

Aufbau eines Leitfähigkeitsmessplatzes

Bachelorarbeit

Autor: Waldemar Schreiber

Betreuer: Prof. Dr. Joachim Wollschläger

Zweitprüfer: Dr. Timo Kuschel

Abgabe am 26. November 2014

Hiermit versichere ich, diese Bachelorarbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Hilfsmittel angefertigt zu haben.

Osnabrück, den 26. November 2014

(Waldemar Schreiber)

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Theoretische Grundlagen	3
2.1	Der elektrische Strom	3
2.2	Die elektrische Leitfähigkeit	4
2.3	Spezifischer Widerstand bei Metallen	6
2.4	Theoretische Modelle für dünne Schichten	9
2.5	Grundlagen der Berechnung des spezifischen Widerstandes	12
2.6	Vier-Punkt-Messmethode	14
2.7	Van-der-Pauw-Messmethode	18
2.8	Der Halleffekt	22
3	Materialsystem	23
3.1	Molybdän	23
3.2	Magnetit - Fe_3O_4	24
3.3	Germanium	25
4	Messaufbau	26
4.1	Die Schaltmatrix	26
5	Messprogramm	30
5.1	Der Wertebereich	31
5.2	Die Keihtley 2450 Sourceter Einstellungen	31
5.3	Der Messbereich	31
5.4	Der Regelbereich	32
5.5	Die Achsenplots	33
6	Messablauf	34
6.1	Diskussion des Messprogramms bzw. des Messablaufs	36
7	Messergebnisse und Diskussion	37
7.1	Widerstandsmessungen an Molybdän	38
7.2	Magnetit auf MgO	39
7.2.1	Reproduzierbarkeit der Messungen	39
7.2.2	Widerstandsmessungen an Magnetit	41
7.2.3	Widerstandsmessungen mit Magnetfeld	46
7.3	Hall-Effekt Untersuchungen an Germanium	48
7.4	Diskussion	49
8	Zusammenfassung und Ausblick	50

1 Einleitung

Die Grundlage der Untersuchungen dieser Arbeit wird die Bestimmung des spezifischen Widerstandes bzw. der elektrischen Leitfähigkeit sein. Seit der in der Chipherstellung erfolgten Nutzung des Spins der Elektronen als weiteren Freiheitsgrad zusätzlich zur Ladung [4,6], erfüllt Magnetit eine wichtige Voraussetzung. Diese stellt eine Abkehr vom sogenannten 'flüchtigen' Speicher zum 'nichtflüchtigen' Speicher in der Chipherstellung dar. Das heißt insbesondere, dass bei Verwendung der Ladung als einzigen Freiheitsgrad, konkret bei einem Computer Hauptspeicher der Speicherinhalt sofort verloren geht, falls eine kurzzeitige Stromunterbrechung stattfindet [18]. Die Verwendung des Spins als zusätzlichen Freiheitsgrad wird als Spintronik bezeichnet [19,20]. Insofern stellt die Untersuchung des spezifischen Widerstandes die Möglichkeit bereit, Probendicken geeigneter Materialien zu bestimmen, die bestimmte Anforderungen erfüllen müssen, insbesondere im Nanometer-Bereich. Weiterhin sei erwähnt, dass dünne Schichten im Nanometer-Bereich für sogenannte Riesenmagnetowiderstände (GMR-Effekt), den TMR-Effekt und den CMR-Effekt sehr gefragt sind [42]. Es handelt sich hierbei um magnetoresistive Effekte, die die Änderung des elektrischen Widerstands eines Materials durch das Anlegen eines äußeren Magnetfeldes beschreiben. Um diese Effekte kommerziell nutzbar zu machen müssen durch spezielle aufeinanderfolgende dünne Schichten Bauelemente gefertigt werden. Auch in diesen Fällen müssen diese Schichten besondere Eigenschaften erfüllen, welche mit dem Messaufbau maßgerecht für den Einsatz bestimmt werden können. Ein weiteres Einsatzgebiet solcher Messaufbauten besteht bei Verwendung von Dünnschichtwiderständen, welche ihre Anwendung in integrierten Schaltungen finden. Diese besitzen sehr gute elektrische Eigenschaften und eine hohe thermische Langzeitstabilität [7]. Die Charakterisierung einer dünnen Metall- oder Halbleiterprobe bzgl. ihrer elektrischen Leitfähigkeit über ein bestimmtes Temperaturintervall, ermöglicht konkrete Aussagen über die Einsatzgebiete. Diese Kenntnis ist insbesondere in der Elektronik und Chipindustrie von großer Bedeutung. Mit immer kleiner werdenden Aufbauten müssen die verwendeten Materialien entweder an diese Anforderungen angepasst oder aber passend an die Anforderung gefunden werden. Ein geeigneter Messplatz kann bereits bei einfacher Probensymmetrie mit der Methode der Wahl, der van-der-Pauw-Messmethode (siehe Kap. 2.7), mit wenig Aufwand erfolgreich betrieben werden. Weiterhin lässt sich insbesondere für Halbleiter die Größe der Bandlücke bestimmen. Die Kenntnis der Größe der Bandlücke liefert schließlich die eindeutige Charakterisierung des untersuchten Halbleitermaterials. Grundsätzlich lassen sich Isolatoren, Halbleiter und Metalle untersuchen. Allerdings sind Isolatoren wegen ihrer großen Bandlücke und Metalle wegen ihrer linearen elektrischen Leitfähigkeit (vgl. Kap. 7.1) weitgehend uninteressant bzw. bereits eindeutig charakterisiert. Das Augenmerk liegt eindeutig auf den Halbleitern.

2 Theoretische Grundlagen

Der erste Abschnitt dieser Arbeit beschäftigt sich mit den zum Verständnis dieser Arbeit benötigten theoretischen Grundlagen und den erforderlichen physikalischen Modellen. In Kapitel 2.1 wird allgemein auf den elektrischen Strom eingegangen. Kapitel 2.2 beschäftigt sich mit der elektrischen Leitfähigkeit bzw. speziell mit der elektrischen Leitfähigkeit von Metallen. Das darauf folgende Kapitel 2.3 betrachtet das Zustandekommen des spezifischen Widerstandes in Metallen. Zwei theoretische Modelle bzgl. der dünnen Schichten werden in Kapitel 2.4 vorgestellt. Kapitel 2.5 beschäftigt sich mit der Herleitung zur experimentellen Bestimmung des spezifischen Widerstandes. Die nächsten beiden Kapitel beschäftigen sich mit zwei konkreten Messmethoden des elektrischen Widerstandes, der Zwei-Punkt- bzw. der Vier-Punkt-Messmethode. Der in dieser Arbeit verwendeten van-der-Pauw-Messmethode wird im Kapitel 2.8 Platz eingeräumt, diese findet ihre Anwendung speziell in der Ermittlung des spezifischen Widerstandes. Das letzte Kapitel widmet sich dem Hall-Effekt, welcher das Zustandekommen einer Spannung in einem Magnetfeld beschreibt.

2.1 Der elektrische Strom

Ein elektrischer Strom stellt einen Transport elektrischer Ladungen durch ein elektrisch leitendes Medium oder auch Vakuum dar. Die Stromstärke I bezeichnet dabei die Ladungsmenge Q , welche pro Zeiteinheit durch einen zur Stromrichtung senkrechten Querschnitt des Strom führenden Leiters fließt [2]:

$$I = \frac{dQ}{dt}. \quad (2.1)$$

Damit ein elektrischer Strom durch ein leitendes Medium fließen kann, muss die Gleichgewichtsverteilung der Ladungsträger durch ein äußeres elektrisches Feld gestört werden. Das sich daraus ergebende Ohmsche Gesetz lautet allgemein

$$\vec{j} = \underline{\sigma} \vec{E}, \quad (2.2)$$

wobei als Stromdichte \vec{j} der Strom definiert wird, welcher durch eine Querschnittsflächeneinheit senkrecht zu \vec{j} fließt [2]. $\underline{\sigma}$ ist der Tensor zweiter Stufe der elektrischen Leitfähigkeit und \vec{E} die elektrische Feldstärke. Im isotropen Fall, d.h. dass σ vom Tensor in einen Skalar übergeht, lautet das Ohmsche Gesetz

$$\vec{j} = \sigma \vec{E}. \quad (2.3)$$

Die elektrische Spannung U ergibt sich als das Wegintegral der elektrischen Feldstärke \vec{E} und dem Wegelement $d\vec{l}$ zu

$$U_{ab} = \int_a^b \vec{E}(\vec{l}) d\vec{l} = El \quad (2.4)$$

Dabei ist das Integral (2.3) nur vom Anfangs- und Endpunkt abhängig. Der Weg zwischen den Punkten a und b ist beliebig. Mit dem elektrischen Potential $\Phi(\vec{l})$ gilt

$$\vec{E}(\vec{l}) = -\nabla\Phi(\vec{l}) \quad (2.5)$$

und somit ist die elektrische Feldstärke ein Gradientenfeld, was in Gleichung (2.3) zur Wegunabhängigkeit führt. Der elektrische Strom I ergibt sich als das Oberflächenintegral der elektrischen Stromdichte \vec{j} und dem Oberflächenelement $d\vec{A}$ zu

$$I = \int_A \vec{j} d\vec{A} = jA. \quad (2.6)$$

Der Strom lässt sich in Abhängigkeit der elektrischen Leitfähigkeit σ , der elektrischen Spannung U und der Länge des Leiters l mit

$$\frac{I}{A} = \sigma E = \sigma \frac{U}{l} \quad (2.7)$$

ermitteln. Somit hängt der elektrische Widerstand R eines Festkörpers mit der Länge l und dem Querschnitt A mit der elektrischen Leitfähigkeit über

$$\sigma = \frac{l}{RA} \quad (2.8)$$

zusammen. Das Ohmsche Gesetz nimmt die bekannte vereinfachte Form

$$U = RI \quad (2.9)$$

an.

2.2 Die elektrische Leitfähigkeit

Die elektrische Leitfähigkeit ist ein Maß eines Materials den elektrischen Strom zu leiten. Wie in (2.3) gezeigt, stellt sie den Proportionalitätskonstante zwischen der Stromdichte \vec{j} und der elektrischen Feldstärke \vec{E} dar. Die Ladungsträger können Elektronen und Ionen sein, wodurch eine Differenzierung in die ionische und die durch Elektronen bedingte Leitfähigkeit vorgenommen wird. Die ionische Leitfähigkeit, welche von Ionen getragen wird, kann an dieser Stelle außer Acht gelassen werden. Diese Art der Leitung findet ausschließlich in Elektrolyten, bedingt durch eine chemische Zersetzung dieses Elektrolyten

oder ionisierten Gasen, den sogenannten Plasmen statt [2]. Da in dieser Arbeit speziell auf die elektrische Leitfähigkeit von Metallen und Halbleitern eingegangen wird, wird nur die elektrische Leitfähigkeit bedingt durch Elektronen bzw. Defektelektronen betrachtet. Die beweglichen Ladungsträger in Metallen und Halbleitern sind grundsätzlich die Elektronen im Leitungsband und die Löcher im Valenzband [1,3].

Das Ausgangsmodell [1] zur Beschreibung der elektrischen Leitfähigkeit in Metallen gelang Paul Drude bereits um 1900. Die grundlegende Annahme ist, dass sich die Bewegung der Elektronen mit Hilfe der kinetischen Gastheorie beschreiben lässt. Unter der Annahme, dass sich die Elektronen mit einer thermischen Geschwindigkeit \vec{v}_{th} bewegen und ständig mit Atomrümpfen stoßen [1], können diese als freie Teilchen betrachtet werden. Unter dem Einfluss eines äußeren elektrischen Feldes \vec{E} , lässt sich für die Elektronen folgende Bewegungsgleichung aufstellen:

$$m \frac{d\vec{v}}{dt} + \frac{m}{\tau} \vec{v}_D = -e\vec{E}. \quad (2.10)$$

Diese Differentialgleichung erster Ordnung setzt sich aus der Elektronenmasse m , der durch das elektrische Feld verursachten Geschwindigkeit der Elektronen \vec{v} , der Zeit t , der Relaxationszeit τ und der Driftgeschwindigkeit \vec{v}_D zusammen. Dabei berücksichtigt $\frac{m}{\tau} \vec{v}_D$ als Reibungsterm die hemmende Wirkung der Stöße zwischen den Elektronen und den Atomrümpfen. Die Driftgeschwindigkeit $\vec{v}_D = \vec{v} - \vec{v}_{\text{th}}$ entspricht, der zusätzlich zur thermischen Geschwindigkeit erzeugten Geschwindigkeit welche, durch das äußere elektrische Feld bedingt ist. Die Relaxationszeit τ ist die Zeit mit der \vec{v}_D exponentiell dem Gleichgewichtswert $\vec{v}_D = 0$ nach dem Abschalten des elektrischen Feldes zustrebt [1]. Bei Betrachtung des stationären Falls, d.h. $\dot{\vec{v}} = 0$ folgt für die Driftgeschwindigkeit

$$\vec{v}_D = -\frac{e\tau}{m} \vec{E}. \quad (2.11)$$

Für die Stromdichte in Feldrichtung folgt somit

$$\vec{j} = -en\vec{v}_D = ne\mu\vec{E} = \frac{e^2\tau n}{m} \vec{E}. \quad (2.12)$$

mit n als Volumendichte aller freien Elektronen. Außerdem wird die Beweglichkeit der Elektronen mit μ definiert und e stellt die Elementarladung ($e = 1,602 \cdot 10^{-19} \text{As}$) dar. Insofern ergibt sich für die elektrische Leitfähigkeit

$$\sigma = \frac{j}{E} = \frac{e^2 n \tau}{m}. \quad (2.13)$$

Und die Beweglichkeit der Elektronen nimmt die Form

$$\mu = \frac{e\tau}{m} \quad (2.14)$$

an. Der Vollständigkeit halber sei erwähnt, dass diesem Modell zufolge alle freien Elektronen den Strom tragen, was im Gegensatz zu den Aussagen des Pauli-Prinzips steht. Dieses besagt, dass keine Elektronen in einem Atom in allen ihren Quantenzahlen übereinstimmen können. Sind allerdings alle Elektronen eines Atoms an der Leitfähigkeit beteiligt, müssen sie notwendigerweise in ihren Quantenzahlen gleich sein.

2.3 Spezifischer Widerstand bei Metallen

Der spezifische Widerstand bildet den Kehrwert der elektrischen Leitfähigkeit σ

$$\rho = \frac{1}{\sigma}. \quad (2.15)$$

Betrachtet man die Gleichung (2.8) folgt unmittelbar

$$\rho = \frac{RA}{l}. \quad (2.16)$$

D.h., dass der spezifische Widerstand ρ dem elektrischen Widerstand R , multipliziert mit dem Querschnitt eines Leiters A , normiert auf seine Länge l entspricht. Der spezifische Widerstand ist temperaturabhängig $\rho = \rho(T)$ und verläuft, wie Abbildung 2.2 zu erkennen ist, nicht linear bezüglich bestimmter Temperaturintervalle. Für kleine Temperaturen konvergiert er gegen einen konstanten Wert (Abb. 2.2), wohingegen im mittleren und höheren Temperaturbereich ein lineares Verhalten vorliegt.

Ausgehend von einem periodischen Gitterpotential wurde von F. Bloch das Bloch-Theorem [1] aufgestellt, welches besagt, dass sich die Wellenfunktion eines Elektrons in einem periodischen Potential durch die Blochfunktion

$$\Psi_k(\vec{r}) = u_k(\vec{r})e^{i\vec{k}\vec{r}} \quad (2.17)$$

darstellen lässt. Die Gitterperiodizität geht mit $u_k(\vec{r}) = u_k(\vec{r} + \vec{R})$ ein. Valenzelektronen können sich, basierend auf dem Bloch-Theorem ungehindert in einem periodischen Potential ausbreiten bzw. werden diese Blochwellen in einem perfekt periodischen Festkörper nicht gestreut. Demnach sind andere Effekte für das Zustandekommen des spezifischen Widerstandes verantwortlich. Diese Phänomene stellen die Elektronenstreuung dar.

