12 Безрезонаторная схема оптической регистрации высокочастотного магнитного и циклотронного резонансов в полупроводниках и наноструктурах

© Р.А. Бабунц, А.Г. Бадалян, Н.Г. Романов, А.С. Гурин, Д.О. Толмачев, П.Г. Баранов

Физико-технический институт им. А.Ф. Иоффе РАН, Санкт-Петербург E-mail: nikolai.romanov@mail.ioffe.ru

Поступило в Редакцию 13 июня 2012 г.

Для оптического детектирования высокочастотного магнитного резонанса (ОДМР) и циклотронного резонанса (ОДЦР) с пространственным разрешением предложена безрезонаторная схема спектрометра ОДМР-ОДЦР с использованием квазиоптического микроволнового тракта. Продемострирована эффективность этой схемы для получения информации о спиновых свойствах квантовых точек ZnO и квантовых ям CdMnTe, а также об эффективных массах носителей в пленках кристаллического кремния с пространственным разрешением в пределах сфокусированного лазерного луча.

Оптическое детектирование магнитного резонанса (ОДМР) [1,2] и оптическое детектирование циклотронного резонанса (ОДЦР) [3,4] обеспечивают гигантское повышение чувствительности вплоть до регистрации одиночного квантового объекта [5], при этом реализуется уникальная возможность регистрировать магнитный и циклотронный резонансы с пространственным разрешением оптических методов, т. е. в малом объеме вещества, определяемом размером возбуждаемой области образца. При использовании конфокальной оптики принципиально возможно разрешение вплоть до $0.2\,\mu$ m.

Эти преимущества ОДМР и ОДЦР в полной мере могут быть использованы при исследовании наноструктур [2], изучение которых традиционными методами магнитного резонанса затруднено или невозможно из-за недостаточной чувствительности и отсутствия селективности. Использование высокой частоты 94 GHz для регистрации магнитного резонанса позволяет значительно повысить энергетическое разрешение

37



Рис. 1. Блок-схема спектрометра ОДМР-ОДЦР с безрезонаторным микроволновым трактом.

спектров и применить для создания микроволнового поля на образце квазиоптический тракт вместо волноводного. Появляется возможность подавать микроволновую мощность на образец непосредственно через окно оптического криостата.

Для наблюдения эффекта резонанса должно выполняться условие $\gamma B_1 > 1/T_1$, где γ — гиромагнитное отношение, T_1 — эффективное время релаксации, B_1 — амплитуда переменного магнитного поля. Предложенная в представленной работе схема подачи на образец микроволнового излучения существенно увеличивает напряженность микроволнового поля B_1 на образце и расширяет круг исследуемых объектов.

На рис. 1, *а* представлена блок-схема разработанного нами безрезонаторного спектрометра ОДМР-ОДЦР. Микроволновый генератор *I* W-диапазона (94 GHz) обеспечивает выходную мощность до 100 mW и сверхвысокую стабильность частоты — $5 \cdot 10^{-7}$. Для получения часто-

ты 94 GHz используется высокостабильный твердотельный генератор 7.23 GHz и умножитель частоты (коэффициент умножения 13), с выхода которого микроволновое излучение поступает на усилитель мощности. Генератор может работать как в непрерывном, так и в импульсном режиме. Выход генератора нагружен на рупорную антенну 2, излучение с которой с помощью тефлоновой линзы 3 направляется на образец через кварцевое окно магнитооптического криостата со сверхпроводящим магнитом 4. Особенностью предложенной микроволновой схемы, кроме наличия высокостабильного генератора, является использование медной вставки 5 внутри криостата — "концентратора" микроволнового поля. Образец 6 находится в центре магнитной системы и может вращаться относительно вертикальной оси. Люминесценция образца возбуждается сфокусированным светом лазера 7 и регистрируется с помощью решеточного монохроматора с фотоприемником 8, например ФЭУ или фотодиода. Размеры использованной вставки-"концентратора" приведены на рис. 1, b. Концентратор выполнен из меди и состоит из полированного конуса (рупорной антенны), переходящего в отрезок круглого волновода и затем в такой же конус. Второй конус играет роль согласованной нагрузки.

