

## Bestimmung der optischen Konstanten von Halbleitern an Proben mit nichtidealen Oberflächen

J. JAUMANN und H. WERHEIT

II. Physikalisches Institut der Universität zu Köln

(Z. Naturforsch. 24 a, 1131—1134 [1969]; eingegangen am 3. April 1969)

Am Beispiel GaAs wird gezeigt, daß es möglich ist, die bei Durchlässigkeits- und Reflexionsmessungen an planparallelen Proben durch Oberflächenstreuung auftretenden Intensitätsverluste näherungsweise aus den Meßwerten selbst zu bestimmen und bei der Berechnung der optischen Konstanten zu berücksichtigen.

Optische Messungen an Halbleitern werden häufig dadurch beeinträchtigt, daß es nicht gelingt, Proben mit völlig einwandfreien Oberflächen herzustellen. Durch unvollkommene Schleif- und Ätztechnik oder durch Lunker und Risse im Kristall weisen die Oberflächen vielfach Unebenheiten auf, die zu Streuverlusten des Meßlichtes und damit zu Meßfehlern führen. Bei Messungen an mehreren Proben gleichen Materials, die auch bei anderen Auswertungsverfahren erforderlich sind, lassen sich diese Meßfehler näherungsweise berechnen und bei der Berechnung der optischen Konstanten eliminieren.

### Bestimmung der Absorptionskonstante und des Reflexionsvermögens

Wenn man Mehrfachreflexionen im Innern einer planparallelen Probe berücksichtigt, Interferenzen vernachlässigt und annimmt, daß beide Oberflächen einer Probe gleiches Streuverhalten aufweisen, d. h., daß bei jedem Passieren der Oberfläche, gleichgültig ob beim Durchgang oder bei Reflexion, der  $s$ -fache Betrag ( $0 \leq s < 1$ ) der auftreffenden Strahlung durch Streuung verlorengeht, dann erhält man durch Aufsummieren der in Abb. 1 skizzierten ein-

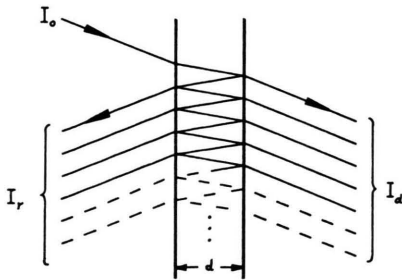


Abb. 1. Mehrfachreflexionen im Innern einer planparallelen Platte.

Sonderdruckanforderungen erbeten an: Prof. Dr. J. JAUMANN, II. Physikalisches Institut der Universität Köln, D-5000 Köln-Sülz 1, Universitätsstr. 14.

zelnen Anteile für die durchgehende und die reflektierte Gesamtintensität folgende Gleichungen:

$$i_d = \frac{I_d}{I_0} = \frac{(1-R)^2(1-s)^2 e^{-\alpha d}}{1-R^2(1-s)^2 e^{-2\alpha d}}, \quad (1)$$

$$i_r = \frac{I_r}{I_0} = \frac{R(1-R)^2(1-s)^2 e^{-\alpha d}}{1-R^2(1-s)^2 e^{-2\alpha d}} \quad (2)$$

( $I_0$  = auf die Probe auftreffende Strahlung;  $I_d$  = gemessene durchgehende Strahlung;  $I_r$  = gemessene reflektierte Strahlung;  $\alpha$  = Absorptionskonstante;  $R$  = Reflexionsvermögen;  $d$  = Probendicke).

Man eliminiert  $(1-s)$  und erhält eine quadratische Gleichung mit der Lösung

$$\alpha = \frac{1}{d} \ln \left\{ \frac{i_r^2}{2 i_d} \left( \frac{1-R}{R} \right)^2 - i_d \right. \\ \left. \pm \sqrt{\left[ \frac{i_r^2}{2 i_d} \left( \frac{1-R}{R} \right)^2 - i_d \right]^2 + i_r^2 - i_d} \right\}. \quad (3)$$

Im allgemeinen gibt das positive Vorzeichen vor der Wurzel die physikalisch sinnvolle Lösung.