Grundsätzlich sind zwei Phänomene der Elektronenstreuung von Bedeutung. Zum Einen ist das die Streuung an Defekten, wie z.B. Punktdefekten, Fremdatomen oder Versetzungen.

Betrachtet man die Elektronen im Wellenbild, werden diese, ausgehend von der Streutheorie an statischen Streuzentren elastisch gestreut. Es ändert sich zwar die Richtung der Elektronenbewegung, nicht aber der Betrag des Wellenvektors.

Es können nur Elektronen nahe der Fermifläche am Stoßprozess teilnehmen (dies ist der durch die Temperatur aufgeweichte Bereich), da sie keine Energie bei der elastischen Streuung gewinnen und nach dem Streuprozess einen freien Zustand vorfinden müssen. Bezeichnet man mit $\hbar\vec{k}$ und $\hbar\vec{k}'$ den Elektronenimpuls vor bzw. nach dem Stoß, dann gilt:

$$\vec{k} = \vec{k}' + \vec{K}, \quad (2.18)$$

wobei \vec{K} ein beliebiger Wellenvektor ist. Der Impulsübertrag $\hbar\vec{K}$ wird vom Gitter als ganzes aufgenommen. Die Fermifläche ist die Oberfläche der Fermikugel, deren Radius durch die Dichte der Elektronen bestimmt wird. Bei Temperaturen $T > 0$ ist diese Oberfläche aufgeweicht, sodass die Elektronen nicht mehr im inneren der Fermikugel lokalisiert sind.

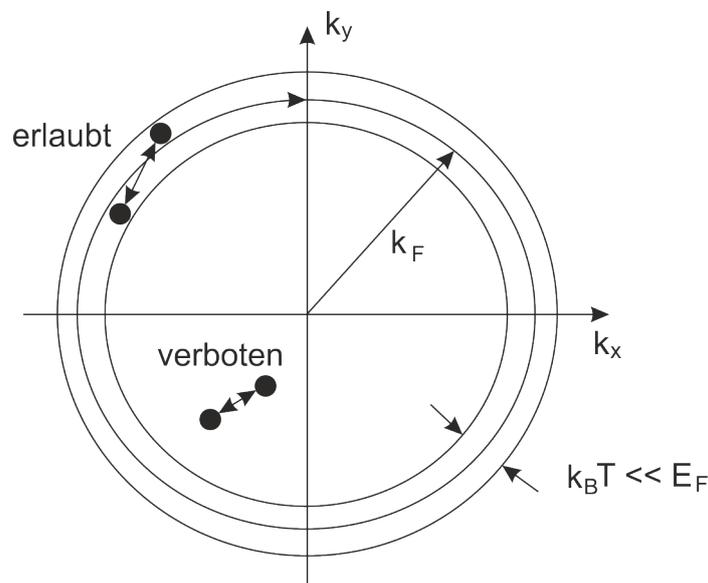


Abbildung 2.1: 2D Fermifläche mit den Elektronen, die am Stoßprozess teilnehmen können. Diese befinden sich ausschließlich im aufgeweichten Bereich. Mit \vec{k}_F dem Fermiwellenvektor, \vec{k}_x und \vec{k}_y den Wellenvektoren in x- bzw. y-Richtung, k_B der Boltzmannkonstante, T der Temperatur und E_F der Fermienergie [1]. Abbildung entnommen aus [11].

Zum Anderen tritt die Streuung an Phononen auf. Phononen sind Schwingungsquanten des elastischen Feldes. Sie besitzen einen Impuls $\hbar\vec{q}$ und die Energie $\hbar\omega_q$. Die Elektron-Phonon-Streuung ist ein inelastischer Prozess. Die Elektronenenergie ändert sich nach der Erzeugung bzw. Vernichtung eines Phonons nicht signifikant, denn es gilt:

$$E_F \gg \hbar\omega_D. \quad (2.19)$$

Hier entspricht E_F der Fermienergie, ω_D der Debyefrequenz und \hbar ist das reduzierte Plancksche Wirkungsquantum. Die Debyefrequenz ist die Maximalfrequenz der Phononen. Folglich gilt nach Gleichung (2.19), dass die Phononenenergie weitaus geringer ist als die Fermienergie. Für die Beträge der Wellenvektoren k gilt in guter Näherung $k \approx k'$ und somit können auch hier nur Elektronen nahe der Fermifläche am Stoßprozess teilnehmen. Für den Wellenvektor gilt der Erhaltungssatz

$$\vec{k} = \vec{k}' \pm \vec{q} + \vec{G}. \quad (2.20)$$

Das Vorzeichen von \vec{q} hängt davon ab, ob eine Phonon erzeugt oder vernichtet wird. \vec{G} stellt einen reziproken Gittervektor dar.

Die Elektron-Elektron-Streuung wird hier außer Acht gelassen, da diese nur bei sehr tiefen Temperaturen zur Geltung kommt. Die Elektron-Elektron-Wechselwirkung ist wesentlicher Bestandteil der Supraleitung und vermittelt eine indirekte Wechselwirkung [5]. Ein Elektron wechselwirkt mit einer Gitterschwingung und ein weiteres Elektron wechselwirkt seinerseits mit dieser Gitterschwingung. Das Pauli-Prinzip wird nicht verletzt. Bei dieser Art der Wechselwirkung verschwindet der spezifische Widerstand gänzlich. Die Ladungsträger sind jeweils ein Paar Elektronen.

Insofern kann der spezifische Widerstand $\rho = \frac{1}{\sigma}$ in die zwei vorher erwähnten Teile aus Elektron-Defekt und Elektron-Phonon Streuung aufgespalten werden.

$$\rho = \frac{m}{ne^2\tau} = \rho_D + \rho_{Ph} = \frac{m}{ne^2\tau_D} + \frac{m}{ne^2\tau_{Ph}(T)} \quad (2.21)$$

Mit der Relaxationszeit τ und entsprechend τ_D bedingt durch die Defektstreuung und $\tau_{Ph}(T)$ bedingt durch Phononenstreuung. Dieser empirische Zusammenhang wird als Matthiesensche Regel [1] bezeichnet. Da sich die Phononenstreuung aufgrund der sich einstellenden Gitterschwingungen für $T \rightarrow 0$ einstellt, bleibt lediglich ein von der Temperatur unabhängiger Restwiderstand, hervorgerufen durch die Defekte.

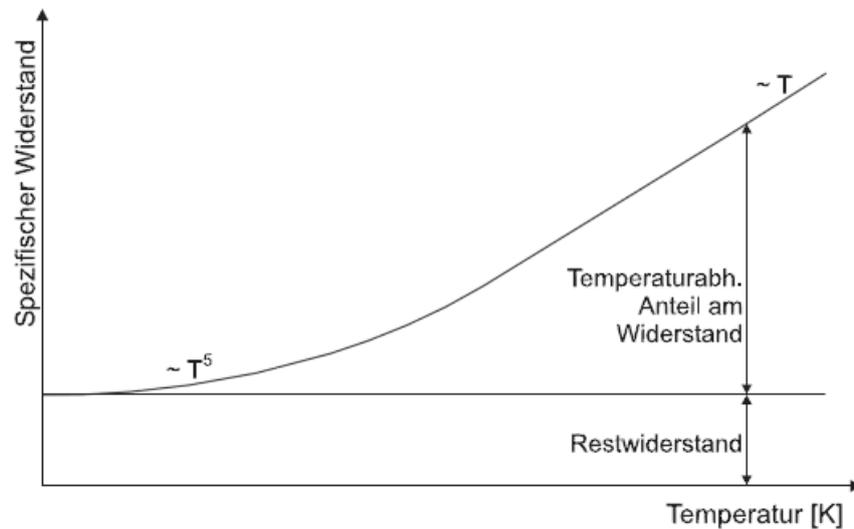


Abbildung 2.2: Abhängigkeit des spezifischen Widerstandes von der Temperatur. Im unteren Temperaturbereich strebt der spezifische Widerstand gegen einen festen Wert, verursacht durch Streuung an Defekten etc.. Mit steigender Temperatur überwiegt die Phononenstreuung. Abbildung entnommen aus [8].

2.4 Theoretische Modelle für dünne Schichten

Dünne Schichten zeichnen sich durch ihre geringe Dicke d zwischen einigen Nanometern bis hin zu hundert Mikrometer aus. Wie auch bei den dicken Schichten unterscheidet sich deren spezifischer Widerstand zum Bulkmaterial und ist keine reine Materialkonstante. Eine Abhängigkeit vom Abscheidungsprozess und Untergrundsubstrat ist in diesem Fall gegeben [7]. Die in dieser Arbeit untersuchten Schichten können als kontinuierlicher Dünnsfilm bezeichnet werden, d.h., dass die Korngrenzen miteinander in Kontakt stehen.

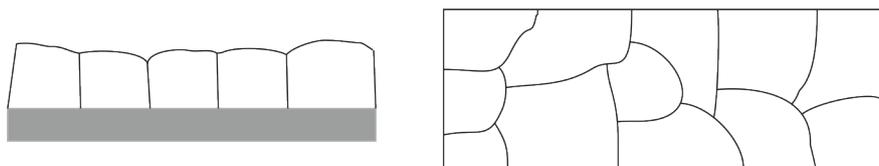


Abbildung 2.3: Darstellung eines kontinuierlichen Dünnsfilms auf einem Substrat links. Die einzelnen Inseln sind zusammen gewachsen. Das rechte Bild bietet eine Ansicht von oben. Abbildung entnommen aus [7].

Die mittlere freie Weglänge der Leitungselektronen liegt in der selben Größenordnung wie die Schichtdicke. Somit findet eine Streuung der Elektronen an der Filmoberfläche statt. Diese teilt sich in die Elastische und inelastische Streuung auf.

Von Fuchs wurde 1938 [9] ein Modell veröffentlicht, welches 1952 von Sondheimer [10] verfeinert wurde. Das sogenannte Fuchs-Sondheimer-Modell beschreibt die Abhängigkeit

des spezifischen Widerstandes eines metallischen Dünnsfilms normiert auf den Widerstand des ausgedehnten Festkörpers [7].

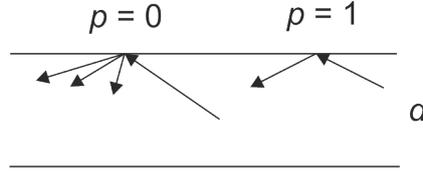


Abbildung 2.4: Inelastische und elastische Streuung an der Filmoberfläche nach dem Fuchs-Sondheimer-Modell. Mit p wird der Oberflächenstreuparameter bezeichnet, dieser gibt die Wahrscheinlichkeit der elastischen Streuung an der Oberfläche an. Für $p = 1$ werden alle Elektronen elastisch gestreut und für $p = 0$ erfolgt eine inelastische Streuung. In Anlehnung an [11].

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3}{2\kappa} \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \right) (1 - \exp(-\kappa t)) dt \right] \quad \text{mit} \quad \kappa = \frac{d}{\lambda}, \quad (2.22)$$

und λ als mittlerer freier Weglänge, d der Schichtdicke und t der Integrationsvariable. Für den Fall, dass nicht ausschließlich inelastische Streuung auftritt, d.h. $0 \leq p \leq 1$ wird Gleichung 2.21 modifiziert.

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3}{2\kappa} (1-p) \int_1^{\infty} \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \right) \frac{1 - \exp(-\kappa t)}{1 - p \exp(-\kappa t)} dt \right]^{-1}. \quad (2.23)$$

Eine analytische Lösung existiert nicht, jedoch kann für die zwei Grenzfälle einer dünnen bzw. einer dicken Schicht, d.h. κ ist sehr klein oder sehr groß, eine numerische Lösung angegeben werden [8,9,10,12].

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \left[1 - \frac{3(1-p)}{8\kappa} \right]^{-1} \quad (\kappa \gg 1) \quad (2.24)$$

$$\frac{\rho}{\rho_0} = \left[\frac{3\kappa}{4} (1+2p) \left(\ln \left(\frac{1}{\kappa} \right) + 0.423 \right) \right]^{-1} \quad (\kappa \ll 1) \quad (2.25)$$

Ein weiteres Modell, welches zusätzlich die Streuung der Elektronen an Korngrenzen berücksichtigt ist das Mayadas-Shatzkes-Modell [13]. Wie im Fuch-Sondheimer-Modell können die Elektronen elastisch und inelastisch gestreut werden. Allerdings tragen beide Streutypen zum Gesamtwiderstand bei.

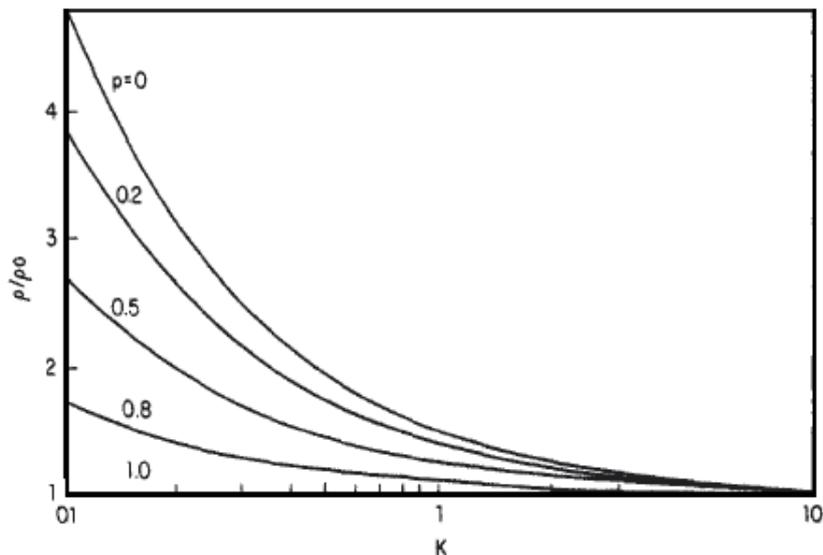


Abbildung 2.5: Abhängigkeit des spezifischen Widerstandes von der Schichtdicke nach dem Fuchs-Sondheimer-Modell. Entnommen aus [12].

Die grundlegende Annahme des Mayadas-Shatzkes-Modells ist, dass der mittlere Korndurchmesser der Filmdicke entspricht und dass die streuenden Korngrenzen senkrecht zur Filmebene liegen (Abbildung 2.6).

Das Modell in seiner einfachsten Form, ohne einen Beitrag der Oberflächenstreuung lautet

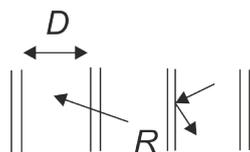


Abbildung 2.6: Streuung an Korngrenzen in Dünnschichten nach dem Mayadas-Shatzkes-Modell. Mit R dem Korngrenzenreflektionskoeffizienten und der Dicke des Kornes D . In Anlehnung an [11].

$$\frac{\rho_{\text{KG}}}{\rho} = \left(3 \left[\frac{1}{3} - \frac{\alpha}{2} + \alpha^2 - \alpha^3 \ln \left(1 + \frac{1}{\alpha} \right) \right] \right)^{-1} \quad \text{mit} \quad \alpha = \frac{\lambda_0}{D} \frac{R}{1-R}, \quad (2.26)$$

wobei λ_0 die mittlere freie Weglänge im Festkörper, R den Reflektionskoeffizienten an der Korngrenze und D den durchschnittlichen Korndurchmesser beschreibt [7,11].