Применение такого концентратора поля позволяет увеличить поле B_1 не менее чем на порядок и расширить круг исследуемых объектов по сравнению с квазиоптической схемой, использующей только одну передающую рупорную антенну. Оказывается возможным исследование образов с размерами, намного превышающими размеры образцов (0.3–0.5 mm), используемых в 3-mm спектрометрах с микроволновым резонатором. Это важно для локальной диагностики наноструктур с пространственным разрешением по поверхности образца.

В качестве примера эффективности предложенного концентратора поля на рис. 2 приведены спектры ОДМР, зарегистрированные в коллоидных нанокристаллах ZnO:Al (квантовых точках) диаметром 5 nm (*a*) и в квантовых ямах Cd_{0.98}Mn_{0.02}Te/CdMgTe толщиной 12 nm (*b*). Спектры *1* зарегистрированы с использованием квазиоптической схемы с "концентратором" микроволнового поля, спектры 2 — без "концентратора" микроволнового поля.

Спектр ОДМР в нанокристаллах ZnO (рис. 2, a) регистрировался через 30 min после прекращения облучения образца УФ-светом. Облучение приводит к образованию донорных и акцепторных парамагнитных центров в нанокристаллах. Их последующая рекомбинация является

Рис. 2. Спектры ОДМР на частоте 94 GHz, зарегистрированные при температуре 1.8 К по послесвечению коллоидных нанокристаллов ZnO: Al диаметром 5 nm через 30 min после прекращения УФ-облучения (*a*) и по фотолюминесценции квантовых ям Cd_{0.98}Mn_{0.02}Te/CdMgTe шириной 12 nm (*b*). Спектры *1* зарегистрированы с использованием "концентратора" микроволнового поля, спектры 2 — без его использования. Пунктирными линиями на (*a*) показаны сигналы ОДМР акцепторов — вакансий цинка (V_{Zn}) и мелких доноров (*SD*), симулированные с использованием известных параметров этих центров. Стрелками отмечены поля, соответствующие *g*-фактору *g* = 2 (*b*), и ОДМР мелких доноров в объемных кристаллах ZnO (*a*).



спин-зависимым процессом, и это позволяет регистрировать магнитный резонанс по интенсивности послесвечения. Таким образом, в данном эксперименте реализуется возможность локального создания рекомбинирующих центров в различных точках образца. В результате проводится идентификация рекомбинирующих партнеров в малой области, возбуждаемой светом. Из приведенного на рис. 2, а спектра ОДМР следует, что послесвечение обусловлено рекомбинацией мелких доноров алюминия и акцепторов, представляющих собой вакансию цинка. Сдвиг линии ОДМР мелких доноров относительно линии доноров в объемных кристаллах обусловлен эффектами пространственного ограничения и может быть использован для оценки размеров нанокристаллов [6]. При исследовании подобных процессов в объемном кристалле ZnO или тонком кристаллическом слое появляется возможность изучения распределения рекомбинирующих центров по поверхности образца, что особенно важно в связи с использованием пленок ZnO в солнечной энергетике.

Спектры ОДМР в квантовых ямах $Cd_{0.98}Mn_{0.02}$ Te/CdMgTe толщиной 12 nm (рис. 2, *b*) зарегистрированы по люминесценции. Обменное взаимодействие локализованных магнитных моментов марганца с носителями приводит к гигантскому спиновому расщеплению зон и сдвигу линии экситонной люминесценции, который зависит от спиновой поляризации ионов Mn^{2+} . При насыщении ЭПР-переходов спиновая поляризация уменьшается и происходит резонансный сдвиг линии излучения экситонов. Отклонение линии ОДМР марганца от положения, соответствующего g = 2, при изменении ориентации образца может быть объяснено наличием расщепления тонкой структуры и термализацией магнитных подуровней основного состояния ионов Mn^{2+} [7].

Как видно из рис. 2, чувствительность регистрации ОДМР при использовании "концентратора" значительно повышается.