Für  $i_d \ll i_r$  vereinfacht sich (3) zu

$$\alpha \approx \frac{1}{d} \ln \left\{ \frac{i_r^2}{i_d} \left( \frac{1-R}{R} \right)^2 - 2 i_d \right\}. \quad (3a)$$

Gleichung (3) bzw. (3a) enthält neben den Meßgrößen als Unbekannte  $\alpha$  und  $R$ , die man graphisch bestimmt, indem man bei fester Wellenlänge für mehrere Proben jeweils nach Einsetzen der Meßwerte den Funktionsverlauf  $\alpha(R)$  berechnet (Beispiele s. Abb. 2). Der Schnittpunkt der Kurven liefert  $\alpha$  und  $R$ .

Auf diese Weise können nun für jede Wellenlänge die optischen Konstanten ermittelt werden; rationeller ist jedoch folgender Weg: Man verfährt wie oben beschrieben, jedoch nur für einige feste Wellenlängen, die in Abständen aus dem interessierenden Intervall herausgegriffen werden, und berechnet  $s$  nach

$$s = 1 - \frac{i_r}{R(1+i_d e^{-\alpha d})}. \quad (4)$$



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nachnutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitalized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

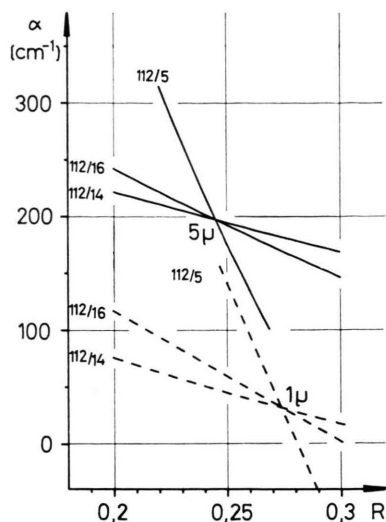


Abb. 2. Graphische Bestimmung der Absorptionskonstanten  $\alpha$  und des Reflexionsvermögens  $R$  nach Gl. (3) bei  $1\mu$  (---) und  $5\mu$  (—).

Proben: 112/5  $d=0,035$  mm,  
112/16  $d=0,115$  mm,  
112/14  $d=0,210$  mm.

Doppeltlogarithmisch über der Wellenlänge aufgetragen, bestimmen diese Punkte eine Gerade, die  $s(\lambda)$  im gesamten Bereich beschreibt. Unter der nun gerechtfertigten Voraussetzung, daß  $s(\lambda)$  bekannt ist, erhält man aus den Gln. (1) und (2) explizite Gleichungen für  $\alpha$  und  $R$ :

$$\alpha = (1/d) \ln[(M+N)/2i_d], \quad (5)$$

$$R = \frac{2(1-s)^2 - M - N}{4(1-s)^2 - 2i_r(1-s)}, \quad (6)$$

mit 
$$M = [i_r - (1-s)]^2 - i_d^2;$$
$$N = \sqrt{M^2 + 4i_d^2(1-s)^2}.$$

Diese Gleichungen gehen für  $s=0$  in die von OSWALD und SCHADE<sup>1</sup> bzw. VÄSKO<sup>2</sup> angegebenen Gleichungen über.

Bei bekanntem Reflexionsvermögen  $R$  erhält man  $\alpha$  aus der Beziehung

$$\alpha = (1/d) \ln[A + \sqrt{A^2 + R^2(1-s)^2}] \quad (7)$$

mit

$$A = (1-R)^2(1-s)^2/2i_d.$$

In den obigen Gleichungen sind einige Voraussetzungen bzw. Vernachlässigungen enthalten, die ihrer Rechtfertigung bedürfen. So bleiben Interferenzen

unberücksichtigt; sie können jedoch bei Verwendung hinreichend dicker Proben und großer spektraler Spaltbreiten vermieden werden.

Beim Durchgang des Meßlichtbündels durch die Probe tritt neben dem Intensitätsverlust durch Streuung unter großen Winkeln auch ein Verschmieren der Intensität über einen etwas größeren Winkelbereich als den des einfallenden Bündels auf. Dadurch bedingte Meßfehler wurden ausgeschlossen, indem die relative Öffnung des einfallenden Bündels auf etwa 2/3 der relativen Öffnung des Spektrometers begrenzt wurde.

Die Voraussetzung, daß beide Oberflächen einer Probe gleiches Streuverhalten aufweisen, ist nicht streng erfüllt, läßt sich jedoch im allgemeinen bei einer Mittelung über nicht zu kleine Probenbereiche hinreichend annähern.