Für den Fall, dass eine Berücksichtigung der Oberflächenstreuung gemäß dem Fuchs-Sondheimer-Modell erfolgt, Nimmt die Widerstandsgleichung die Form

$$\rho_f = \left[\frac{1}{\rho_{\text{KG}}} - \frac{6}{\pi \kappa_0 \rho_0} (1-p) \int_0^{\frac{\pi}{2}} d\Phi \int_1^\infty dt \frac{\cos^2 \Phi}{H^2(t, \Phi)} \left(\frac{1}{t^3} - \frac{1}{t^5} \right) \frac{1 - \exp(-\kappa_0 t H(t, \Phi))}{1 - p \exp(-\kappa_0 t H(t, \Phi))} \right]^{-1}. \quad (2.27)$$

Mit

$$H(t, \Phi) = 1 + \frac{\alpha}{\cos \Phi} \sqrt{\left(1 - \frac{1}{t^2}\right)} \quad \text{mit} \quad \kappa_0 = \frac{d}{\lambda_0}, \quad (2.28)$$

wobei λ_0 die mittlere freie Weglänge innerhalb eines Korns bezeichnet und α entspricht (2.27). Den Integrationsvariablen t und Φ wird keine physikalische Bedeutung zugeschrieben.

2.5 Grundlagen der Berechnung des spezifischen Widerstandes

Gleichung (2.27) lässt sich nicht geschlossen analytisch lösen, (siehe Kapitel 2.4) daher bedarf es einer Methode, die es ermöglicht anhand einer experimentellen Auswertung einer Probe, den spezifischen Widerstand zu bestimmen. Die folgenden zwei Ansätze, jeweils für dicke bzw. dünne Schichten, basieren auf der Ausbreitung des elektrischen Stroms.

Dicke Schichten unterscheiden sich grundsätzlich vom Bulkmaterial und bilden die Zwischenstufe zu den dünnen Schichten. Sie werden dadurch charakterisiert, dass ihre Dicke $d > 100 \mu\text{m}$ beträgt.

Ausgehend von Gleichung (1.6) und dem Zusammenhang $\rho = \frac{1}{\sigma}$, erhält man für den elektrischen Widerstand

$$\frac{1}{\sigma} = \frac{RA}{l} \Rightarrow R = \frac{\rho l}{A} \quad (2.29)$$

wobei A der Oberfläche der Probe und l der Länge der Probe entspricht. Es wird angenommen, dass sich der Strom in einer dicken Schicht, ausgehend von der Kontaktspitze, sphärisch ausbreitet (Abb 2.7) [15,40]. Für den differentiellen Widerstand und das differentielle Potential ergibt sich [13,14]

$$dR = \frac{\rho}{2\pi r^2} dr \Rightarrow -dU = \frac{\rho I}{2\pi} \frac{dr}{r^2}. \quad (2.30)$$

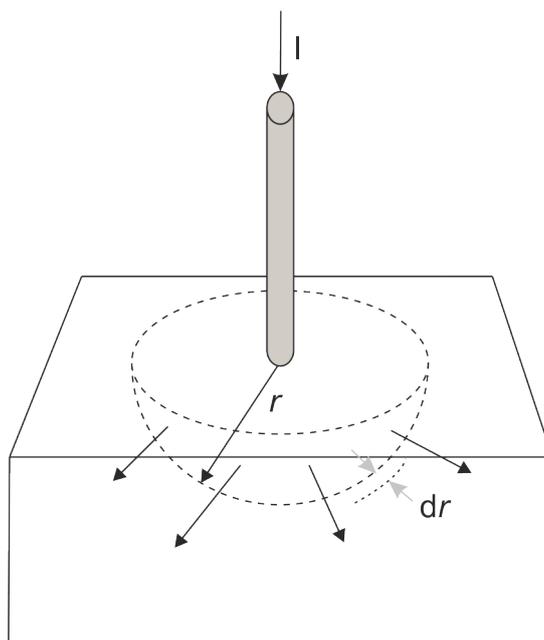


Abbildung 2.7: Stromausbreitung in einer dicken Schicht. I bezeichnet den Strom, dr das Wegelement und r den Radius der sich ausbreitenden Halbkugel. In Anlehnung an [15]

In einer dünnen Schicht ändert sich die Stromausbreitung von der sphärischen Form zu einer zylindrischen Form. Die Oberfläche eines solchen Zylinders beträgt im allgemeinen Fall $A = 2\pi r d$, wobei d die Dicke der Schicht darstellt und r den Radius des Zylinders. Die Berechnung erfolgt Analog zu der Stromausbreitung in einer dicken Schicht [14,40].

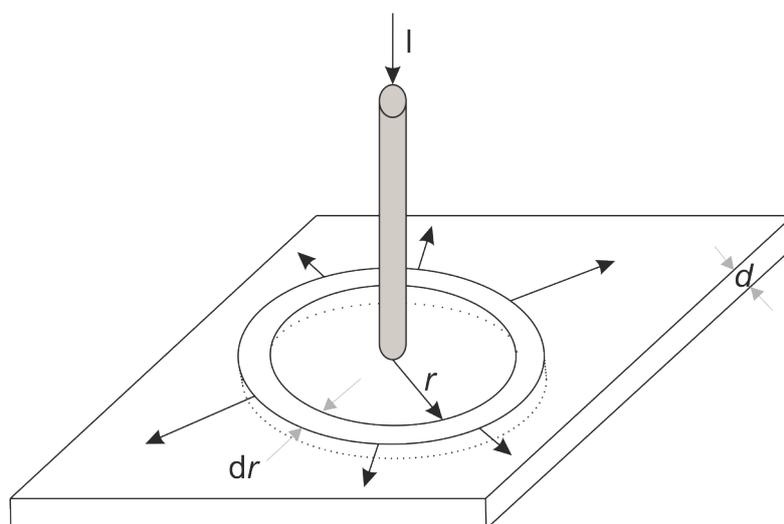


Abbildung 2.8: Zylindrische Ausbreitung des Stroms I in einer dünnen Schicht der Dicke d . In Anlehnung an [15]

Der differentielle Widerstand und das differentielle Potential sind von der Form

$$dR = \frac{\rho dr}{2\pi r d} \Rightarrow -dU = \frac{\rho I}{2\pi d} \frac{dr}{r}. \quad (2.31)$$

Ausgehend von Gleichung 2.30 und Gleichung 2.31 wird in Kapitel 2.6 der spezifische Widerstand konkret am Beispiel der Vier-Punkt-Messmethode hergeleitet. Die erwähnten Gleichungen stellen somit die Basis für die Berechnung des spezifischen Widerstandes in dicken bzw. dünnen Schichten dar.

2.6 Vier-Punkt-Messmethode

Die Vier-Punkt-Messmethode zeichnet sich durch vier Kontaktspitzen aus, die in kollinearer Anordnung auf einer zu untersuchenden Probe aufliegen (vgl. Abb. 2.9). Zwei der vier Kontaktspitzen speisen einen konstanten Strom ein und die zwei anderen messen die dadurch entstehende Potentialdifferenz.

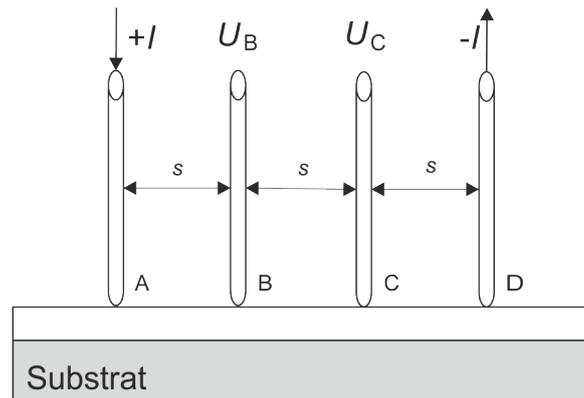


Abbildung 2.9: Kollineare Anordnung von 4 Kontaktspitzen A,B,C und D im Abstand s auf einer Schicht. Die Spitzen A und D speisen den Strom ein. Die Kontaktspitzen B und C messen die Potentialdifferenz. In Anlehnung an [15]

Ausgehend von Gleichung 2.30 ergibt sich die Potentialdifferenz, die die Kontaktspitze A zwischen den Punkten B und C in einer dicken Schicht verursacht zu

$$-\int_s^{2s} \vec{E} d\vec{l} = -U_{BC,A} = \frac{\rho I}{2\pi} \int_s^{2s} \frac{dr}{r^2} = \frac{\rho I}{2\pi} \left(\frac{1}{s} - \frac{1}{2s} \right) = \frac{\rho I}{4\pi s}. \quad (2.32)$$

Analog ergibt sich die Potentialdifferenz, die die Kontaktspitze D zwischen den Punkten B und C mit umgekehrter Stromrichtung verursacht, zu

$$\int_{2s}^s \vec{E} d\vec{l} = U_{BC,D} = -\frac{\rho I}{2\pi} \int_{2s}^s \frac{dr}{r^2} = \frac{\rho I}{2\pi} \left(\frac{1}{2s} - \frac{1}{s} \right) = \frac{\rho I}{4\pi s}. \quad (2.33)$$

Und somit

$$U_{BC} = U_{BC,D} + U_{BC,A} = \frac{\rho I}{2\pi s} \quad (2.34)$$

$$\Rightarrow \rho = 2\pi s R_{BC}. \quad (2.35)$$

Der spezifische Widerstand hängt in diesem Fall von dem Abstand der Kontaktspitzen s des Messkopfes ab. Ein analoges vorgehen zur Bestimmung des spezifischen Widerstandes dünner Schichten liefert, ausgehend von Gleichung 2.31, den Ausdruck [14,15]

$$U_{BC,A} = \int_s^{2s} \vec{E} d\vec{l} = \frac{\rho I}{2\pi d} \int_s^{2s} \frac{dr}{r} = \frac{\rho I}{2\pi d} \ln \left(\frac{2s}{s} \right) = \frac{\rho I}{2\pi d} \ln 2. \quad (2.36)$$

Ebenso für die verursachte Potentialdifferenz hervorgerufen durch die Stromspitze D , zwischen den Punkten B und C .

$$U_{BC,D} = -\int_{2s}^s \vec{E} d\vec{l} = \frac{\rho I}{2\pi d} \int_{2s}^s \frac{dr}{r} = \frac{\rho I}{2\pi d} \ln \left(\frac{s}{2s} \right) = \frac{\rho I}{2\pi d} \ln \left(\frac{1}{2} \right). \quad (2.37)$$

Eine Überlagerung der beiden Potentiale führt auf den Ausdruck

$$U_{BC} = U_{BC,A} + U_{BC,D} = \frac{\rho I \ln 2}{\pi d}. \quad (2.38)$$

Der spezifische Widerstand nimmt die Form

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \frac{U_{BC}}{I} = \frac{\pi d R_{BC}}{\ln 2} \quad (2.39)$$

an. Dieses Ergebnis ist identisch mit im weiteren Teil dieser Arbeit vorgestellten Ergebnis der van-der-Pauw-Messmethode (Gleichung 2.6). Weiterhin ist es unabhängig vom Kontaktspitzenabstand s .

Die bisher berechneten Formeln zur spezifischen Widerstandsbestimmung (Gl. 2.35 und Gl. 2.39) bedürfen der Kenntnis des elektrischen Widerstandes der zu untersuchenden Probe. Der folgende Abschnitt beschäftigt sich mit der experimentellen Zugänglichkeit dieser Größe. Der entscheidende Vorteil dieser Messmethode liegt darin, dass die Widerstände der Zuleitungen $R_{L1} - R_{L4}$ (vgl. Abb. 2.10) vernachlässigt werden können. Dies zeigt sich wie folgt unter Anwendung der Kirchhoff'schen Regeln.

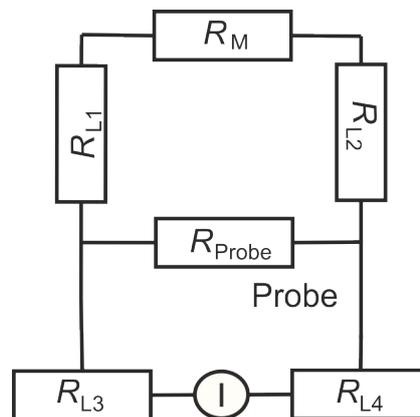


Abbildung 2.10: Ersatzschaltbild einer 4-Punkt-Messung mit den Leitungswiderständen $R_{L1} - R_{L4}$, dem Innenwiderstand des Spannungsmessers R_M und dem Probenwiderstand R_{Probe} . Abb. entnommen aus [16].

Es gilt

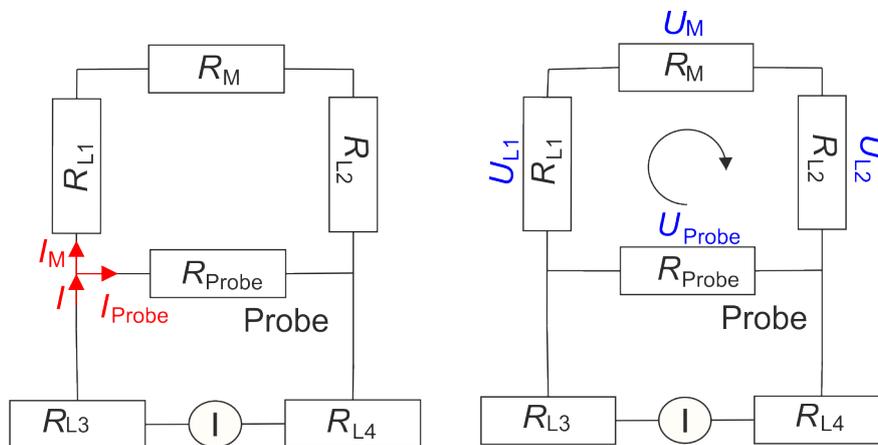


Abbildung 2.11: Ersatzschaltbild einer 4-Punkt-Messung mit den eingezeichneten Strömen zur Anwendung der Kirchhoff'schen Knotenregel links bzw. der Maschenregel rechts. Mit den Leitungswiderständen $R_{L1} - R_{L4}$, dem Innenwiderstand des Spannungsmessers R_M und dem Probenwiderstand R_{Probe} . Die Konstantstromquelle bzw. der durch diese bereitgestellte Strom wird mit I bezeichnet. I setzt sich additiv aus I_M und I_{Probe} zusammen. Abb. entnommen aus [16].

$$U_{\text{Probe}} = I_{\text{Probe}} R_{\text{Probe}} = (I - I_{\text{M}}) R_{\text{Probe}}, \quad (2.40)$$

wobei U_{Probe} und R_{Probe} die Spannung an der Probe bzw. der Probenwiderstand sind. Der Gesamtstrom I setzt sich additiv aus den Teilströmen an der Probe I_{Probe} und dem Strom am Spannungsmesser I_{M} zusammen.

