

## СПОСТЕРЕЖЕННЯ ГЕЛІКОНІВ ЗА ДОПОМОГОЮ АПАРАТУРИ ЯДЕРНОГО МАГНІТНОГО РЕЗОНАНСУ

Розглядаються особливості спостереження геліконів на автодинному спектрометрі ЯМР. Наведені записи геліконових резонансів в зразках  $Pb_{0,8}Sn_{0,2}Te$ . Аналізуються похибки при визначенні кінетичних параметрів зразка безконтактним методом.

The peculiarities of the helicons observation with autodyne spectrometer NMR have been analyzed. The records of helicon resonances in  $Pb_{0,8}Sn_{0,2}Te$  samples are presented. Accuracy of the kinetic parameters measured by contactless method are analyzed.

Гелікони являють собою електромагнітні хвилі з круговою поляризацією, які розповсюджуються у провідному середовищі при наявності постійного магнітного поля. Детально про теоретичне та експериментальне вивчення геліконових хвиль у твердому тілі йдеться у роботі [1]. Довжина та затухання геліконових хвиль, які розповсюджуються вздовж напрямку магнітного поля  $B$ , залежать від концентрації носіїв струму та їх рухливості. Це дозволило створити безконтактні методики визначення концентрації та рухливості носіїв у напівпровідникових матеріалах [2]. Принцип експериментального спостереження геліконових хвиль показаний на рис.1.

Досліджуваний зразок, який має вигляд плоскопаралельної пластини, розміщується між збуджуючою  $L1$  та приймальною  $L2$  котушками індуктивності. Якщо магнітне поле не прикладено до пластини, геліконна хвиля в ній не збуджується, і вона за рахунок своєї провідності екранує котушки одну від другої. Тоді у котушці  $L2$  будь-який сигнал відсутній. Якщо ж зовні прикладене магнітне поле  $B$ , у зразку збуджуються геліконні хвилі, які проходять крізь пластину з деяким затуханням і в  $L2$  виникає наведена напруга з частотою  $f_r$ , що генерується радіочастотним (РЧ) передавачем.

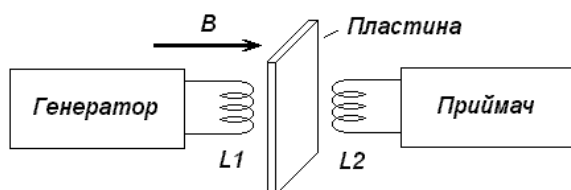


Рис.1 Експериментальне спостереження проходження геліконів

Цей сигнал може бути підсилений та протектований приймачем. Якщо у пластині з товщиною  $d$  уздовж напрямку  $B$  укладається ціле число півхвиль  $\lambda/2$ , то пластина стає резонатором, в якому спостерігається підсилення геліконних хвиль. Це випадок розмірного або геліконного резонансу, який можна фіксувати збільшенням інтенсивності радіочастотного випромінювання зі сторони приймальної котушки. При цьому спостерігаються декілька резонансів, що відповідають умові укладання напівхвиль:  $3/2\lambda$ ;  $5/2\lambda$ ;  $7/2\lambda$  і далі. Але частіше фіксують головний резонанс, що відповідає умові  $d=1/2\lambda$ , найбільш інтенсивний. Повністю резонансну криву реєструють шляхом сканування напруженості магнітного поля або зміною частоти  $f_r$ . Виходячи з параметрів резонансної лінії з добротністю  $Q$ , розраховують концентрацію  $n$  або  $p$  та рухливість  $\mu$  вільних носіїв струму напівпровідникового зразка за такими формулами [2]:

$$n, p = 7,82 \cdot 10^{24} \cdot \frac{B_r}{f \cdot d^2}, \quad (1)$$

$$\mu = \frac{1}{B_r} \sqrt{4Q^2 - 1}. \quad (2)$$

Добротність розраховують за формулою:

$$Q = \frac{B_r}{B_2 - B_1}, \quad (3)$$

де  $B_r$  - резонансне значення магнітного поля,  $B_1$  та  $B_2$  - значення магнітного поля, що відповідають ширині резонансної лінії на рівні 0,707 від її максимальної висоти.