### Messungen an GaAs

Von polykristallinem Ausgangsmaterial verschiedener Dotierung (Kristall 112:  $N_e = 5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , Kristall 1:  $N_e = 2 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ ) wurden Scheiben geschnitten und mit Tonerde auf verschiedene Dicke planparallel geschliffen und poliert. Dabei bildeten sich an den Oberflächen Absorptionsschichten, die mit einer Mischung aus  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HF}$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  und

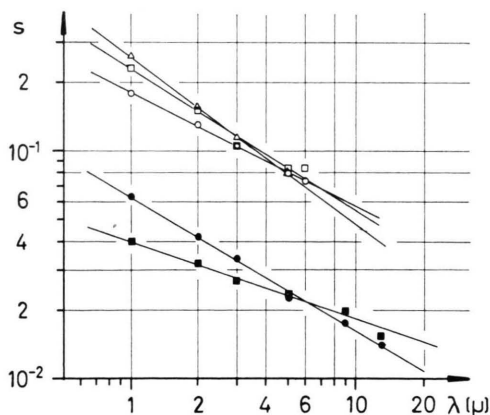


Abb. 3. Oberflächenstreuung  $s$  in Abhängigkeit von der Wellenlänge.

○ Probe 112/5  $d=0,035$  mm,  
□ 112/16  $d=0,115$  mm,  
△ 112/14  $d=0,210$  mm,  
● 1/1  $d=0,127$  mm,  
■ 1/4  $d=0,209$  mm.

Für die Probe 1/5,  $d=1,220$  mm, war  $s$  im gesamten Bereich von gleicher Größenordnung wie die übrigen Meßfehler und daher nicht nachweisbar.

<sup>1</sup> F. OSWALD u. R. SCHADE, Z. Naturforsch. **9a**, 611 [1954].

<sup>2</sup> A. VÄSKO, Z. Naturforsch. **13a**, 904 [1958].

<sup>3</sup> E. PREUSS, Diplomarbeit, Universität Köln 1956.

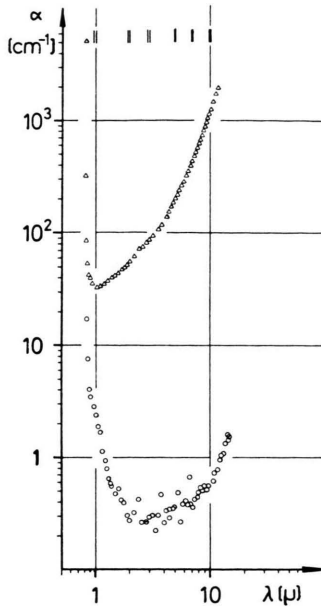


Abb. 4. Absorptionsspektrum von GaAs.

△ Kristall 112 Trägerdichte:  $N_e = 5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ,  
 ○ Kristall 1 Trägerdichte:  $N_e = 2 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ .

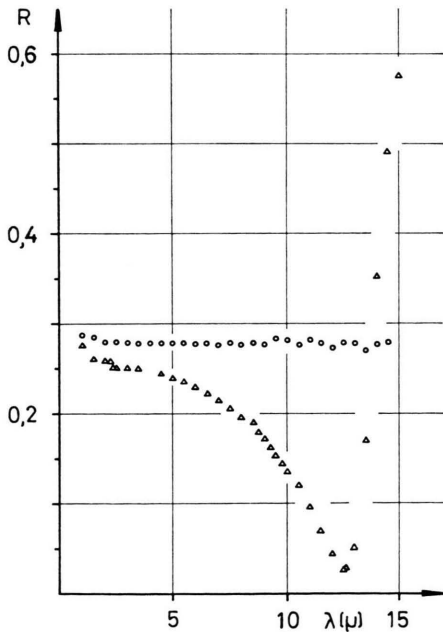


Abb. 5. Reflexionsspektrum von GaAs.

△ Kristall 112 Trägerdichte:  $N_e = 5 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ,  
 ○ Kristall 1 Trägerdichte:  $N_e = 2 \cdot 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ .

$\text{AgNO}_3$  abgetragen wurden. Die resultierenden Oberflächen zeigten eine leichte Rauigkeit, welche bei dem stark dotierten Material stärker war als bei dem reinen.