Die Anwendung der Kirchhoff'schen Maschenregel führt auf die zweite Gleichung.

$$U_{\text{Probe}} = U_{\text{L1}} + U_{\text{M}} + U_{\text{L2}} \quad (2.41)$$

$$U_{\text{Probe}} = I_{\text{M}}(R_{\text{L1}} + R_{\text{M}} + R_{\text{L2}}) \quad (2.42)$$

Die Spannung an der Probe setzt sich additiv aus den Einzelspannungen der ersten Zuleitung U_{L1} , der zweiten Zuleitung U_{L2} und der Spannung U_{M} am Voltmeter zusammen. Die Spannung kann mit Hilfe der Stromstärke I_{M} , der Zuleitungswiderstände R_{L1} und R_{L2} und des Widerstandes des Spannungsmessers R_{M} ausgedrückt werden. Aus den Gleichungen (1.27) und (1.29) folgt schließlich für die gemessene Spannung der Zusammenhang

$$U_{\text{M}} = IR_{\text{Probe}} \left(\frac{R_{\text{M}}}{R_{\text{L1}} + R_{\text{L2}} + R_{\text{M}} + R_{\text{Probe}}} \right). \quad (2.43)$$

Um abschätzen zu können welchen Einfluss bzw. welchen Anteil alle anderen Widerstände außer dem Widerstand der Probe bei dieser Art der Messung haben, bedient man sich eines mathematischen Tricks [16]. Der gesamte Teilausdruck

$$\frac{R_{\text{M}}}{R_{\text{L1}} + R_{\text{L2}} + R_{\text{M}} + R_{\text{Probe}}} \quad (2.44)$$

wird dem Ausdruck $(1 - \alpha)$ gleichgesetzt.

$$(1 - \alpha) = \frac{R_{\text{M}}}{R_{\text{L1}} + R_{\text{L2}} + R_{\text{M}} + R_{\text{Probe}}} \Rightarrow U_{\text{M}} = IR_{\text{Probe}}(1 - \alpha) \quad (2.45)$$

Für α ergibt sich

$$\alpha = \frac{R_{\text{L1}} + R_{\text{L2}} + R_{\text{Probe}}}{R_{\text{L1}} + R_{\text{L2}} + R_{\text{Probe}} + R_{\text{M}}} \ll 1 \quad (2.46)$$

und es wird ersichtlich, dass bei Verwendung dieser Messmethode sämtliche Zuleitungs- und Kontaktwiderstände vernachlässigbar klein in Relation zum gesuchten zu messenden Widerstand sind. Die Erklärung dafür findet sich im Eigenwiderstand R_M des Spannungsmessgerätes. Dieser Eigenwiderstand liegt üblicherweise im Megaohmbereich. Notwendigerweise hat α einen sehr geringen Einfluss auf das Endergebnis. Hierin liegt der große Vorteil der Vier-Punkt-Messmethode. Eine Messung des elektrischen Widerstands einer zu untersuchenden Probe vereinfacht sich enorm und lautet folglich in sehr guter Näherung

$$R_{\text{Probe}} = \frac{U_M}{I}. \quad (2.47)$$

Dieses Kapitel ist an [16] angelehnt.

2.7 Van-der-Pauw-Messmethode

Eine weitere Methode zur Bestimmung des spezifischen Widerstands ist die von L.J. van der Pauw erdachte van-der-Pauw-Messmethode [17]. Der große Vorteil dieser Messmethode ist die Unabhängigkeit von der Kontakt- und Probengeometrie. Da eine numerische Bestimmung bei unbekannter bzw. unsymmetrischer Probengeometrie meistens nicht möglich ist, bietet dieses Verfahren im Vergleich zu der Vier-Punkt-Messmethode einen Vorteil.

Für die Herleitung betrachtet man einen halbbunendlich ausgedehnten Körper [17]. Anschließend wird an einem Punkt P ein Strom $2I$ zugeführt. Nun wird vorausgesetzt, dass sich dieser über eine Messspitze zugeführte Strom radial in der Ebene ausbreitet. Folglich gilt für die Stromdichte j in einem Abstand r vom Punkt P mit

$$j = \frac{I}{A} \frac{2I}{2\pi r d}. \quad (2.48)$$

Ebenso ergibt sich der Wert der Feldstärke im Abstand r vom Punkt P zu

$$E = \rho j = \frac{\rho I}{\pi r d}. \quad (2.49)$$

Allgemein gilt für die Spannung bzw. den Potentialunterschied zwischen zwei Punkten A und B [2]

$$U_{AB} = \int_A^B \vec{E} d\vec{l} = \int_A^C \vec{E} d\vec{l} + \int_C^B \vec{E} d\vec{l} \quad (2.50)$$

Diese Aufspaltung des Integrals ist notwendig, da unser Bezugspunkt der Punkt ist, an dem Der Strom eingespeist wird. Im Fall der Gl. 2.50 ist das der Punkt C. Somit ergibt sich die Potentialdifferenz zwischen den Punkten A und B als Überlagerung der Potentialdifferenzen zwischen A und dem Bezugspunkt C, sowie B und dem Bezugspunkt C. Es sind vier Fälle zu betrachten, die notwendig sind um den spezifischen Widerstand bestimmen zu können. Grundsätzlich wird, wie bei den anderen Messmethoden, der Potentialunterschied bedingt durch einen Strom an einem bestimmten Punkt der Probe untersucht bzw. ermittelt.

1. Fall

Bedingt durch den mit der Kontaktspitze A zugeführten Strom, stellt sich zwischen den Punkten C und D ein Potentialunterschied ein (Abb. 1.9 a))

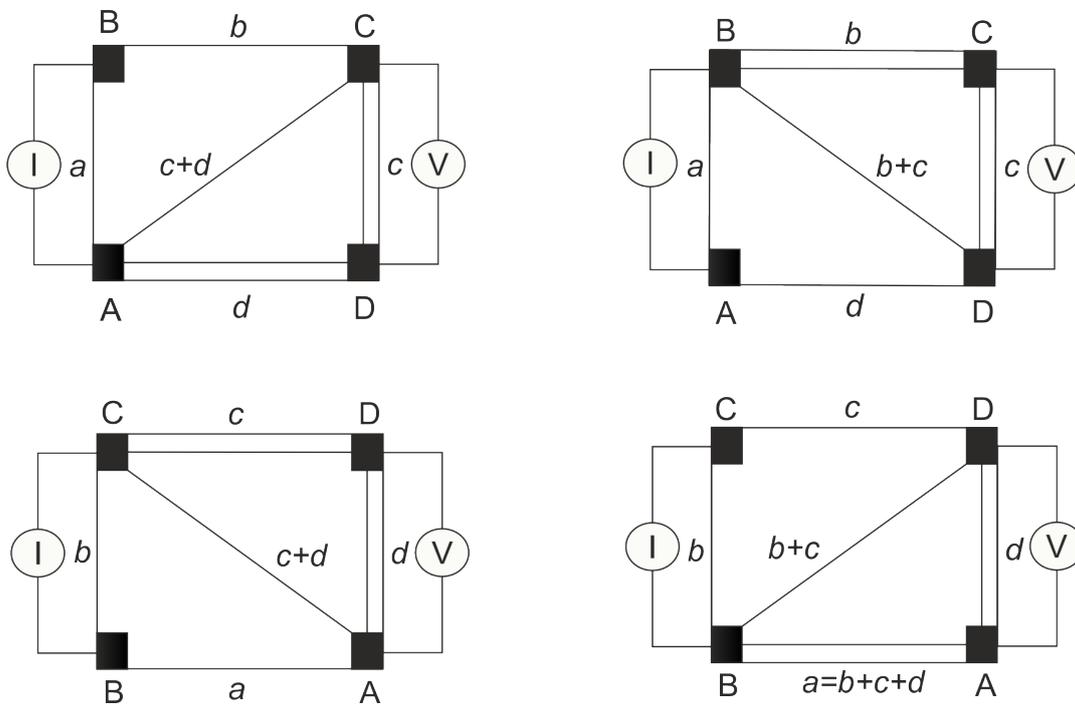


Abbildung 2.12: Darstellung der vier Fälle zur Bestimmung der einzelnen Potentialdifferenzen. Die Kontakte sind mit A,B,C und D bezeichnet. Die Wege zwischen den Kontakten werden durch a,b,c und d ausgedrückt. Deren Summen stellen auch Wege dar. Die Konstantstromquelle ist durch das I symbolisiert und das Voltmeter durch das V. Die Fälle stehen im Verhältnis 1 zu a), 2 zu b), 3 zu c) und 4 zu d) zueinander. In Anlehnung an [17].

$$U_{CD,A} = \frac{\rho I}{\pi d} \int_d^{c+d} \frac{dr}{r} = \frac{\rho I}{\pi d} \ln \left(\frac{c+d}{d} \right). \quad (2.51)$$

2. Fall

Bedingt durch den mit der Kontaktspitze B zugeführten Strom, stellt sich zwischen den Punkten C und D (Abb. 1.9 b)) der Potentialunterschied

$$U_{CD,B} = \frac{\rho I}{\pi d} \int_b^{b+c} \frac{dr}{r} = \frac{\rho I}{\pi d} \ln \left(\frac{b+c}{b} \right) \quad (2.52)$$

ein. Die Anwendung des Superpositionsprinzips führt insgesamt auf

$$U_{CD,AB} = \frac{\rho I}{\pi d} \ln \left(\frac{(b+c) \cdot (c+d)}{b \cdot d} \right). \quad (2.53)$$

Eine Drehung der Probe gegen den Uhrzeigersinn liefert weitere zwei Gleichungen für die Potentialdifferenz.

3.Fall

Bedingt durch den mit der Kontaktspitze B zugeführten Strom, stellt sich zwischen den Punkten A und D (Abb. 1.9 c)) ein Potentialunterschied

$$U_{DA,B} = \frac{\rho I}{\pi d} \int_{b+c+d}^{b+c} \frac{dr}{r} = \frac{\rho I}{\pi d} \ln \left(\frac{b+c}{b+c+d} \right) \quad (2.54)$$

ein.

4.Fall

Bedingt durch den mit der Kontaktspitze C zugeführten Strom, stellt sich zwischen den Punkten A und D (Abb. 1.9 d)) ein Potentialunterschied

$$U_{DA,C} = \frac{\rho I}{\pi d} \int_c^{c+d} \frac{dr}{r} = \frac{\rho I}{\pi d} \ln \left(\frac{c+d}{c} \right) \quad (2.55)$$

ein.

Eine weitere Anwendung des Superpositionsprinzips führt auf die zweite notwendige Gleichung

$$U_{DA,BC} = \frac{\rho I}{\pi d} \ln \left(\frac{(b+c) \cdot (c+d)}{(b+c+d) \cdot c} \right). \quad (2.56)$$

Eine Umformung der beiden Gleichungen (1.30) und (1.33) führt zu

$$\exp\left(\frac{\pi d}{\rho} R_{CD,AB}\right) = \frac{b \cdot d}{(b+c) \cdot (c+d)} \quad \text{und} \quad (2.57)$$

$$\exp\left(\frac{\pi d}{\rho} R_{DA,BC}\right) = \frac{(b+c+d) \cdot c}{(b+c) \cdot (c+d)} \quad (2.58)$$

Addition der beiden Gleichungen führt schließlich auf die einfache Identität

$$1 = \exp\left(\frac{\pi d}{\rho} R_{CD,AB}\right) + \exp\left(\frac{\pi d}{\rho} R_{DA,BC}\right). \quad (2.59)$$

Aus Symmetriegründen muss gelten, dass

$$R_{CD,AB} = R_{DA,BC}, \quad (2.60)$$

man findet:

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} R_{CD,AB} \quad (2.61)$$

Daraus zeigt sich, dass im Grunde nur eine einzige Messung erforderlich ist um den spezifischen Widerstand einer Probe bestimmen zu können. Im allgemeinen Fall, d.h. wenn keine symmetrische Probe vorliegt ist ein Korrekturfaktor f zu berücksichtigen [17].

$$\rho = \frac{\pi d}{\ln 2} \frac{R_{CD,AB} + R_{DA,BC}}{2} f \quad (2.62)$$

Der Korrekturfaktor f lässt sich iterativ bestimmen durch den folgenden Plot der Gleichung:

$$\cosh \left[\frac{\frac{R_{CD,AB}}{R_{DA,BC}} - 1}{\frac{R_{CD,AB}}{R_{DA,BC}} + 1} \right] \frac{\ln 2}{f} = \frac{\exp\left(\frac{\ln 2}{f}\right)}{2} \quad (2.63)$$

Dieser Korrekturfaktor ist von den beiden Widerständen abhängig, bzw. vom Quotienten $\frac{R_{CD,AB}}{R_{DA,BC}}$.

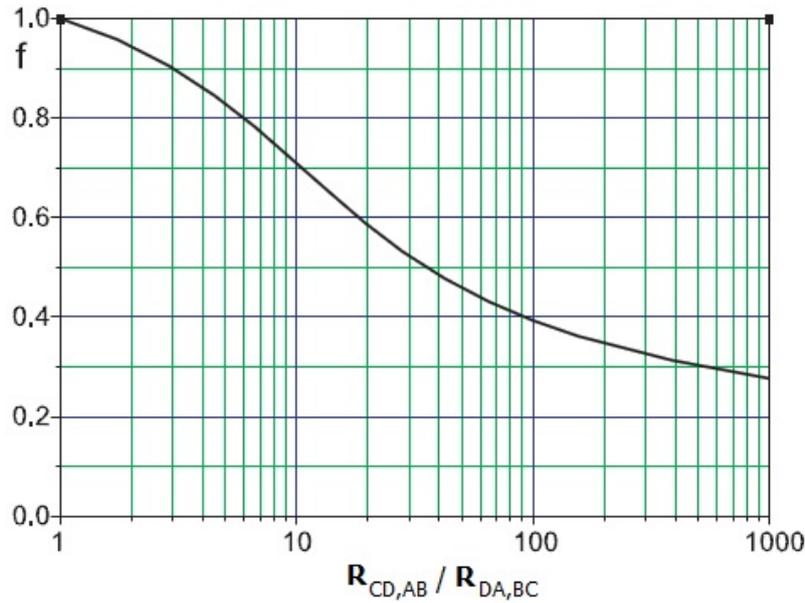


Abbildung 2.13: Abhängigkeit des Korrekturfaktors f [30] von $\frac{R_{CD,AB}}{R_{DA,BC}}$. Abb. entnommen aus [30]

2.8 Der Halleffekt

Der Hall-Effekt beschreibt ein physikalisches Phänomen, bei dem durch ein Magnetfeld eine sogenannte Hall-Spannung induziert wird.

Die Lorentzkraft, welche eine bewegte Ladung in einem Magnetfeld erfährt, führt zu einer Ablenkung der Ladungsträger senkrecht zum Magnetfeld und zur Stromrichtung. Durch diese Ablenkung wird eine Ladungstrennung hervorgerufen, die ihrerseits ein elektrisches Feld \vec{E}_H erzeugt. Die Ladungstrennung dauert so lange an, bis sich eine der Lorentzkraft $\vec{F}_L = nq(\vec{v}_D \times \vec{B})$ entgegengesetzt gleichgroße Kraft, $\vec{F}_C = nq\vec{E}_H$, einstellt. Mit n gekennzeichnet ist die Anzahl der Ladungsträger, q deren Ladung, \vec{v}_D die Driftgeschwindigkeit und mit \vec{B} die magnetische Flußdichte. Dieses elektrische Feld bewirkt in einem Leiter mit rechteckigem Querschnitt $A = b \cdot d$ die Hall-Spannung [2]

$$U_H = \int \vec{E}_H d\vec{s} = bE_H. \quad (2.64)$$

Wegen $\vec{F}_L = \vec{F}_C$ und den Elektronen als Ladungsträgern gilt für die Hall-Spannung [2]

$$U_H = \frac{IB}{ned}. \quad (2.65)$$

Hierbei beschreibt I die Stromstärke, B die magnetische Flußdichte, n die Anzahl der Elektronen pro Volumen, e die Ladung der Elektronen und d die Dicke des Leiters.

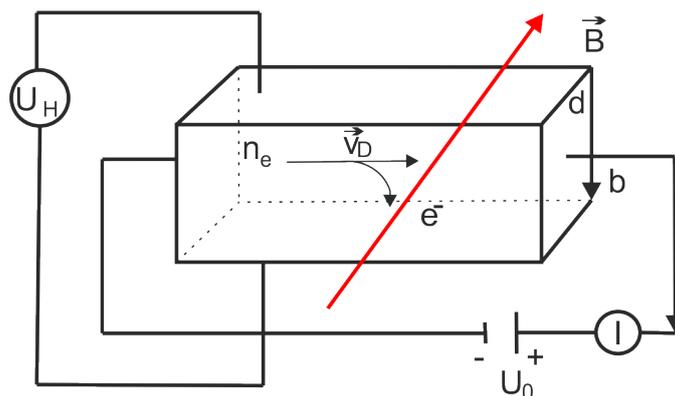


Abbildung 2.14: Darstellung der durch den Strom I und dem senkrecht dazu verlaufenden Magnetfeld der magnetischen Flußdichte \vec{B} induzierten Hallspannung U_H . Die Abmessungen des Leiters sind durch seine Dicke d und seine Breite b charakterisiert. Die Richtung der Hallspannung ist durch e^- angedeutet. Die Driftgeschwindigkeit wird mit $v - D$ und die Anzahl der Elektronen mit n_e bezeichnet. Abb. entnommen aus [2].