Незважаючи на простоту експериментального дослідження геліконів, широке застосування

цього методу для визначення кінетичних параметрів напівпровідникових матеріалів зустрічає деякі труднощі. По-перше, необхідно стабільно сканувати магнітне поле в досить широких межах (до  $\sim 2Tл$ ) з можливістю переналагодження частоти опромінюючого РЧ генератора. По-друге, необхідно вживати заходів для виключення прямого проходження РЧ сигналу з передавача на приймальну котушку. Така фоновна напруга може перевищувати корисний сигнал і, більше того, переважувати наступні підсилювальні каскади. З метою послаблення цієї напруги котушки  $L1$  та  $L2$  іноді розташовують взаємно ортогонально. Нарешті, не завжди рухливість носіїв достатня для відтворення якісного геліконного резонансу у доступних температурах та магнітних полях. Тоді отримуються занадто розширені резонансні лінії з малою добротністю, звідки визначити кінетичні параметри досліджуваного зразка важко. Перераховані проблеми у значній мірі усуваються, якщо для дослідження геліконів застосовують спектрометр ЯМР.

Варто зауважити, що функціональна схема спектрометра ЯМР (рис.2) дозволяє найкраще досліджувати геліконний резонанс. Ефективність досліджень досягається не тільки завдяки високій чутливості вхідного пристрою, але й за рахунок використання модуляційної методики проходження спектрів. Детектування сигналу за допомогою синхродетектора на першій, або другій гармоніці сигналу дозволяє чітко виділити спектр геліконного резонансу. Останнє пов'язано з тим, що похідні від резонансної кривої дуже добре виділяють екстремальні точки на функціональній залежності, тому центр і ширину лінії можна знайти більш точно, ніж на

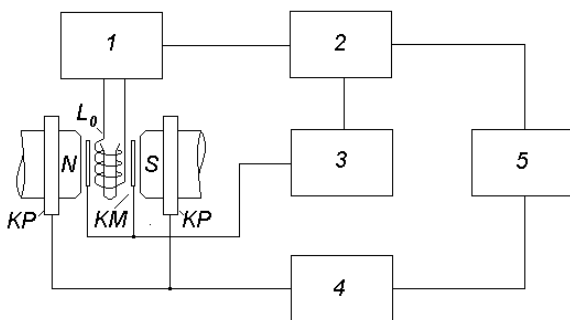


Рис.2. Структурна схема радіоспектрометра ЯМР у режимі дослідження геліконів: КР, КМ - котушки розгортки та низькочастотної модуляції магнітного поля;  $L_0$  - котушка коливального контуру; 1 - автодинний генератор; 2 - синхродетектор; 3 - генератор модулюючої напруги; 4 - генератор лінійної розгортки магнітного поля; 5 - реєструючий пристрій.

первісній. При цьому на похідних це можна зробити навіть тоді, коли лінія не вкладається повністю у діапазон розгортки магнітного поля. Це важливо для зразків з недостатньо високою рухливістю носіїв, де спостерігається резонансні криві з малою  $Q$ . Отже, спектрометр ЯМР, поряд з дослідженням ядерного спінового резонансу, можна використати для неруйнуючого контролю кінетичних параметрів зразка, який виготовлено у вигляді пластини відповідного розміру.

Використання автодинного спін-детектора [3] значно спрощує процедуру безконтактного вимірювання параметрів напівпровідникових матеріалів. Для проведення таких вимірів плоскопаралельну пластину з полірованими поверхнями розташовують у котушці коливального контура автодина. Вибір частоти автогенератора  $f$  та товщини пластини  $d$  дозволяє створити умови для спостереження геліконного резонансу у доступному магнітному полі радіоспектрометра.