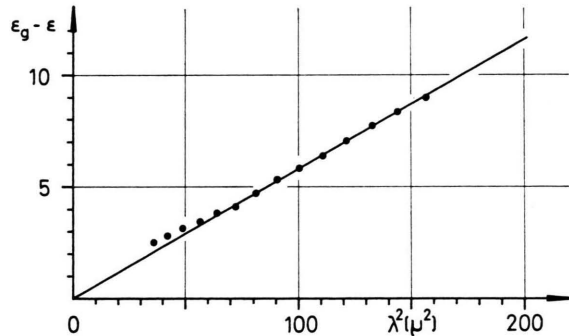
Nach dem oben beschriebenen Verfahren wurde zunächst die Oberflächenstreuung  $s(\lambda)$  ermittelt (Abb. 3) und dann  $R(\lambda)$  und  $\alpha(\lambda)$  nach den Gln. (5) und (6) bestimmt (Abb. 4 und 5).

#### Deutung der Ergebnisse

Die Absorption der freien Ladungsträger  $\sim \lambda^3$  deutet nach verschiedenen Theorien (vgl. <sup>4</sup>) auf Streuung der Elektronen an geladenen Störstellen hin. Diese Theorien reichen jedoch zu einer sicheren Bestimmung der effektiven Trägermassen nicht aus. Verlässlichere Werte ergeben sich aus dem Realteil der DK gemäß der Drudeschen Theorie (vgl. <sup>5</sup>), die die Streuprozesse summarisch durch eine Relaxationszeit  $\tau$  erfaßt. Für  $\omega \gg 1/\tau$  ergibt sich

$$\Re(\epsilon) = \epsilon_g - (m/m^*) \cdot 4 \pi N e^2 / m \omega^2.$$

$\epsilon_g$  = DK des Gitters (aus den Reflexionsmessungen an der reinen Probe entnommen).

Abb. 6. Einfluß der Elektronen auf die Dielektrizitätskonstante bei hoch dotiertem GaAs ( $N_e = 5 \cdot 10^{18}$ ).

Die Wellenlängenabhängigkeit  $[\Re(\epsilon) - \epsilon_g] \sim \lambda^2$  ist gut erfüllt (Abb. 6) und es ergibt sich für die effektive Masse der freien Elektronen

$$m^*/m_0 = 0,078 \pm 0,008$$

in guter Übereinstimmung mit den von SPITZER und WHELAN<sup>6</sup> an Einkristallen gefundenen Werten.

RÖMELT und GEIST<sup>7</sup> ermittelten für den Kristall 112

$$m^*/m_0 = 0,067$$

aus der magnetischen Elektronenssuszeptibilität.

<sup>4</sup> K. J. PLANKER u. E. KAUER, Z. Angew. Phys. **12**, 425 [1960].

<sup>5</sup> BECKER-SAUTER, Theorie der Elektrizität, 16. Aufl., Bd. 1, S. 165 f., Verlag Teubner, Stuttgart 1957.

<sup>6</sup> W. G. SPITZER u. J. M. WHELAN, Phys. Rev. **114**, 59 [1959].

<sup>7</sup> G. RÖMELT u. D. GEIST, Z. Angew. Phys. **14**, 99 [1962].

*Messungen an Bor*

Auch bei optischen Messungen an Bor wurde das beschriebene Auswertungsverfahren mit Erfolg angewandt. Bei den Borproben waren die Streuverluste jedoch praktisch unabhängig von der Wellenlänge. Dies ist dadurch zu erklären, daß die Unebenheiten der Oberflächen hier im wesentlichen aus einzelnen

Rissen bestanden, deren Dimensionen wesentlich größer als die Wellenlänge des Lichtes waren, während bei GaAs eine weitgehend gleichmäßige Rauigkeit der gesamten Probenoberfläche vorlag. Über die Ergebnisse der Messungen an Bor wird an anderer Stelle ausführlich berichtet <sup>7a</sup>.

<sup>7a</sup> J. JAUMANN u. H. WERHEIT, phys. stat. sol. (im Druck).

## Supraleitung von A 15-Phasen der Systeme V—Ga—Al, V—Si—Al, V—Ge—Al und V—Sb—Al

A. MÜLLER

Forschungslaboratorium Erlangen der Siemens AG

(Z. Naturforsch. **24 a**, 1134—1145 [1969]; eingegangen am 9. April 1969)

In den ternären Systemen V—Ga—Al, V—Si—Al, V—Ge—Al und V—Sb—Al wurden Phasen mit Cr<sub>3</sub>Si-Struktur (A 15-Typ) untersucht. Kritische Temperaturen und Gitterkonstanten dieser Phasen werden mitgeteilt.