3 Materialsystem

Dieses Kapitel besteht aus einer Auflistung der zur Verwendung kommenden Materialien. Das erste Unterkapitel widmet sich dem Metall Molybdän und seinen physikalischen Eigenschaften. Kapitel 3.2 beschäftigt sich mit dem zur Verwendung kommenden Trägermaterial Magnesiumoxid. Da das Eisenoxid Magnetit (Fe_3O_4) Hauptbestandteil der Untersuchungen dieser Arbeit ist, wird diesem in Kapitel 3.3 Platz eingeräumt. Kapitel 3.4 hat schließlich das Halbleitermaterial Germanium zum Inhalt.

3.1 Molybdän

Molybdän ist ein Übergangsmetall mit der Ordnungszahl 42. In erster Linie findet es Verwendung in Metallegierungen zur Steigerung der Festigkeit [1]. Es besitzt eine kubisch innenzentrierte Kristallstruktur (vgl. Abb. 3.1) mit einer Gitterkonstante $a_{\text{Mo}} = 3.15 \text{ \AA}$. Seine elektrische Leitfähigkeit von $18.6 \frac{\text{MA}}{\text{Vm}}$ bei Raumtemperatur ist mehr als drei mal kleiner als die des Kupfers [23].

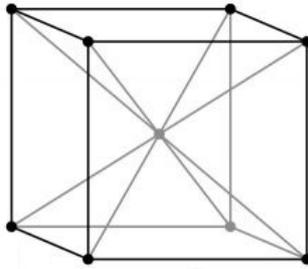


Abbildung 3.1: Kubisch innenzentriertes Gitter (bcc). Abbildung entnommen aus [29].

3.2 Magnetit - Fe_3O_4

Magnetit ist ein Eisenerz und insbesondere wegen seines hohen Eisenanteils von entscheidender Bedeutung für die Stahlproduktion. Charakteristisches Erkennungsmerkmal neben seiner inversen Spinellstruktur bei Raumtemperatur, ist seine Gitterkonstante der kubischen Einheitszelle $a = b = c = 8.396 \text{ \AA}$ [22,23]. Die Einheitszelle beinhaltet 24 Eisen- und 32 Sauerstoffatome. Auf den A-Plätzen der Spinellstruktur sitzen 8 Eisenatome in Fe^{3+} -Konfiguration. Weitere 8 Fe^{3+} und 8 Fe^{2+} sitzen auf den B-Plätzen. Ein Tetraeder aus Sauerstoffatomen umgibt die Eisenatome auf den A-Plätzen. Die Eisenatome auf den B-Plätzen werden stattdessen von Tetraedern aus Sauerstoffatomen umgeben. Weiterhin ist der Verwey-Übergang charakteristisch für Magnetit. Dieser Übergang liegt bei ca. 120 K und stellt gleichzeitig einen Phasenübergang dar, die Verwey-Transition [21]. Dabei ändert sich die Kristallstruktur und Eigenschaften der spezifischen Wärme sowie des spezifischen Widerstandes.

Magnetit stellt bei Raumtemperatur einen mäßigen Leiter dar. Während, wie in Kapitel 7.4 ersichtlich wird, ist die Temperaturabhängigkeit des Widerstandes im Bereich der Raumtemperatur bis zu 150 K recht gering. Der zugrunde liegende Mechanismus der Verwey-Transition ist bisweilen umstritten. In jedem Fall muss die elektrische Leitfähigkeit in Zusammenhang mit der gemischten Valenz $\text{Fe}^{2+} - \text{Fe}^{3+}$ auf den B-Plätzen erklärt werden. An der Bindung mit dem Sauerstoff sind die 4s Elektronen und bei Fe^{3+} auch noch ein spin-down 3d Elektron beteiligt. Tiefer liegende, abgeschlossenen Schalen spielen für die Betrachtung keine Rolle [24].

Die verwendeten Proben des Magnetits befinden sich auf dem Substrat Magnesiumoxid. Es kristallisiert in der Natriumchlorid-Struktur, bestehend aus Mg^{2+} Magnesiumionen und O^{2-} -Sauerstoffionen. Die Gitterkonstante $a_{\text{MgO}} = 4.21 \text{ \AA}$. Die Gitterkonstante von Magnetit ermöglicht mit einer Gitterfehlانpassung von ca. 0,3% zur Volumeneinheitszelle des MgO ein kristallines Aufwachsen von Magnetit auf Magnesiumoxid [28]

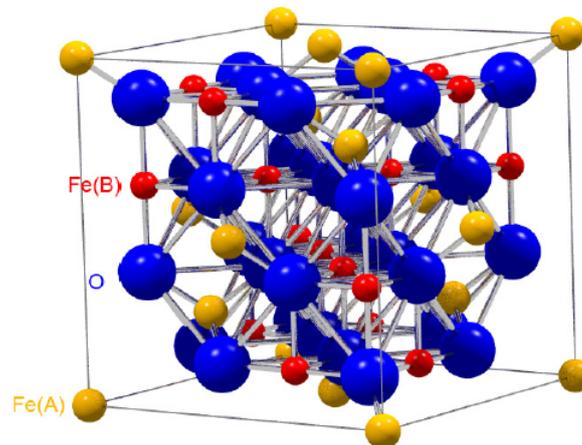


Abbildung 3.2: Einheitszelle von Magnetit (Fe_3O_4). Es befinden sich 24 Eisen- und 32 Sauerstoffatome in der Einheitszelle. Durch Fe(A) gekennzeichnete gelbe Atome, stellen Eckplatzeisenatome in der Konfiguration Fe^{3+} dar. Weitere 8 Fe^{3+} und 8 Fe^{2+} sitzen auf den durch Fe(B) gekennzeichneten roten Plätzen. Abb. entnommen aus [18].

3.3 Germanium

Die in Kapitel 7.5 durchgeführten Messungen werden mit Germaniumproben durchgeführt. Germanium welches die Ordnungszahl 32 besitzt und in der Diamantstruktur kristallisiert wird auch als Halbleiter bezeichnet. Die Gitterkonstante hat einen Wert von $a_{\text{Ge}} = 5.65 \text{ \AA}$. Bevor Silizium seine große Anwendung in der Elektronik fand, war Germanium das führende Material zur Herstellung von elektronischen Bauteilen.

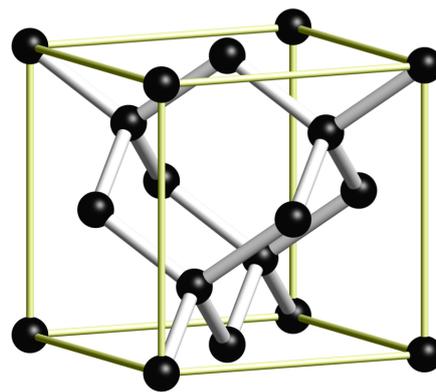


Abbildung 3.3: Kristallstruktur von Germanium. Germanium kristallisiert in der Diamantstruktur. Abb. entnommen aus [27].

4 Messaufbau

Der Messplatz besteht aus verschiedenen elektrischen Messgeräten, einem Computer, einem Elektromagneten, welcher ein Kryogefäß umgibt in dem sich der Probenhalter befindet. Ein Heizungsregler vom Typ CAL3300 sorgt für die Temperaturregelung. Eine Schaltmatrix sorgt für die Einnahme der notwendigen Messposition.

Zur Kühlung der Probe wird flüssiger Stickstoff verwendet und zusätzlich sorgt eine Vakuumpumpe dafür, dass in der Messumgebung ein hinreichend kleiner Druck herrscht. Ein zu hoher Wasseranteil in der Luft lässt ansonsten das Wasser gefrieren und sorgt für einen Kurschluss der vier Kontakte auf der Probe. Außerdem setzt der niedrige Druck den Wärmeaustausch des flüssigen Stickstoffs mit der Umgebung auf ein mit diesem Aufbau mögliches Minimum herab.

Ein Keithley 2450 Sourcemeter sorgt für die notwendige Konstantstromzufuhr. Ein Keithley 2000 wird für den zu messenden Spannungsabfall an der zu untersuchenden Probe verwendet. Ein zweites Keithley 2000 wird parallel zum CAL3300 zur Ermittlung der Temperatur eingesetzt. Der Magnet kann auf einer Skala von 0 - 1 A gesteuert werden und verfügt zusätzlich über eine Wasserkühlung.

Die Ansteuerung der Geräte erfolgt über RS232 und USB.

Folgende Geräte werden über RS232 angesteuert:

1. Keithley 2000 zur Spannungsmessung
2. Keithley 2000 zur Temperaturmessung
3. Heizungsregler CAL3300

Folgende Geräte werden über USB angesteuert:

1. Keithley 2450 Sourcemeter
2. Schaltmatrix

4.1 Die Schaltmatrix

Die Schaltmatrix nimmt eine besondere Bedeutung in der Durchführung des Messablaufs ein. Bei der Bestimmung des elektrischen bzw. des spezifischen Widerstands werden acht Messpositionen durchgemessen. Die Schaltmatrix sorgt für die Einnahme dieser Positionen. Die Bestimmung des elektrischen Widerstandes erfolgt durch die Messung der Spannungen. Abhängig von der Anzahl der Spannungsmessungen pro Stellung ergibt

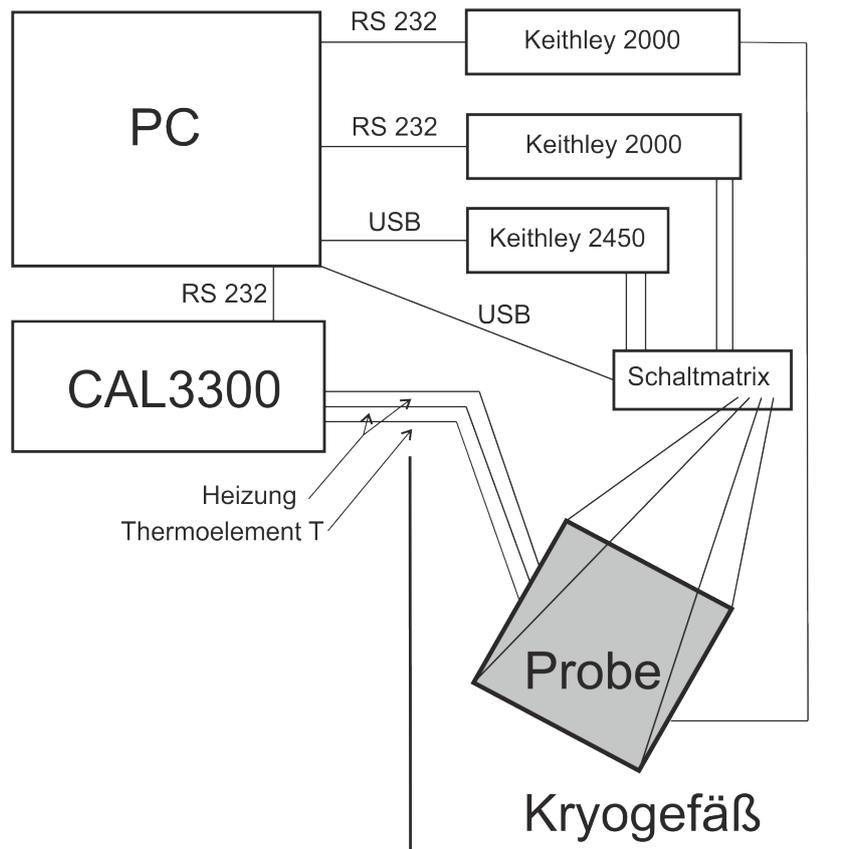


Abbildung 4.1: Schematischer Aufbau des Messplatzes. Die Probe befindet sich am Ende eines Stabs, welcher sich im Kryogefäß befindet. Die Probe wird durch vier Zuleitungen mit der Schaltmatrix verbunden. Zwei dieser Zuleitungen speisen einen konstanten Strom ein, zwei weiter messen die Potentialdifferenz. Weitere drei Zuleitungen führen zum CAL3300 Heizungsregler. Die Heizung erfolgt mittels zweier dieser Zuleitungen. Die dritte Zuleitung ist ein Thermoelement vom Typ T.

sich der elektrische Widerstand durch die Bildung eines Mittelwertes der gemessenen Spannungen zu

$$\bar{R} = \frac{1}{8I} \left[\left| \left(\frac{1}{n} \sum_{j=1}^n U_{1j} \right) \right| + \left| \left(\frac{1}{n} \sum_{j=1}^n U_{2j} \right) \right| + \left| \left(\frac{1}{n} \sum_{j=1}^n U_{3j} \right) \right| + \dots + \left| \left(\frac{1}{n} \sum_{j=1}^n U_{8j} \right) \right| \right] \quad (4.1)$$

$$\bar{R} = \frac{1}{8nI} \left[\sum_{i=1}^8 \left| \left(\sum_{j=1}^n U_{ij} \right) \right| \right]. \quad (4.2)$$

Mit n der Anzahl der Messungen pro Stellung, I dem konstanten Strom, bereitgestellt vom Keithley 2450 Sourcemeter, $U_{ij} : i = [1; 8]$ der gemessenen Spannung der Positionen 1-8. Der Betrag stellt sicher, dass bei der Umkehr der Stromrichtung dennoch der positive

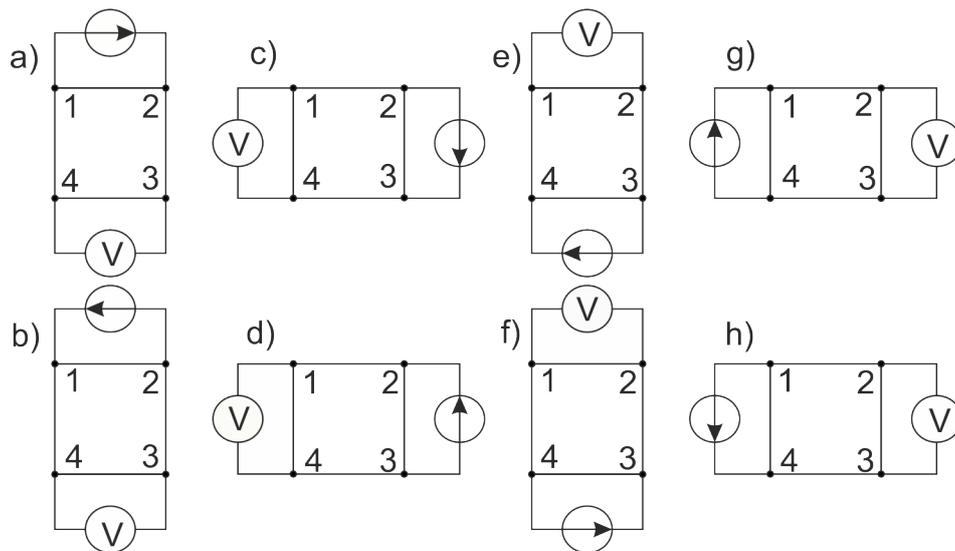


Abbildung 4.2: Darstellung der acht Messstellungen, die im Falle einer spezifischen Widerstandsbestimmung von der Schaltmatrix in der Reihenfolge a) - h) eingenommen werden. Es erfolgt eine Umkehr der Stromrichtung von a) nach b), c) nach d), e) nach f) und g) nach h). Anschließend erfolgt eine Rotation der Stromeinspeisungskontakte bzw. der Spannungsmesskontakte im Uhrzeigersinn ausgehend von Stellung b) nach c), d) nach e) und f) nach g). Mit V gekennzeichnet ist das Spannungsmessgerät. Der Pfeil deutet die Konstantstromeinspeisung mit einer Angabe der Stromrichtung an. Abb. entnommen aus [25].