На рис.3а наведено приклад реєстрації геліконного резонансу за допомогою синхродетектора на основній частоті модуляції  $F_M=230$  Гц при амплітуді модуляції магнітного поля  $B_M=\pm 2,5 \cdot 10^{-3}$  Тл. Видно, що крива являє собою першу похідну від типової форми резонансної лінії. Виміри проведені у напівпровідниковій сполуці  $Pb_{0,8}Sn_{0,2}Te:In$  при температурі  $T=77$  К, при цьому був застосований зразок у вигляді прямокутної пластини з розмірами  $5,3 \times 6,8$  мм<sup>2</sup> і товщиною  $d=1,3$  мм. Діапазон сканування магнітного поля складав  $0 \div 1,6$  Тл при частоті автодинного генератора  $f=13,42$  МГц.

З кривої на рис.3а знайдені резонансне значення магнітного поля  $B_r=0,78$  Тл і ширина лінії геліконового резонансу  $\Delta B=0,24$  Тл. З формул (1) та (2) знаходимо концентрацію носіїв  $p_{77K}=2,67 \cdot 10^{17}$  см<sup>-3</sup> та значення рухливості  $\mu_{77K}=8,23$  м<sup>2</sup>·В<sup>-1</sup>·с<sup>-1</sup>. Отримані величини близькі до значень, що знайдені з вимірювань кінетичних параметрів контактним методом ( $p_{77K}=2,43 \cdot 10^{17}$  см<sup>-3</sup>,  $\mu_{77K}=8,37$  м<sup>2</sup>·В<sup>-1</sup>·с<sup>-1</sup>). Треба звернути увагу на похибки вимірювань, які виникають при визначенні концентрації носіїв та рухливості безконтактним методом. Причин появи таких похибок може бути декілька. По-перше, необхідно вибирати товщину пластини якомога меншу порівняно з її розмірами. Це треба робити для того, щоб запобігти впливу крайових ефектів. Якщо товщина пластини  $d$  співмірна з її розмірами, то крайові ефекти настільки спотворюють

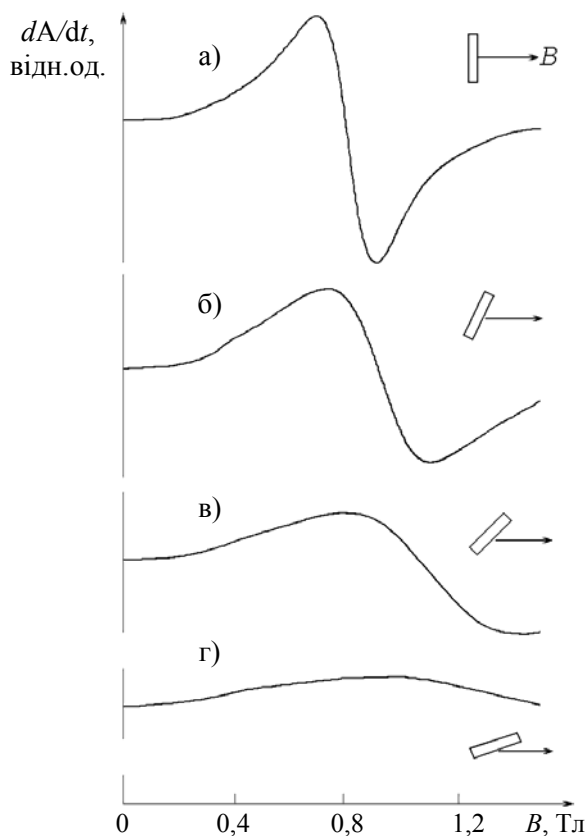


Рис.3. Похідна кривої геліконного резонансу при різних орієнтаціях зразка відносно напрямку магнітного поля  $B$ . Кут між площиною пластини та  $B$ :  $90^\circ$  (а),  $22^\circ$  (б),  $45^\circ$  (в),  $67^\circ$  (г).

