проведения испытаний

2.2.1 Измерения при внутрицентровом возбуждении производятся с помощью установки пробного импульса (pump-probe).

2.2.2 Средства измерений, может быть заменено другим, обеспечивающим требуемую точность измерений.

2.3 Требования к условиям проведения испытаний (предварительной обработке исследуемых образцов)

2.3.1 Измерения проводятся на достаточно тонких образцах, чтобы обеспечить возмож-

ность регистрации прошедшего через образец излучения источника

2.3.2 Образцы должны иметь не плоскопараллельные грани (клиновидную форму), чтобы исключить влияние эффектов переотражения излучения источника.

2.3.3 Объект испытаний охлаждается до температур, близких к температуре жидкого гелия.

3. Требования безопасности

При подготовке и проведении испытаний необходимо выполнять правила по работе с электроустановками, источниками лазерного излучения и сжиженными газами в соответствии с действующими внутренними инструкциями и стандартами ГОСТ 12.1.019-79 (переиздан в 1996 г.) по электробезопасности, ГОСТ 17518-79 по транспортировке жидких газов, ГОСТ 12.1.044-89 по пожаровзрывобезопасности, ГОСТ Р 50723-94 при эксплуатации лазерных изделий.

4. Программа испытаний

Определяемые показатели и точность их измерений:

Пункт про- граммы испы- таний	Вид испытаний (прове- рок)	Пункт требований ТЗ	Ед. изм.	Номи- нальное значе- ние	Пре- дельные откло- нения	Пункт мето- дики
4.1	Проверка соответствия объекта испытаний тре- бованиям ТЗ	3.6				6.1
4.2	Измерение спектра по- глощения гетерострук- тур		Вт, 1/см	1 нВт÷ 1мкВт, 10÷ 5000 (1/см)	1 %, 0.2/см	6.2
4.3.1	Юстировка оптической схемы					6.3.1
4.3.2	Откачка оптического криостата и охлаждение исследуемых образцов до температуры жидкого гелия (4.2 °K)		К	4.2 K	0.5 K	6.3.2
4.3.3	Проведение измерений временной динамики релаксации		Вт, пс	0÷1 Вт, 0÷1500 пс	1 % по мощно- сти, 10 пс	6.3.3

5. Режимы испытаний

5.1 Порядок испытаний

Для проведения испытаний руководителем работ по проекту назначаются исполняющие измерений.

Измерения проводятся в соответствии с планом-графиком работ.

5.2 Ограничения и другие указания, которые необходимо выполнять на всех или на отдельных режимах исследований.

Измерения прекращаются в случаях:

несоответствия получаемых результатов требованиям ТЗ;

возникновения аварийных ситуаций;

5.3. Измерение абсолютной падающей мощности в пучках накачивающего и пробного импульсов.

5.6 Измерение модуляции прохождения в зависимости от задержки пробного импульса.

6. Методы измерений

6.1 Проверка по п. 4.1. Программы выполняется следующим образом.

Проверяется соответствие параметров образцов требованиям ТЗ.

Объект испытаний считается выдержавшим проверку, если он соответствует ТЗ.

6.2 Работы по пункту 4.2 производятся с использованием Фурье спектрометра с разрешением не менее 0.2 1/см.

6.3.1 Юстировка оптической схемы осуществляется с помощью He-Ne лазера, а так же методом поиска максимальной модуляции прошедшего через образец зондирующего импульса.

6.3.2 Охлаждение исследуемых образцов до температуры жидкого гелия в соответствии с пунктом программы происходит с использованием проточного оптического криостата.

6.3.3 Измерения временной динамики релаксации по пункту программы 4.3.3 происходит в соответствии с приложением ТЗ.Г настоящей методики.

7. Отчетность

По завершению измерений составляется акт о проведенных работах, а так же протокол измерений, включающий в себя все первичные данные измерений. Протокол подписывается непосредственными исполнителями работ.

175

приложения

Приложение ТЗ.А	Перечень ссылочных документов
Приложение ТЗ.Б	Перечень средств измерений и испытательного оборудования, необходимых для проведения испытаний
Приложение ТЗ.В	Типовая форма протокола испытаний
Приложение ТЗ.Г	«Программа и методики обязательного вида испытаний»

Приложение ТЗ.А

к программе и методике измерений

Перечень ссылочных документов

N. Deßmann, S. G. Pavlov, V. N. Shastin, R. Kh. Zhukavin, V. V. Tsyplenkov, S. Winnerl, M. Mittendorff, N. V. Abrosimov, H. Riemann, and H.-W. Hübers, Time-resolved electronic capture in n-type germanium doped with antimony, Phys. Rev. B 89, 035205 (2014)

Standford Research Systems, Руководство пользователя, MODEL SR830, DSP Lock-In Amplifier, www.thinkSRS.com

Ophyr inc., Руководство пользователя, http://www.ophiropt.com/lasermeasurement/sites/default/files/3A-P-THz_3A-FS_3A-P-FS-12_0.pdf

Lasnix, 98 Lasers & Applications September 1984, Design Ideas, Infrared Attenuator Uses Diffraction Principle, by F. Keilmann and K.W. Kussmaul]

Tydex, ИК- поляризаторы, http://www.tydexoptics.com/pdf/ru/IR_polarizers.pdf

Приложение ТЗ.Б

к программе и методике измерений

Перечень средств измерений и испытательного оборудования, необходимых для проведения испытаний