Spannungswert aufsummiert wird. Der spezifische Widerstand errechnet sich demnach zu [25]

$$\rho = \frac{\pi d \bar{R}}{\ln 2}, \quad (4.3)$$

wobei d die Dicke der Probe bezeichnet.

Im Fall einer Hallmessung erfolgt analog eine Bestimmung des gemittelten Widerstandes. Der Unterschied liegt in der Messung der Spannung. Diese erfolgt gekreuzt, was die Abb. 4.3 verdeutlicht. Da der Magnet im Versuchsaufbau keine Möglichkeit der Umkehr der Stromrichtung bietet, entfällt auch die Möglichkeit des Vorzeichenwechsels des Magnetfeldes \vec{B} . Diese Tatsache schränkt die Berechnung des gemittelten Widerstandes auf die Grundlage von vier Stellungen ein. Es ergibt sich

$$\bar{R}_H = \frac{1}{4nI} \left[\sum_{i=1}^4 \left| \left(\sum_{j=1}^n U_{Hij} \right) \right| \right], \quad (4.4)$$

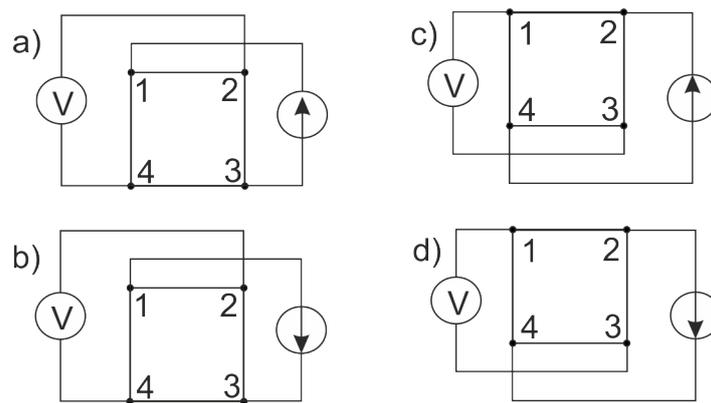


Abbildung 4.3: Darstellung der vier Messstellungen, die im Falle einer Hallmessung von der Schaltmatrix in der Reihenfolge a) - d) eingenommen werden. Es erfolgt eine Umkehr der Stromrichtung von a) nach b) und c) nach d). Anschließend erfolgt eine Rotation der Stromeinspeisungskontakte bzw. der Spannungsmesskontakte im Uhrzeigersinn um 180° ausgehend von Stellung b) nach c). Mit V gekennzeichnet ist das Spannungsmessgerät. Der Pfeil deutet die Konstantstromeinspeisung mit einer Angabe der Stromrichtung an. (Abb. entnommen aus [25]).

mit U_{Hi} den gemessenen Spannungen für die Hallstellungen 1-4. Die Beweglichkeit der Ladungsträger ergibt sich mit Hilfe des berechneten Widerstandes

$$\mu = \frac{\bar{R}_H}{B\rho}. \quad (4.5)$$

Mit der magnetischen Flußdichte B und dem spezifischen Widerstand ρ .



Abbildung 4.4: Frontansicht der Schaltmatrix mit den zwei Messbereichen. Der obere Messbereich eignet sich für Spannungen bis maximal 200 V. Der untere bis maximal 38 V. Es sind jeweils vier Anschlüsse Q1 - Q4 vorhanden. Zwei dieser Anschlüsse speisen den konstanten Strom ein, die zwei weiteren Anschlüsse messen die Spannung.

Weiterhin besitzt die Schaltmatrix jeweils 2x4 Koaxialanschlüsse an der Vorderseite. In Abbildung 4.2 ist zu erkennen, dass die oberen Anschlüsse für Spannungen bis max.

200 V und die unteren Anschlüsse für Spannungen bis maximal 38 V vorgesehen sind. Entsprechend sind auf der Rückseite der Schaltmatrix ebenfalls zwei Anschlüsse. Die vorderen hängen mit den hinteren Anschlüssen zusammen. Eine Benutzung über Kreuz kann nicht erfolgen. Zur Kontrolle der der Richtigkeit der Anschlüsse befinden sich an der Vorderseite zwei Leuchtdioden. Eine für die oberen und und eine für die unteren Anschlüsse. Solange die Leuchtdiode blinkt kann keine Messung erfolgen. Erst wenn diese grün leuchtet ist alles korrekt angeschlossen.

5 Messprogramm

Das für die Leitfähigkeits- und Hallmessungen verwendete Programm wurde in der MatLab Umgebung programmiert. Es ist im wesentlichen in 4 Abschnitte gegliedert. Diese Abschnitte dienen der Bequemlichkeit bzw. der besseren Übersichtlichkeit.

The screenshot displays a software interface for a measurement program, organized into four main sections:

- Wertebereich (Value Range):** Contains five input fields: 'Probendicke' (m), 'Anfangstemperatur' (K), 'Endtemperatur' (K), 'Temperaturintervall' (K), and 'Anzahl der Messungen pro Stellung'.
- Keithley 2450 Einstellungen (Keithley 2450 Settings):** Includes input fields for 'Spannung' (V), 'Stromstärke' (A), and 'magnetische Flußdic' (T), along with buttons for 'Werte Annehmen', 'Output On', and 'Output Off'.
- Messbereich (Measurement Range):** Features a dropdown menu for 'Stellung 1 (I14V23)', buttons for 'Stellung einnehmen', 'Stellung durchmessen', 'Alle Stellungen durchmessen', 'Hallmessung', and 'Automatische Messung starten'.
- Regelbereich (Control Range):** Contains a 'Sollwert' (K) input field, buttons for 'Sollwert erreichen', 'Regelung beobachten', 'Startstrom O. Messung' (A), and 'Ohmsche Messung'.

Abbildung 5.1: Darstellung der vier Hauptbereiche des Messprogramms. Im Wertebereich befinden sich 5 Eingabefelder. Diese sind die Probendicke, die Anfangstemperatur, die Endtemperatur, das Temperaturintervall und die Anzahl der Stellungen pro Stellung. Der Bereich zur Einstellung des Keithley 2450 Sourcemeters ermöglicht durch die 2 Eingabefelder 'Spannung' und 'Stromstärke' die Werte an das Souecemeter zu übergeben. Der Pushbutton 'Werte annehmen' sorgt für die Übermittlung der Werte an das Sourcemeter. Die Pushbutton 'Output On' bzw. 'Output Off' sorgen für den Stromfluß. Das Feld der magnetischen Flußdichte ist notwendig um die Hallspannung zu bestimmen. Der Messbereich bietet die Möglichkeit der Wahl der einzelnen Stellungen und einen Pushbutton zur Einnahme dieser Stellungen. Weiterhin besteht die Möglichkeit eine, alle oder eine automatische Messung durchzuführen. Weiterhin kann eine Hallmessung eingeleitet werden. Der Regelbereich ermöglicht die Änderung der Solltemperatur, der Beobachtung der Regelung und der Durchführung einer Ohmschen Messung.

5.1 Der Wertebereich

Der erste Abschnitt dient der Eingabe der unbedingt erforderlichen Werte für die Messung und heißt Wertebereich (vgl. Abb. 5.1). Diese sind die Dicke der zu untersuchenden Probe und die Anzahl der Messwerte pro Stellung. Weiterhin sind drei Eingabefelder für den automatischen Messbetrieb vorgesehen. Die Anfangstemperatur, die Endtemperatur und das Intervall, welches den Abstand zwischen der Anfangs- und Endtemperatur vorgibt.

5.2 Die Keithley 2450 Sourcemeter Einstellungen

Der zweite Abschnitt bezieht sich auf die Einstellungen bezüglich des Keithley 2450 Sourcemeters (siehe Abb. 5.1). In den dafür vorgesehenen zwei Eingabefeldern kann die Spannung und die Stromstärke vorgegeben werden, welche notwendig ist um die Messung durchzuführen. Grundsätzlich muss die Spannung im oberen Schaltmatrixmessbetrieb auf maximal 200 V eingestellt werden. Im unteren Messbetrieb sind bis zu 38 V zulässig, andernfalls werden die empfindlichen Halbleiterbauelemente im unteren Messbereich beschädigt. Mit dem unteren bzw. oberen Messbereich ist die Wahl zwischen zwei Ein- bzw. Ausgängen der Schaltmatrix gemeint.

Für hohe Widerstände sind hohe Spannungen von Nöten um einen vorgegeben Stromfluss zu gewährleisten und somit muss notwendigerweise der obere Messbereich gewählt werden. Dieser ist dadurch charakterisiert, dass er Spannungen bis maximal 200 V zulässt.

Der untere Messbereich ist für kleine Widerstände bestimmt, da hier die Spannungen weit unter dem vorgegebenen Limit von 38 V liegen.

Der erste Pushbutton stellt sicher, dass die eingegebenen Werte für die Spannung und die Stromstärke vom Keithley angenommen werden. Die zwei anderen Pushbuttons sind notwendig um den Ausgang an- bzw. auszuschalten. Insofern leuchtet am Keithley 2450 Sourcemeter der Knopf mit der Aufschrift 'Output On' blau auf, sobald 'Output On' im Messprogramm betätigt wird. Umgekehrt erlischt das blaue Licht wenn 'Output Off' betätigt wird.

Ein weiteres Eingabefeld, welches zwar nicht für das Keithley 2450 Sourcemeter bestimmt ist aber dennoch in diesem Feld ist, ist die Eingabe der Größe für die magnetische Flussdichte. Diese Eingabe ist unbedingt erforderlich um bei einer Hallmessung die Beweglichkeit der Ladungsträger zu ermitteln. Wird hier kein Wert eingegeben, werden die Längsspannungen gemessen und gemittelt. Eine Berechnung der Beweglichkeit der Ladungsträger bleibt in diesem Fall aus.

5.3 Der Messbereich

Der dritte Abschnitt ist der Messbereich. Der Messbereich (siehe Abb. 5.1) enthält eine Liste in der jede mögliche Stellung der Schaltmatrix ausgewählt werden kann und anschließend mit dem dafür vorgesehenen Button eingenommen werden kann. Die ersten

acht Schaltmatrixstellungen dienen der Ermittlung des elektrischen und des spezifischen Widerstands einer zu untersuchenden Probe. Die letzten vier Stellungen, welche als Hallstellungen bezeichnet werden, dienen der Hallmessung.

Anschließend kann mit einem der folgenden Knöpfe eine Einzelmessung, eine Messung aller acht relevanten Stellungen nach der van-der-Pauw-Methode, eine Hallmessung oder die vollständig automatisierte van-der-Pauw-Messung durchgeführt werden. Die Einzelmessung misst lediglich die gewählte Stellung mit der zuvor vorgegebenen Wiederholrate durch.

Die gemessenen Werte werden in einem der Plots dargestellt und in der darunter liegenden Tabelle aufgezeigt. Beim Betätigen von 'Alle Stellungen durchmessen' werden die acht Schaltmatrixstellungen in aufsteigender Reihenfolge durchgemessen. Im automatisierten Betrieb verläuft dies ebenso allerdings für jede erforderliche Temperatur.

5.4 Der Regelbereich

Der vierte und letzte Bereich ist der Regelbereich (siehe Abb. 5.1). Zunächst befindet sich in diesem Bereich das Feld für die Eingabe des Sollwertes. Dieser Wert stellt den Temperaturwert in Kelvin dar, welcher vom Heizregler CAL 3300 angenommen werden soll bzw. der Temperaturwert, den die Probe annehmen soll. Der Pushbutton 'Sollwert annehmen' lässt den Heizregler CAL3300 den gewünschten Wert annehmen. Dieser Vorgang dauert ca. 30 Sekunden.

Falls eine Beobachtung der Regelung erwünscht ist, kann der Pushbutton 'Regelung beobachten' betätigt werden. Die aktuelle gemessenen Temperaturwerte werden solange im Plot dargestellt, bis der Vorgang vom Benutzer unterbrochen wird.

Eine weitere sehr wichtige Möglichkeit ist die Durchführung einer Ohmschen Messung der verwendeten Probe. Dieser Vorgang stellt sicher ob eine Untersuchung der Probe sinnvoll bzw. möglich ist. Bei der Ohmschen Messung ist zu beachten, dass vorerst ein Strom im dafür vorgesehenen Feld eingegeben werden muss. Anschließend werden sechs Messungen durchgeführt. Der erste Wert ist automatisch auf 0 V bei 0 A gesetzt. Die folgenden Werte ergeben sich nach

$$I_n = (n - 1)I_0 \quad \text{mit } n \in \mathbb{N}: \quad 2 \leq n \leq 6. \quad (5.1)$$

Nun wird bei ganzzahligen Vielfachen des vorgegebenen Wertes die Spannung gemessen.

Startwert	1. Wert	2. Wert	3. Wert	4. Wert	5. Wert	6. Wert
1 μA	0 μA	1 μA	2 μA	3 μA	4 μA	5 μA
15 mA	0 mA	15 mA	30 mA	45 mA	60 mA	75 mA

Tabelle 5.1: Beispiel einer Ohmschen Messung bei einem vorgegebenen Strom. Der erste Wert der Stromstärke wird automatisch auf 0 A gesetzt. Alle weiteren Werte bilden ganzzahlige Vielfache des Ausgangswertes.

Die Messung wird im Achsenplot dargestellt. Zunächst wird die Spannung in Abhängigkeit vom Strom aufgetragen. Anschließend wird die Steigung zwischen jeweils zwei Messpunkten berechnet und dargestellt um gut erkennen zu können ob tatsächlich ein ohmsches Verhalten vorliegt.

5.5 Die Achsenplots

Im unteren Bereich befinden sich vier Achsenplots und eine achtspaltige Tabelle.

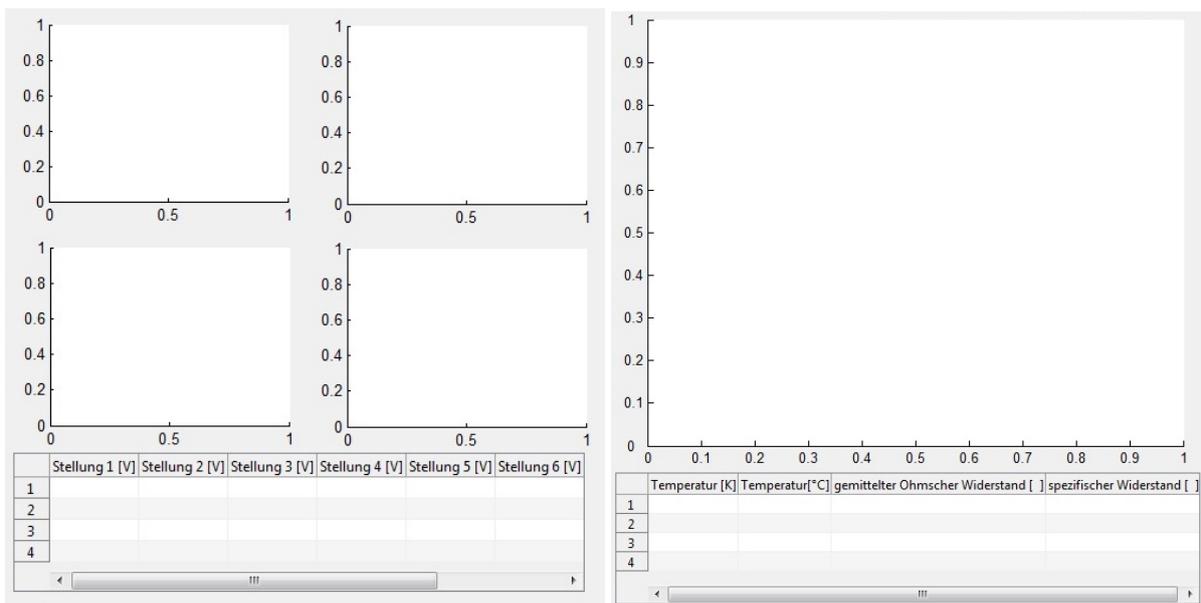


Abbildung 5.2: Achsenplots zur Messung der Spannungen links. Jeder der vier kleinen Plots stellt im Falle einer Widerstandsbestimmung jeweils die positiv und negativ gemessene Spannung dar. Im Falle einer Hallmessung werden lediglich zwei dieser Plots verwendet. Die Eintragung der Messwerte erfolgt in der sich darunter befindenden Tabelle. Großer Achsenplot zur Berechnung des spezifischen Widerstandes bzw. der Beweglichkeit der Ladungsträger rechts. Damit einhergehend erfolgt eine Messung der Temperatur in K und °C mit anschließender Eintragung der Werte in der sich darunter liegenden Tabelle.