An Mischkristallreihen mit 75 Atom-Proz. Vanadin wurde ein Zusammenhang zwischen kritischen Temperaturen und Quotienten aus berechneten und gemessenen Gitterkonstanten gefunden. Nach dieser Beziehung würde — mit einem aus Gitterkonstanten der Mischkristallreihen extrapolierten Wert — für V<sub>3</sub>Al mit Cr<sub>3</sub>Si-Struktur eine hohe kritische Temperatur zu erwarten sein.

Zur Zeit sind mehr als 50 binäre intermetallische Verbindungen mit Cr<sub>3</sub>Si-Struktur (Strukturbericht Typ A15) bekannt <sup>1</sup>. Das Interesse an diesen Substanzen wurde vor allem dadurch geweckt, daß einige Vertreter des Strukturtyps bereits bei Temperaturen >15 °K supraleitend werden und erst bei Magnetfeldern >200 kOe diesen Zustand wieder verlieren. Technische Anwendung ist jedoch durch die Sprödigkeit der Legierungen, die Verformung ausschließt, erschwert. So wird bisher meist Nb<sub>3</sub>Sn in dünner Schicht auf bandförmigen Trägern im Magnetspulenbau verwendet. Die hervorragende Eignung als Supraleiter sowie die schwierige Verarbeitung bestimmen die Suche nach neuen A15-Phasen und nach Legierungszusätzen, die die Eigenschaften der bereits bekannten Phasen verbessern.

Zu Stoffsystemen, von denen man annehmen kann, daß sie Phasen mit Cr<sub>3</sub>Si-Struktur zu bilden vermögen, gehört V—Al. Al ist bis 53 Atom-Proz. in V bei 1000 °C im festen Zustand löslich <sup>2, 3</sup>. Dieser

Mischphase mit kubisch-innenzentriertem Kristallgitter (A2-Typ) gehört V<sub>3</sub>Al an. HOLLECK et al. <sup>4</sup> fanden V<sub>3</sub>Al auch als metastabile Phase mit Cr<sub>3</sub>Si-Struktur (Gitterkonstante  $a = 4,926 \text{ \AA}$ ). Die Proben waren aus den gepulverten Elementen durch Sintern in Graphitmatrizen bei etwa 1500 °C unter mäßigem Druck und anschließendem Tempern bei 1000 °C erhalten worden. In dieser Arbeit wurde auch versucht, die Existenz von V<sub>3</sub>Al als A15-Phase an Mischkristallreihen mit V<sub>3</sub>Si, V<sub>3</sub>Ge, V<sub>3</sub>Sb und Nb<sub>3</sub>Sn nachzuweisen. Mit V<sub>3</sub>Sb und Nb<sub>3</sub>Sn wurden lückenlose Reihen von Mischkristallen, mit V<sub>3</sub>Ge und V<sub>3</sub>Si Mischbarkeit bis 25 Mol.-Proz. V<sub>3</sub>Al beschrieben. Kritische Temperaturen der Legierungen wurden nicht mitgeteilt.

1968 veröffentlichten KORNILOW und MATWEJEWA Ergebnisse von Versuchen, V<sub>3</sub>Al mit Cr<sub>3</sub>Si-Struktur herzustellen <sup>5</sup>. Obwohl bei der Präparation der oben zitierten Arbeit <sup>4</sup> gefolgt wurde, konnte V<sub>3</sub>Al nicht als A15-Phase erhalten werden.

Sonderdruckanforderungen erbeten an Dr. A. Müller, Forschungslaboratorium der Siemens AG, D-8520 Erlangen 2, Postfach 325.

<sup>1</sup> M. V. NEVITT, Miscellaneous Structures of Fixed Stoichiometry, in: Intermetallic Compounds, edited by I. H. WESTBROOK; John Wiley & Sons, Inc., New York 1967, S. 217.

<sup>2</sup> M. HANSEN, Constitution of Binary Alloys, McGraw-Hill Book Company, Inc., New York 1958.

<sup>3</sup> C. B. JORDAN u. P. DUWEZ, Trans. Am. Soc. Metals **48**, 789 [1956].

<sup>4</sup> H. HOLLECK, F. BENESOVSKY u. H. NOWOTNY, Monatsh. Chem. **94**, 477 [1963].

<sup>5</sup> I. I. KORNILOW u. N. M. MATWEJEWA, Dokl. Akad. Nauk SSSR **179**, 870 [1968].