Наименование,	Кол-	ГОСТ, ТУ	Основные
тип и марка	во	или обозначение	характеристики
Лазер на свободных электронах (ЛСЭ)	1	NovoFEL	Длительность импульса 100-150 пс, частота по- вторения 6 МГц, средняя мощность – 10 Вт Длина волны излучения 90-240 мкм
Синхродетектор	2	Standford Research SR-830	Диапазон частот: 1мГц- 102.4 кГц Динамический диапазон >100 dB Стабильность 5 ppm/°С Разрешение по фазе не менее 0.01 градуса Постоянная времени 10 мксек - 30 ксек Встроенный источник Интерфейс GPIB и RS- 232
Поляризатор	1	Tydex	Полоса пропускания 8- 200 мкм Отношение сигналов на перпендикулярных поля- ризациях – не хуже 0.01
Персональный компьютер	1		Операционная система Windows XP или выше, наличие USB/RS-232 порта
Проточный гелиевый оптический криостат	1	Janis ST-100	Прозрачность окон в диапазоне 50-200 мкм
Контроллер температуры	1	LakeShore 310	Диапазон изменения и контроля температуры 4-300 К
Измеритель мощности	2	Ophyr 3A-P-THz	0.3-10 ТГц, 15 мкВт – 3 Вт
автоматизированная линия за- держки	1	Standa, Модель 8MT195	диапазон перемещения 75 см, точность - 12 мик- рон, шаговый двигатель, контроллер с выходом на PC.

Приложение ТЗ.В

к программе и методике измерений

ПРОТОКОЛ

название

№ ____

дата.

- 1. Объект испытания:
- 2. Цель испытания:
- 3. Дата начала испытания:
- 4. Дата окончания испытания:
- 5. Место проведения испытания:
- 6. Средства проведения испытаний
- 7. Результаты
- 8. Выводы

Протокол подписывается непосредственными исполнителями работ.
к программе и методике измерений

Метод проведения измерений

Методика измерения времен быстропротекающих процессов методом пробного импульса при внутрицентровом возбуждении в кремний-германиевых наноструктурах сходна с проводимыми измерениями в объемных образцах кремния и германия, и основана на эффекте модуляции коэффициента поглощения среды, вызванной коротким импульсом (время импульса много меньше характерных релаксационных времен в системе) лазерного излучения. Регистрация динамики восстановления оптических свойств среды измеряется посредством пробного импульса, который имеет те же характеристики (частота, длительность), что и возбуждающий систему импульс, но гораздо меньшей мощности – не способной заметным образом изменить среду. Для реализации эксперимента по измерению методом пробного импульса необходимо осуществить сведение пучком накачивающего (Pump) и пробного (Probe) импульсов в исследуемом образце. Рисунок 58 иллюстрирует выполнение данного требования.



Рисунок 58 – Схема сведения пучков пробного и накачивающего пучков

Накачивающий импульс переводит исследуемую среду в возбужденное состояние в области засветки среду лазерным излучением, тем самым изменяя коэффициент поглощения в ней. Пробный импульс на той же частоте следует с некоторой задержкой от накачивающего импульса. Изменяя время задержки между pump и probe импульсами и измеряя мощность прошедшего через образец пробного импульса в зависимости от времени задержки, измеряется время восстановления оптических свойств среды (коэффициент поглощения). Время восстановления коэффициента поглощения в среде отражает времена релаксационных процессов в ней. Зависимость прошедшего через исследуемый образец мощности пробного импульса от времени задержки между pump и ргоbе импульсами называется pump-probe сигналом. Существуют различные варианты геометрии pump-probe измерений: направления распространения лучей накачивающего и зондирующих импульсов перпендикулярны или почти параллельны (под небольшим углом). При ортогональной геометрии лучей легче исключить попадание на детектор излучения pump импульса, с другой стороны, в случае, когда лучи распространяются под небольшим углом, легче осуществляется условие сведения лучей в исследуемом образце. В последнем варианте для исключения попадания на детектор излучения накачивающего импульса используют перпендикулярные поляризации pump и probe импульсов, и перед детектором ставят поляризатор.

На рисунке 59 представлена оптическая схема измерений на Новосибирском ЛСЭ. Регистрация pump-probe сигнала производится с помощью охлаждаемого до температур жидкого гелия Ge:Ga детектора. В случае исследования динамики возбужденных состояний мелких примесных центров в полупроводниках методом пробного импульса, частоту излучения ЛСЭ подбирают, совпадающей с какой-либо интересующей линией ТГц поглощения, время жизни состояния, соответствующего которой исследуется. Эксперимент проводится при температурах близких к температуре жидкого гелия, чтобы все примесные центры в отсутствие оптического возбуждения находились в основном состоянии. Когда часть примесных центров в слоях наноструктуры под действием ритр импульса переходит в возбужденное состояние, уменьшается коэффициент поглощения, и пробный импульс проходит через среду, поглощаясь слабее.



Рисунок 59 – Схема установки по измерениям методом пробного импульса на базе Новосибирского ЛСЭ

По мере релаксации связанных с примесями неравновесных состояний в гетероструктурах за счет различных механизмов релаксации в среде, происходит восстановление поглощения.