In den Plots werden die gemessenen Spannungen in Abhängigkeit von dem Messdurchlauf aufgetragen. Im oberen linken dieser Plots werden die gemessenen Werte für die Stellung 1 und 2 dargestellt. Im oberen Rechten die gemessenen Werte für die Stellung 3 und 4. Im unteren Linken die Stellungen 5 und 6 und im unteren Rechten die Stellungen 7 und 8. Wobei ein Plot immer die gemessenen Werte für den Strom in beide Richtungen anzeigt.

Somit müssen die angezeigten Werte notwendigerweise im einen Fall alle positiv und im anderen Fall alle negativ sein. Zeitgleich werden die gemessenen Spannungswerte in der darunter liegenden Tabelle eingetragen. Für den Fall einer Hallmessung dienen die

oberen beiden Plots zur Darstellung von jeweils 2 Hallstellungen aus den insgesamt 4 Hallstellungen.

Unten rechts befindet sich ein großer Achsenplot und eine dreispaltige Tabelle.

In diesem Plot wird der spezifische Widerstand dargestellt bzw. die Beweglichkeit der Ladungsträger je nachdem was gemessen werden soll. In der Tabelle wird die Temperatur in Kelvin und Grad Celsius angezeigt. Weiterhin sind weitere zwei Spalten für den elektrischen und spezifischen Widerstand vorhanden. Falls eine Hallmessung durchgeführt wird, werden hier statt den Widerständen die gemittelten Spannungen und die Beweglichkeiten der Ladungsträger angezeigt.

6 Messablauf

Nachdem die Probe sorgfältig im Halteplatz des Probenhalters abgelegt wurde, wird die Platte mit den Kontakten angezogen bis diese entsprechend fest auf der Probe aufliegen. Da die Messergebnisse unabhängig vom Anpressdruck sind, was in mehreren Messabläufen bestätigt wurde (siehe Abbildungen 7.2 - 7.4), werden die vier Schrauben nicht zu stark angezogen. Anschließend wird der Stab mit der Probe in dem dafür vorgesehenen Rohr versenkt und mit diesem verschraubt. Dazwischen ist unbedingt noch ein Dichtungsring zu legen. Das Aufdrehen des Pumpventils sorgt für ein Abpumpen der Luft in diesem Rohr. Das Abpumpen der Kryogefäßumgebung kann unabhängig davon erfolgen.



Abbildung 6.1: Abbildung des Probenhalters mit den vier Zuleitungen zu den vier Kontakten. Das mit den vier Kontaktspitzen versehene Oberstück kann mit den vier Schrauben fixiert werden.

Nachdem sich ein entsprechender Druck eingestellt hat, kann der flüssige Stickstoff in das Gefäß gefüllt werden. Die Abkühlung auf -180°C dauert ca. eine Stunde. Nachdem die Wunschtemperatur erreicht wurde kann gemessen werden, vorausgesetzt das Keithley 2450 Sourcemeter wurde auf die gewünschte Stromstärke eingestellt, was ebenfalls entweder direkt manuell am Gerät oder über die Benutzeroberfläche erfolgen kann. Die einfachste sich anbietende Messmöglichkeit stellt der Pushbutton 'Stellung durchmessen' dar. Bei

einer Durchführung dieser Messung bedarf es keiner Eingaben außer der Wahl einer Stellung. Alle weiteren Messmethoden bedürfen weiterer Eingaben.

Unbedingt notwendige Eingaben für die nächst komplexere Messung sind:

1. Die Dicke der zu untersuchenden Probe
2. Die Anzahl der Messungen pro Messstellung
3. Die Stromstärke

Im Automatikbetrieb kommen drei weitere Punkte hinzu.

1. Die Anfangstemperatur
2. Die Endtemperatur
3. Das Temperaturintervall bzw. der Abstand der Temperaturen zweier Messpunkte

Falls die manuelle Messmethode gewählt wurde kann der Sollwert entweder manuell oder über die Benutzeroberfläche eingestellt werden. Um Messergebnisse erzielen zu können, muss für jede gewünschte Temperatur bzw. wenn diese erreicht und stabil gehalten wird, der Pushbutton 'Alle Stellungen durchmessen' betätigt werden.

Im Automatikmodus vergehen grundsätzlich 10 Minuten zwischen zwei Messpunkten, da sich diese Zeit als das Intervall für die geforderte stabile Temperatur erwiesen hat. Im manuellen Modus ist die Wahl des Zeitpunktes der Messung Ermessenssache und kann damit entsprechend kürzer ausfallen. Während des Messprozesses ist darauf zu achten, dass genügend flüssiger Stickstoff im dafür vorgesehenen Behälter zur Verfügung steht. Ab ca. 75° C ist ein Nachfüllen von flüssigem Stickstoff nicht mehr notwendig, da dieser sonst dafür sorgt, dass die Heizzeiten länger ausfallen als möglich.

In jedem Fall erscheinen die gemessenen Spannungen in einem der jeweils vier Plots als Punkte und werden zeitgleich in der darunter liegenden Tabelle aufgezeigt. Allerdings werden im manuellen Messmodus die Endergebnisse im großen Plot und der darunter liegenden Tabelle jeweils einzeln für jeden Messpunkt angezeigt, wohingegen im Automatikmodus mit steigender Anzahl der Messpunkte eine Liste an Ergebnissen in der Tabelle erscheint. Im manuellen Betrieb erscheint ein Fenster zum Abspeichern der Ergebnisse. Im Automatikmodus geschieht dies jeweils nach jedem Messpunkt automatisch ohne dass der Benutzer die Möglichkeit hat zu wählen und abschließend nach der ganzen Messung erscheint ein Fenster zur Wahl des Speicherortes.

Die Hallmessung läuft ähnlich wie die Widerstandsmessung ab. In diesem Fall wird der Magnet eingeschaltet und auf 3/4 seiner Vollast betrieben dies entspricht einer magnetischen Flußdichte von ca. 80 mT. Dieser Arbeitspunkt liegt bei 0.75 A und kann direkt am Drehknopf der Steuereinheit des Magneten eingestellt werden. Der Magnet verfügt weiterhin über eine Wasserkühlung, welche unbedingt vor dem Einschalten des Magneten in Betrieb genommen werden muss. Eine zu große Durchflussmenge ist nicht erwünschenswert, da die Schläuche am Magneten relativ klein sind. Nach dem Betätigen des Pushbuttons 'Hallmessung' erscheinen die gemessenen Spannungswerte als Punkte in

den zwei unteren Plots mit den dazu gehörenden Zahlenwerten in der darunterliegenden Tabelle. Nach der Messung werden die gesuchten Größen berechnet und im rechten großen Plot und der dazugehörenden Tabelle dargestellt.

6.1 Diskussion des Messprogramms bzw. des Messablaufs

Die große Stärke des Messprogramms ist die gleichzeitige Koordination von fünf Geräten und die schnelle Durchführung der Messungen insbesondere durch die Keithley Instrumente. Allerdings liegen auch einige Nachteile vor.

Eines dieser Probleme kann während der Messung der Spannungen im Modus 'Alle Stellungen durchmessen' oder 'Hallmessung' auftreten. Dieses äußert sich durch eine Unterbrechung der Messung an einem bestimmten Punkt. In diesem Fall muss die Messung erneut durchgeführt werden bzw. eine Auffangbedingung eingebaut werden insbesondere für den Automatikmodus.

Der nächste Fehler kann beim Auslesen der Temperatur am CAL3300 Heizungsregler erfolgen. Dieser Fehler bildet eine Ausnahme im sonst sehr zuverlässigen Messablauf und tritt bei routinierter Bedienung nicht bzw. nur sehr selten auf. Bei der Abfrage der Temperatur kommt es zu einem Timeout, d.h. die Antwort des CAL3300 dauert zu lange und der Auslesebefehl schlägt fehl. Dies kann bei jeder Messung erfolgen, bei der eine Temperaturabfrage mit der Spannungsmessung einhergeht. Darunter fallen insbesondere 'Alle Stellungen durchmessen', 'Hallmessung' und 'Automatische Messung starten'. Im Falle einer automatischen Messung müssen die Werte im Wertebereich angepasst werden und die Messung ab dem fehlgeschlagenen Messpunkt erneut beginnen.

Falls eine Messung erfolgreich gestartet wird so erfolgt diese für die jeweils acht bzw. vier notwendigen Stellungen bei einer gewünschten Temperatur in ca. 30 Sekunden. Dies ist durch eine schnelle Messung der Spannung durch das Keithley 2000 Multimeter möglich. Weiterhin tragen die kurzen Umschaltzeiten der Schaltmatrix zu der kurzen Messzeit bei und ermöglichen es die Fehlerquelle der Spannungsschwankung bedingt durch eine Temperaturschwankung zu minimieren.

Für jede Temperatur wird eine Zeichenfolge basierend auf dem Hexadezimalsystem generiert. Als erstes wird ein Befehl an den Heizungsregler gesendet, welcher sicherstellt, dass keine der Tasten des Heizungsreglers während der Änderung der Solltemperatur betätigt werden können. der nächste Befehl stellt sicher, dass der Heizungsregler den nachfolgenden Befehl als Solltemperaturänderungsbefehl zu verwenden hat. Dieser dritte Befehl setzt die Solltemperatur auf den gewünschten Wert. Der letzte Befehl entriegelt schließlich die Tasten des Heizungsreglers. Der Kommunikationswechsel bedingt eine Antwort nach jedem Befehl an den CAL3300 Heizungsregler. Somit werden ca. 30 Sekunden für einen Wechsel der Solltemperatur benötigt. Diese Zeit fällt bei manueller Eingabe deutlich kürzer aus. Im manuellen Messbetrieb ist daher auf die manuelle Verstellmöglichkeit zurück zu greifen, falls die die Temperaturintervalle nicht zu weit auseinander liegen. Für große Temperaturabstände nimmt die manuelle Verstellung der Solltemperatur wesentlich mehr Zeit in Anspruch. Dies ist z.B. dann der Fall, wenn beim

erstmaligen Abkühlen, angefangen bei der Raumtemperatur, der Heizungsregler auf ca. 100 K eingestellt werden muss. In diesem Fall ermöglicht die Eingabe des Sollwertes über die Benutzeroberfläche eine beträchtliche Zeitersparnis.

Der nächste zu erwähnende Schwachpunkt findet zu dem Zeitpunkt statt, an dem die Temperatur nach der Messung der Spannungen vom CALL3300 Heizregler abgefragt wird. Erneut treten bei der Kommunikation Verzögerungen auf, sodass die gemessene Temperatur von der tatsächlichen abweichen kann. Durch die bereits erwähnte Kommunikationsverzögerung entfällt die Möglichkeit den Heizungsregler als Echtzeitmessgerät für die Temperatur zu verwenden. Jegliche Temperaturänderung in einem Intervall von ca. 15 Sekunden kann nicht aufgezeigt werden. D.h., dass zwischen zwei Befehlen zum Auslesen der Temperatur mindesten 15 Sekunden vergehen.

Der CAL3300 Heizregler stellt unter Verwendung eines Thermoelements der Kategorie T die Möglichkeit bereit, bis 75 K arbeiten zu können. Mit der Verwendung des Thermoelements geht ein weiteres Problem einher. Als Referenz zur Temperaturmessung wird synchron ein Keithley 2000 Multimeter mit dem Thermoelement der Kategorie T verwendet. Im Bereich zwischen 270 K - 335 K (die obere Grenze kann höher ausfallen, da weitere Werte nicht gemessen wurden) weichen die Werte des CAL3300 um bis zu 10 K ab. In diesem Fall muss die Temperatur manuell über die Tasten angepasst werden. Mit abnehmender Temperatur gleicht sich der Heizungsregler dem Keithley 2000 Multimeter an, sodass eine Differenz von ± 1.5 K bestehen bleibt.

Als zuverlässigste Geräte haben sich die Keithley 2000 Multimeter erwiesen. Hierbei kam es zu keiner Zeit zu Kommunikationsproblemen. Die anfänglichen Kommunikationsprobleme mit dem Keithley 2450 Multimeter stellten sich nach sorgfältiger Überprüfung der Kommunikationsbefehle ein. Somit kann dieses Gerät auch zu den zuverlässigen dieses Aufbaus gezählt werden. Durch seine präzise Bereitstellung eines konstanten Stroms über einen langen Zeitraum, reduziert das Keithley 2450 Sourcemeter eine große Fehlerquelle auf ein Minimum.

7 Messergebnisse und Diskussion

Dieser Abschnitt stellt die Ergebnisse aus den durchgeführten Messungen vor. Anschließend findet eine Diskussion bzgl. der Messergebnisse statt. Der erste Abschnitt beschäftigt sich mit der Auswertung des elektrischen und spezifischen Widerstandes von Molybdän. Darauf folgt die Auswertung von drei Magnetitproben verschiedener Dicke, welche auf Magnesiumoxid aufgewachsen wurden. Dabei erfolgt zunächst eine Untersuchung der Reproduzierbarkeit der Messergebnisse, anschließend wurden genauere Messungen durchgeführt. Es folgt eine Leitfähigkeitsuntersuchung unter Einfluss eines Magnetfeldes, welches senkrecht zur Probenoberfläche gerichtet ist. Im letzten Abschnitt wird die Hallspannung für eine Germaniumprobe gemessen, welche ebenfalls von einem Magnetfeld, senkrecht zur Probenoberfläche durchsetzt ist.

7.1 Widerstandsmessungen an Molybdän

Im Folgenden wird eine 0.15 mm Dicke Molybdändprobe mit den Abmessungen von $(1 \times 1) \text{ cm}^2$ auf ihren elektrischen Widerstand untersucht. Diese Vorgehensweise ist nach Gleichung 4.3 erforderlich um anschließend den spezifischen Widerstand ausrechnen zu können. Die Messung erfolgt wie in Kapitel 4.1 beschrieben. Jede einzelne der acht möglichen Positionen (siehe Abb.4.2) wird zehn mal durchgemessen, sodass Gleichung 4.2 die Form

$$\bar{R} = \frac{1}{80I} \left[\sum_{i=1}^8 \left| \left(\sum_{j=1}^{10} U_{ij} \right) \right| \right] \quad (7.1)$$

annimmt. Die Probe wird auf -180° C bzw. 93 K abgekühlt. Die Widerstandsmessung erfolgt in Temperaturschritten von ca. $(5 \pm 1) \text{ K}$. Der letzte gemessene Wert liegt bei ca. 285 K bzw. 12°C . Die Konstantstromquelle stellt einen Strom der Stärke von 1 A bereit.

