P14-2004-111

Д. Андрейка¹, Д. Герлах², В. А. Жуков³, Т. Н. Мамедов³, А. В. Стойков^{2, 3}, У. Циммерманн²

ЯЧЕЙКА ДЛЯ ОДНООСНОГО СЖАТИЯ ОБРАЗЦОВ В μ SR-ЭКСПЕРИМЕНТАХ

Направлено в журнал «Приборы и техника эксперимента»

¹University Babes-Bolyai, 3400 Cluj-Napoca, Romania ²Paul Scherrer Institut, CH-5232 Villigen PSI, Switzerland ³Объединенный институт ядерных исследований, 141980 Дубна, Московская обл., Россия

Андрейка Д. и др. P14-2004-111 Ячейка для одноосного сжатия образцов в µSR-экспериментах

Описана ячейка для одноосного сжатия кристаллов до 5 кбар, используемая в μ^{-} SR-экспериментах по исследованию взаимодействия акцепторной примеси алюминия в кремнии. Размеры исследуемых образцов ~9,5×9,5×20 мм. Контроль давления осуществлялся калиброванными тензорезисторами.

Работа выполнена в Лаборатории ядерных проблем им. В. П. Джелепова ОИЯИ при поддержке Российского фонда фундаментальных исследований, проект 02-02-16881.

Препринт Объединенного института ядерных исследований. Дубна, 2004

Перевод авторов

Andreica D. et al.

P14-2004-111

The Cell for the Uniaxial Stress of Samples in μ SR-experiments

The cell for uniaxial stress of crystals up to 5 kbar, which is used in the μ -SR-experiments on investigation of the aluminum acceptor impurity in silicon, is described. Dimensions of the samples to be investigated are ~9.5×9.5×20 mm. The pressure control is performed with the calibrated tensoresistors.

The investigation has been performed at the Dzhelepov Laboratory of Nuclear Problems, JINR, and supported by the Russian Foundation for Basic Research, Project 02-02-16881.

Preprint of the Joint Institute for Nuclear Research. Dubna, 2004

В физике конденсированных сред часто возникают задачи, решение которых требует проведения исследований свойств веществ под давлением. Например, в настоящее время в литературе обсуждается возможность построения модели квантового компьютера на базе одноосно-напряженного кристалла кремния, допированного акцепторной или донорной примесью [1]. Соответственно необходимо изучать поведение этих примесей в разной степени напряженном кристалле кремния.

В настоящей работе описывается автономная ячейка для одноосного сжатия кристалла кремния до 5 кбар, предназначенная для использования в экспериментах по исследованию взаимодействия акцепторной примеси алюминия в кремнии с помощью пучка поляризованных отрицательных мюонов (µSRметод [2]). *µ*SR-эксперименты проводятся во внешнем магнитном поле и в широком диапазоне изменений температуры (4,2–300 К) образца. Диаметр поперечных сечений пучков мюонов, создаваемых на ускорителях промежуточных энергий, примерно равняется 1,5 см. При этом оптимальный объем образца для проведения экспериментов составляет 2–3 см³. Это довольно значительный объем по сравнению с объемом образцов в пределах порядка единиц мм³, который достаточен, например, для проведения ЭПР-экспериментов [3]. Соответственно при создании ячейки, удерживающей образец в напряженном состоянии в условиях ограниченного пространства в гелиевом криостате, необходимо компромиссное решение, в котором должно быть учтено следующее: объем образца, обеспечивающий необходимое количество остановок мюонов; достаточная конструкционная прочность ячейки, выдерживающая рабочее давление; минимальное количество постороннего вещества на пути пучка мюонов. Последнее обстоятельство является определяющим для снижения отношения числа фоновых событий (от стенок ячейки) к числу полезных событий (от образца). Кроме того, материал ячейки должен быть немагнитным.

На пучках положительных мюонов μ SR-спектрометр высокого давления уже использовался, например, в работах [4,5], где создавалось всестороннее давление до 1,4 ГПа с помощью гелия в ячейке, смонтированной внутри рефрижератора с замкнутым циклом. Необходимо отметить, что эксперименты в пучках отрицательных мюонов по сравнению с экспериментами, где используются положительные мюоны, более трудоемки ввиду следующих обстоятельств: а) как правило, интенсивности μ^- -пучков существенно ниже интенсивностей μ^+ -пучков; б) конкурирующие процессы ядерного захвата отрицательных мюонов значительно снижают число регистрируемых событий $\mu^- \rightarrow e^-$ -распада; в) имеет место значительная потеря поляризации мюонов (в лучшем случае до 1/6 от начальной поляризации). В этих условиях требование минимизации отношения фон/эффект является более существенным.



Рис. 1. Ячейка для одноосного сжатия образцов: *1* — нажимной шток пресса, *2* — фиксирующий винт, *3* — корпус ячейки, *4* — нажимной подпятник, *5* — плунжер, *6* и *9* — подпятники образца, *7* — образец, *8* — окно для пучка мюонов, *10* — опорный винт

Схематический чертеж ячейки изображен на рис. 1. Все элементы ячейки изготовлены из бериллиевой бронзы Бр2, термообработанной до твердости HRC 34. Исследуемые образцы — призмы из кремния высотой 18–22 мм с сечением в основании 9,5×9,5 мм, имеющие различные ориентации кристаллографических осей относительно основания призм. При изготовлении ячейки особое внимание было уделено параллельности плоскостей элементов ячейки, перпендикулярных направлению приложенного осевого давления. Так, отклонение параллельности плоскостей оснований призматических образцов кремния составляло ~5 мкм.