результати вимірювань, що вони вже не відображають реальних значень кінетичних параметрів зразка. Зокрема, значення рухливості носіїв  $\mu$  виявляються заниженими через розширення лінії геліконного резонансу, крім того знижується точність визначення резонансного магнітного поля. Спотворення форми лінії, які викликані додатковими резонансами на краях пластини, вважають малими, якщо відношення товщини пластини  $d$  до інших розмірів не перевищує 0,05. У цьому випадку точність вимірювання коефіцієнту Хола може складати  $0,5 \div 1,5\%$  при виконанні умови  $\mu B \geq 1$  [1]. По-друге, поверхні пластини повинні бути плоскопаралельні і добре оброблені, інакше лінія також розширюється. Це пов'язано з тим, що точність знаходження параметрів дуже сильно залежить від точності визначення товщини  $d$  (1).

Ще однією причиною появи похибок у визначенні кінетичних характеристик є неточна орієнтація пластини відносно напрямку магнітного поля. З рис.3б,в,г видно, як перетворюється

форма кривої геліконного резонансу при повертанні пластини навколо вісі симетрії котушки. Найбільш відчутна зміна кривої починається при відхиленні від нормального розташування на  $10-15^\circ$ . Якщо відхилення складатиме  $1-2^\circ$ , то складова похибки за рахунок орієнтації ще досить мала і нею можна знехтувати. Аналіз перерахованих факторів показує, що у лабораторних умовах досягається точність вимірів кінетичних параметрів напівпровідникових матеріалів, яка перевищує точність контактних методів. Але це досягається при умові  $\mu B \geq 1$ , тобто при достатньо високій рухливості носіїв струму або при достатньо великих магнітних полях.

При застосуванні автодинного давача існує ще один спосіб реєстрації геліконного резонансу. Його суть полягає ось у чому. Відомо, що з метою спостереження ефекту у котушці автодина збуджують високочастотні коливання і сканують магнітне поле біля можливих умов геліконного резонансу. Поблизу цих умов плоскопаралельна пластинка стає резонатором, власна частота якого визначена, головним чином, товщиною пластини та концентрацією носіїв струму. У цьому випадку пластинка та котушка контура автогенератора утворюють коло з двох коливальних систем. Через взаємодію таких резонаторів частота генерації автодина вже не визначається власною частотою його коливального контуру, а залежить від імпедансу зв'язаної системи. Розлад встановленої спочатку частоти автогенератора при  $B=0$  буде максимальним у момент збігання з частотою геліконного резонансу, тобто при деякому значенні магнітного поля  $B_r$ . Якщо слідкувати за частотою автогенератора, можна визначити наявність геліконового резонансу.

На рис.4,а наведена крива, яка побудована за неперервним відліком частоти у процесі лінійної зміни магнітного поля. Бачимо, що вона виглядає як типова резонансна лінія і з неї можна визначити як резонансне значення магнітного поля, так і її ширину. Зауважимо, що тут, виходячи зі зміни частоти, можна точніше визначити центр геліконного резонансу, ніж як це робиться у роботі [2]. Для порівняння наведена перша похідна лінії геліконового резонансу (рис.4б), яка одержана на тому ж зразку шляхом модуляційної методики. При частотному способі можна суттєво спростити техніку реєстрації геліконного резонансу. Зокрема, тут можна застосувати тільки автогенератор з вимірювачем частоти. Але треба мати на увазі, що при занадто сильному зв'язку

(надкритичному) вплив геліконового резонатора на коливальний контур може бути настільки значним, що спостерігається зрив коливань автогенератора. Тому у генераторі треба передбачити відповідне регулювання границі збудження коливань. Таким вимогам відповідають порогові генератори або автодини. Вони мають дуже високу чутливість до зовнішнього впливу і тому використовуються у радіоспектроскопії для детектування спінових резонансів.

Зручність реєстрації геліконного резонансу у вигляді значень частоти полягає у тому, що результат легко перетворити для подачі на інтерфейсну шину ЕОМ. Останнє дає змогу спростити процес спостереження та обробки результату експериментальних досліджень.

Наведені приклади показують, що техніка ЯМР дає можливість упевнено реєструвати геліконний резонанс і визначити кінетичні характеристики напівпровідникових матеріалів неруйнуючим методом. Метод геліконових резонансів досить перспективний при визначенні характеристик епітаксціальних структур.