Использование безрезонаторной схемы для ОДЦР является перспективной методикой изучения и локальной диагностики низкоразмерных структур на основе кремния и германия. С использованием разработанного спектрометра был зарегистрирован спектр ОДЦР на частоте 94 GHz в пластине кристаллического кремния, приведенный на рис. 3. Наблюдалось резонансное уменьшение интенсивности краевой люминесценции при циклотронном резонансе.

Для линий ОДЦР электронов отмечены углы между направлением магнитного поля и осями (100) кристалла. На частоте 94 GHz наблю-



Рис. 3. Спектр циклотронного резонанса на частоте 94 GHz, зарегистрированный по интенсивности краевой люминесценции, возбуждаемой сфокусированным светом полупроводникового лазера 650 nm (пятно диаметром 0.3 mm) в пластине кристаллического кремния. Для линий ОДЦР электронов отмечены углы между направлением магнитного поля и осями $\langle 100 \rangle$ кристалла. На вставке показаны долины зоны проводимости кремния. T = 2 K.

даются сигналы ЦР электронов, положение которых в магнитном поле зависит от ориентации кристалла в связи с непрямозонным характером кремния. В кремнии имеются три долины зоны проводимости, оси которых направлены по кристаллическим осям типа [100], поэтому при произвольной ориентации кристалла в спектре присутствуют три линии ЦР, соответствующие трем различным углам между осью долины и магнитным полем. Применяемая безрезонаторная схема позволяет подавать на исследуемый объект одновременно несколько частот, что повышает точность и надежность получаемой информации.

Применение оптического детектирования дает возможность пространственно-селективного наблюдения циклотронного резонанса в об-

разце, т.е. можно определить эффективную массу носителей в точке, размер которой задается качеством фокусировки оптического возбуждения. Высокая стабильность частоты позволяет определять эффективные массы носителей в выбранном локальном объеме с большой точностью. При этом методика может быть эффективной и для регистрации циклотронного резонанса в одиночных квантовых точках подобно тому, как ОДМР в настоящее время позволяет регистрировать магнитный резонанс на одиночных квантовых объектах, например NV-дефектах в алмазе [5].

Таким образом, предложенная безрезонаторная схема микроволнового тракта спектрометра ОДМР-ОДЦР значительно расширяет круг исследуемых объектов и может быть применена для изучения наноструктур. Появляется возможность проводить диагностику низкоразмерных полупроводниковых структур с высоким пространственным разрешением.

Работа была поддержана Министерством образования и науки России по контракту № 16.513.12.3007; программами Российской академии наук "Спиновые явления в твердтельных наноструктурах и спинтроника" и "Фундаментальные основы технологий наноструктур и наноматериалов".

Список литературы

- [1] Cavenett B.C. // Adv. Phys. 1981. V. 30. I. 4. P. 475-538.
- [2] Baranov P.G., Romanov N.G. // Appl. Magn. Resonance. 2001. V. 21. P. 165-193.
- [3] Baranov P.G., Vershchunov Yu.P., Zhitnikov R.A., Romanov N.G., Shreter Yu.G. // JETP Lett. 1977. V. 26. P. 249.
- [4] Godlewski M., Chen W.M., Monemar B. // Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences. 1994. V. 19. I. 4. P. 241–301.
- [5] Gruber A., Dräbenstedt A., Tietz C., Fleury L., Wrachtrup J., C. von Borczyskowski // Science. 1997. I. 276. P. 2012–2014.
- [6] Бадалян А.Г., Бабунц Р.А., Баранов П.Г., Романов Н.Г. // Способ определения размеров наночастиц и устройство для измерения спектра электронного парамагнитного резонанса. Патент на изобретение № 2395448, зарегистрированный 27.07.2010.
- [7] Baranov P.G., Romanov N.G., Tolmachev D.O., Babunts R.A., Namozov B.R., Kusrayev Yu.G., Sedova I.V., Sorokin S.V., Ivanov S.V. // Письма в ЖЭТФ. 2009. Т. 88. В. 9. С. 724–728.