Необходимое давление создавалось при комнатной температуре с помощью пресса. Для этого корпус (3) ячейки с помощью наружной резьбы укреплялся в плите, жестко связанной с прессом. С помощью нажимного штока (1) пресса через отверстие в фиксирующем винте (2) создавалось нужное давление на нажимной подпятник (4), а затем через плунжер (5) и подпятник образца (6) передавалось на образец. Конечное положение нажимного подпятника (4) фиксировалось винтом (2). Ячейка укреплялась в криостате на охлаждаемом стержне с помощью внутренней резьбы фиксирующего винта (2). Окно (8) размером 14×25 мм для прохождения пучка мюонов позволяло иметь достаточный зазор между образцом и несущей стенкой ячейки, чтобы свести к минимуму количество фоновых событий.

2



Рис. 2. Зависимость сопротивления тензорезистора от давления при комнатной температуре. Пунктирная линия проведена для наглядности

В начальный момент после снятия внешнего давления возможно ослабление поджимающего усилия винта (2). При охлаждении ячейки давление на образец может измениться за счет неодинакового изменения линейных размеров материалов ячейки и образца. Поскольку вся ячейка изготовлена из однородного материала, а температурный коэффициент линейного расширения бронзы на порядок превышает такой же коэффициент кремния, то не ожидается ослабления сжатия образца при охлаждении до гелиевых температур. Чтобы избежать неопределенности между приложенной начальной нагрузкой и давлением, развиваемым в образце после снятия нагрузки и в процессе его охлаждения, производился контроль давления в образце тензорезистором типа ЕВ001 П1-5-350Б (НИИФИ, Пенза). Датчик наклеивался на одну из граней кремниевого образца клеем БФ-2, а затем клей подвергался полимеризации при высокой температуре. Калибровка тензорезистора производилась в условиях изменения давления при комнатной температуре на образце. Такая калибровочная кривая для одного из тензорезисторов (R_0 = 349,14 Ом, K = 2,07, где R_0 и K — сопротивление тензорезистора в отсутствие деформации и коэффициент тензочувствительности соответственно) представлена на рис. 2. Основная погрешность при калибровке связана с измерением давления пресса, она составляла менее 3 %.

При последующем охлаждении образца изменения показания тензорезистора могут быть только за счет температурного изменения линейных размеров конструкционных элементов ячейки, самого образца, материала тензорезистора и его омического сопротивления. Чтобы учесть эти изменения, проводились измерения показаний наклеенного на образец тензорезистора в зависимости от температуры (в рабочем диапазоне 10-60 K) в отсутствие и в присутствии давления. На рис. 3 приведены такие зависимости для представленного выше образца (рис. 2), полученные без давления (P = 0) и с давлением (P = 1,7 кбар) на образец.

3



Рис. 3. Зависимость сопротивления тензорезистора от температуры при двух значениях давления: (+) P = 0, (\diamondsuit) P = 1,7 кбар. Линии проведены для наглядности

Из рисунка видно, что в диапазоне температур 10–60 К имеет место постоянная разность в 1 Ом (по сравнению с 0,84 Ом при комнатной температуре) между показаниями тензорезистора при давлении и без давления на образце. Считая, что вклад температурных эффектов одинаков как в отсутствие, так и в присутствии давления, можно утверждать, что первоначальное сжатие образца, достигнутое при комнатной температуре, не только сохраняется при его охлаждении, но наблюдается и дополнительное поджатие. Принимая коэффициент изменения сопротивления нашего тензорезистора с давлением [6] равным $\Delta R/(R_0 \cdot \Delta P) = 0.84/(350 \cdot 1.7) = 1.4 \cdot 10^{-3}$ кбар⁻¹, находим, что дополнительное поджатие образца при низких температурах может составлять ~0,3 кбар.

Авторы выражают благодарность В.С. Егорову (РНЦ «Курчатовский институт») и Н.Я. Мининой (кафедра физики низких температур МГУ им. М.В. Ломоносова) за подробную консультацию по использованию тензорезисторов для измерения напряжения кристалла кремния в широком диапазоне температур.

ЛИТЕРАТУРА

- 1. Kolier B., Xuedong Hu, Das Sarma S. // Phys. Rev. B. 2002. V. 66, P. 115201.
- 2. Schenck A. Muon Spin Rotation Spectroscopy. Bristol: Adam Hilger Ltd. 1985.
- 3. Van Duijn-Arnold A. et al. // Phys.Rev. B. 1999. V. 60. P. 15829.
- 4. Butz T., Kalvius G. M., Lindgren B., Hartmann O., Wäppling R., Karlson E. // Hyp. Int. 1986. V. 32. P. 881.

- 5. Kratzer A. et al. // Hyp. Int. 1994. V. 87. P. 1055.
- 6. Циклис Д. С. Техника физико-химических исследований при высоких и сверхвысоких давлениях. М.: Химия. 1976.

Получено 7 июля 2004 г.

Редактор Е.К.Аксенова

Подписано в печать 10.03.2004. Формат 60 × 90/16. Бумага офсетная. Печать офсетная. Усл. печ. л. 0,94. Уч.-изд. л. 1,17. Тираж 215 экз. Заказ № 54468.

Издательский отдел Объединенного института ядерных исследований 141980, г. Дубна, Московская обл., ул. Жолио-Кюри, 6. E-mail: publish@pds.jinr.ru www.jinr.ru/publish/