Відомо, що визначення концентрації носіїв та їх рухливості у плівкових структурах є проблемою, оскільки контактні методи тут взагалі малопридатні. Крім визначення кінетичних параметрів, з вигляду геліконного резонансу, можна

судити про однорідність та якість плівкових матеріалів. Але треба зауважити, що через малу товщину плівкових зразків, частоти, при яких спостерігається геліконний резонанс, значно зростають, а це накладає деякі проблеми при конструюванні автодинних схем.

Ще однією особливістю апаратури ЯМР є те, що при відповідному виборі розмірів пластини, особливо її товщини, на ній можна спостерігати як ядерний магнітний, так і геліконний резонанси. Збігання частот геліконового резонансу та ларморової прецесії ядерних спінів приводить до взаємодії ядерних моментів з геліконними хвилями. У такому випадку можливе збільшення чутливості спектрометра ЯМР. Уперше посилення сигналу ЯМР за рахунок спин-геліконної взаємодії спостерігалось для PbTe ще у 1966 році [4]. Потім цей ефект був знайдений і в InSb [5]. Хоча в обох випадках не вдалося отримати суттєвого збільшення чутливості, але було доведено можливість детектування ЯМР в об'ємних зразках з високою провідністю.

Подібні експерименти нами проведені на зразках  $Pb_{1-x}Sn_xTe$ , легованих In. Для реалізації геліконного та ядерного магнітного резонансів були застосовані монокристалічні пластини, в яких попередньо вимірювались ефект Хола та рухливість звичайним контактним методом.

#### СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Максфильд Б. Геликоны в твердых телах // Успехи физических наук. - 1971. - **103**, в.2. - С.233-273.
2. Пожела Р.Ю., Толутис Р.Б., Эберсон Т.С. Бесконтактное измерение подвижности и концентрации носителей тока в полупроводниках // Приборы и техника эксперимента. - 1986. - №1. - С.185-187.
3. Хандошко А.Г., Слынько Е.И., Черныш И.П. Автодинный детектор для исследования ядерного магнитного резонанса и размерных эффектов в полупроводниках // Приборы и техника эксперимента - 1988. - №5. - С.110-112.
4. Sapoval B. Magnetic resonance by helicon-nuclear-spin interaction in conducting PbTe // Physical Review Letters. - 1966. - **17**, №5. - С.241-242.
5. Богоносцев М.А., Голенищев-Кутузов В.А. ЯМР в проводящих средах // Радиоспектроскопия. Межвуз. сб. - 1975. - №9. - С.22-31.

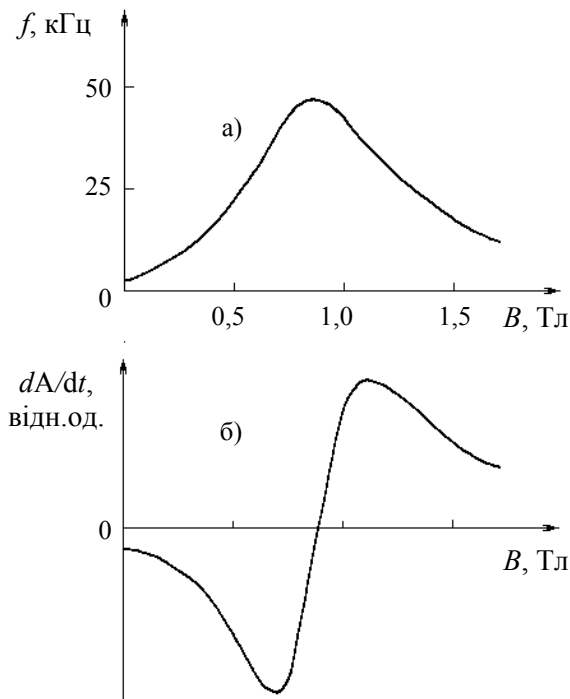


Рис.4. Геліконний резонанс у пластині  $Pb_{0,8}Sn_{0,2}Te$ : резонансна лінія, отримана частотним методом (а); похідна від резонансної лінії, отримана модуляційним шляхом (б).