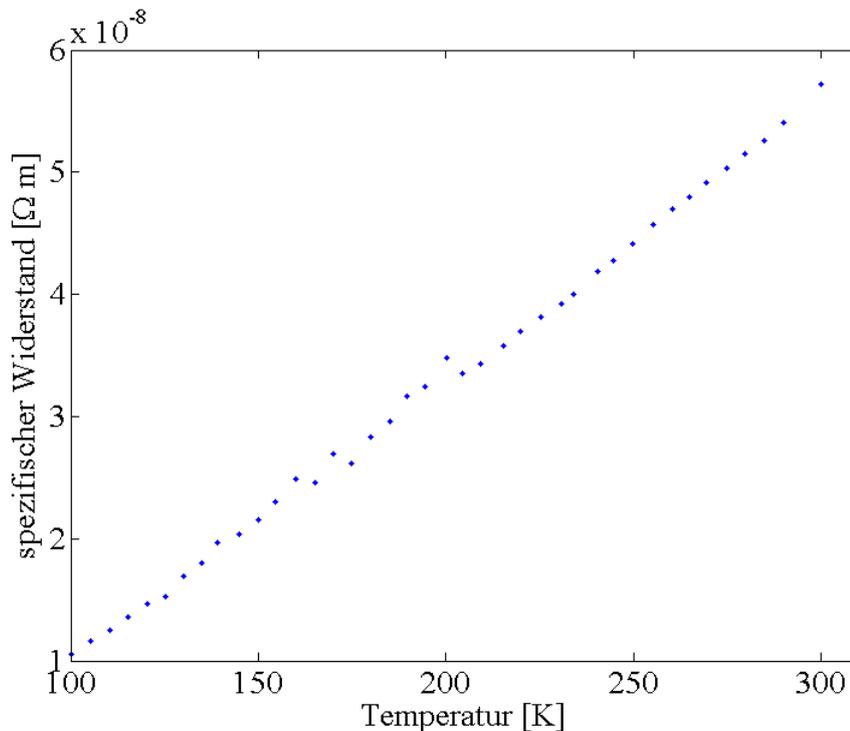


Abbildung 7.1: Spezifischer Widerstand einer Molybdändprobe der Dicke 0.15 mm.

Abbildung 7.1 zeigt den nahezu linearen Verlauf des spezifischen Widerstandes für die untersuchte Molybdändprobe. Der lineare Zusammenhang zwischen Temperatur und elektrischem Widerstand, bestätigt den metallischen Charakter von Molybdän.

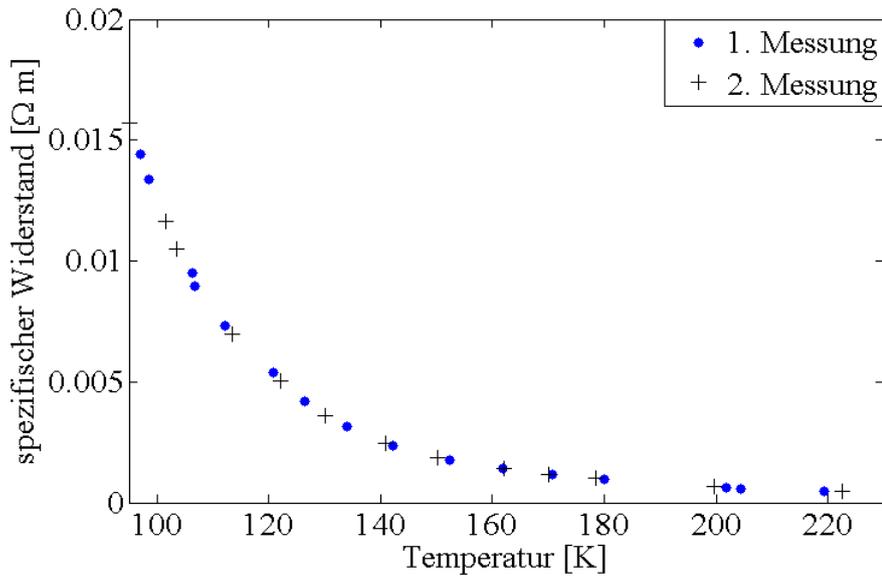


Abbildung 7.3: Spezifischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur für zwei Messungen einer Magnetitprobe der Dicke 20 nm.

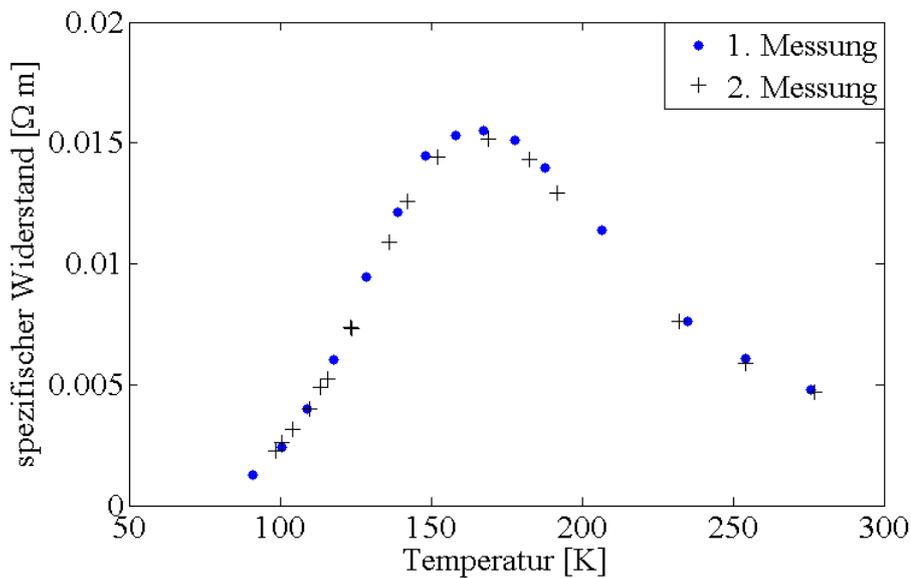


Abbildung 7.4: Spezifischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur für zwei Messungen einer Magnetitprobe der Dicke 7.6 nm.

Die spezifische Widerstandsbestimmung der 7.6 nm dicken Probe ist in Abb. 7.4 dargestellt. Der Unterschied zu den anderen beiden Proben liegt im gänzlich anderen Verhalten bei sinkender Temperatur. Der Widerstandswert steigt vorerst bis ca. (175 ± 5) K an und

nimmt dort ein Maximum an. Anschließend sinkt dieser wieder mit sinkender Temperatur. Die beiden durchgeführten Messungen, bzgl. der drei Proben, zeigen im Rahmen der Messgenauigkeit einen identischen Verlauf.

7.2.2 Widerstandsmessungen an Magnetit

Im Folgenden soll auf eine genauere Untersuchung des des spezifischen Widerstandes Wert gelegt werden. Die Proben werden ausgehend von der Raumtemperatur auf 100 K abgekühlt. Die Auswertung der 30 nm Probe basiert auf zwei Messdurchläufen. Die in Abbildung 7.5 durch Punkte dargestellte erste Messung zeichnet sich durch Temperaturabstände von (5 ± 1) K im Bereich von 175 K bis 300 K aus. Wohingegen die Messabstände im Temperaturbereich von 175 K - 100 K, bereits bei (5 ± 3) K liegen. Der in Abb. 7.5 durch Kreuze dargestellte Messdurchlauf zeichnet sich stattdessen durch dichtere Temperaturintervalle im Bereich von 150 K bis 100 K aus. Diese betragen (5 ± 1) K. Wegen des nahezu linearen Verhaltens im Temperaturbereich von 175 K - 300 K liegen die Messabstände hier bereits bei (20 ± 2) K auseinander. Die Ergebnisse der zweiten Messung zeigen eine geringfügige Verschiebung bei niedrigen Temperaturen. Ab ca. 175 K werden geringere spezifische Widerstandswerte beobachtet. Zur weiteren Auswertung werden die Ergebnisse der zweiten Messung herangezogen.

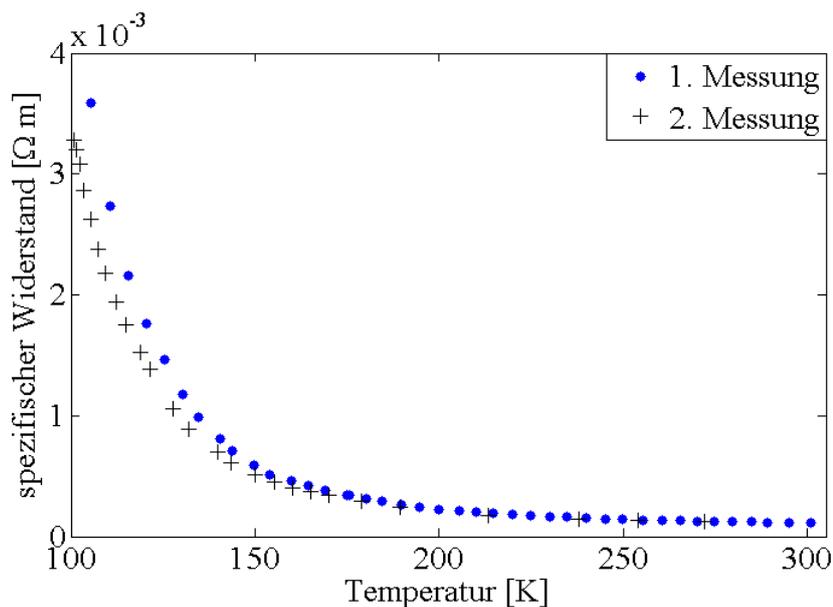


Abbildung 7.5: spezifischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur für eine Magnetitprobe der Dicke 30 nm.

Ein Maß für den Anstieg des spezifischen Widerstandes, soll die Steigung zwischen 150 K - 100 K darstellen. Für $\Delta T_1 = (150 - 100) \text{ K} = 50 \text{ K}$ und $\Delta \rho_1 = (3.5 - 0.5) \text{ m}\Omega\text{m} = 3 \text{ m}\Omega\text{m}$

ergibt sich

$$\Rightarrow \frac{\Delta\rho_1}{\Delta T_1} = \frac{3 \text{ m}\Omega\text{m}}{50 \text{ K}} = 60 \frac{\mu\Omega\text{m}}{\text{K}}. \quad (7.2)$$

Betrachtet man die Steigung des spezifischen Widerstandes im Temperaturbereich zwischen 150 K und 250 K, folgt für den Anstieg des spezifischen Widerstandes pro Kelvin $\Delta T_2 = (250 - 150) \text{ K} = 100 \text{ K}$ und $\Delta\rho_2 = (0.5 - 0.25) \text{ m}\Omega\text{m} = 0.25 \text{ m}\Omega\text{m}$.

$$\Rightarrow \frac{\Delta\rho_2}{\Delta T_2} = \frac{0.25 \text{ m}\Omega\text{m}}{100 \text{ K}} = 2.5 \frac{\mu\Omega\text{m}}{\text{K}} \quad (7.3)$$

Es folgt insgesamt ein Anstieg um den Faktor

$$\frac{\Delta\rho_1}{\Delta T_1} \frac{\Delta T_2}{\Delta\rho_2} = 24. \quad (7.4)$$

Auf einem halb so großen Temperaturintervall findet ein 24 mal höherer Anstieg des spezifischen Widerstandes statt.

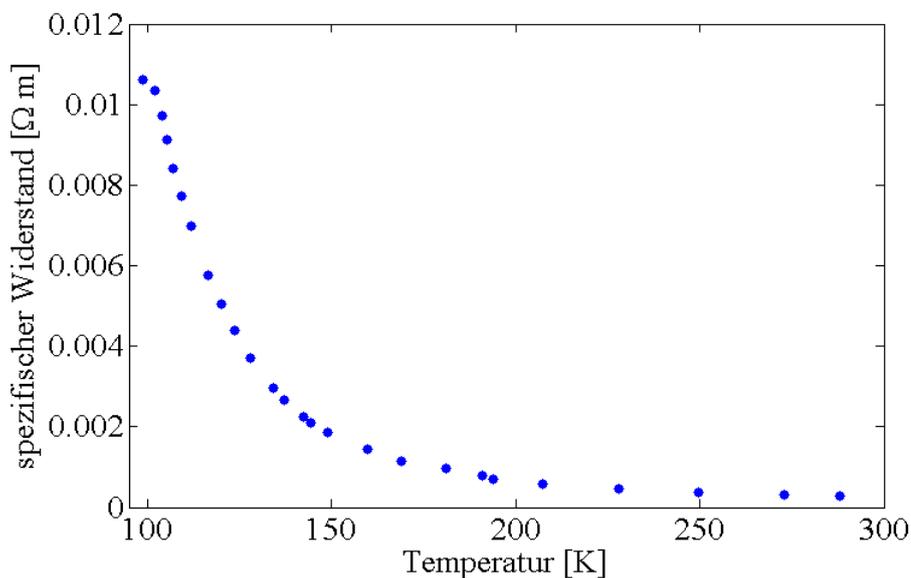


Abbildung 7.6: spezifischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur zweier Messungen für eine Magnetitprobe der Dicke 20 nm.

Die Auswertung der 20 nm Probe basiert auf einem Messdurchlauf. Im Bereich zwischen 300 K - 150 K erfolgt ein schwacher Anstieg des spezifischen Widerstandes. Unter

einer Temperatur von ca. 150 K ist ein starker Anstieg des spezifischen Widerstandes zu erkennen. Als ein Maß für die Stärke des Anstiegs dient erneut die Steigung der annähernd linearen Graphen in den zuvor erwähnten Temperaturbereichen. Der Anstieg des spezifischen Widerstandes im Temperaturbereich zwischen 250 K - 150 K beträgt $\Delta T_1 = (250 - 150) \text{ K} = 100 \text{ K}$ und $\Delta \rho_1 = (1.7 - 0.375) \text{ m}\Omega\text{m} = 1.325 \text{ m}\Omega\text{m}$.

$$\Rightarrow \frac{\Delta \rho_1}{\Delta T_1} = \frac{1.325 \text{ m}\Omega\text{m}}{100 \text{ K}} = 13.25 \frac{\mu\Omega\text{m}}{\text{K}} \quad (7.5)$$

Der Anstieg des spezifischen Widerstandes im Temperaturbereich zwischen 150 K - 100 K beträgt $\Delta T_2 = (150 - 100) \text{ K} = 50 \text{ K}$ und $\Delta \rho_2 = (10.0625 - 1.7) \text{ m}\Omega\text{m} = 8.3625 \text{ m}\Omega\text{m}$.

$$\Rightarrow \frac{\Delta \rho_2}{\Delta T_2} = \frac{8.362 \text{ m}\Omega\text{m}}{50 \text{ K}} = 0.16725 \frac{\text{m}\Omega\text{m}}{\text{K}} \quad (7.6)$$

Für das Verhältnis der Steigungen gilt in diesem Fall

$$\frac{\Delta \rho_1}{\Delta T_1} \frac{\Delta T_2}{\Delta \rho_2} \approx 12.63. \quad (7.7)$$

Der Anstieg im Temperaturbereich zwischen 150 K und 100 K ist annähernd 13 mal grösser, als im Intervall von 250 K - 150 K und somit um ein Drittel kleiner als der der 30 nm Probe. Ein Grund für diesen Verlauf des spezifischen Widerstandes könnte der Verwey-Übergang sein. Dieser liegt bei Bulk-Magnetit bei ca. 124 K - 125 K [32] (vgl. Kap. 3.2). In diesem Fall ist der Bereich, indem sich der Verwey-Übergang befindet, sehr verschmiert.

Abbildung 7.7 zeigt den Verlauf des spezifischen Widerstandes in Abhängigkeit von der Temperatur für die 7.6 nm dicke Magnetitprobe. Der spezifische Widerstand steigt von 300 K - ca. 170 K stetig an und erreicht bei ca. 170 K ein Maximum. Ab 170 K fällt dieser steiler wieder ab, bis er bei 100 K einen Wert von ca. 4 $\text{m}\Omega\text{m}$ erreicht. Die Ursache für dieses Verhalten ist noch ungeklärt.

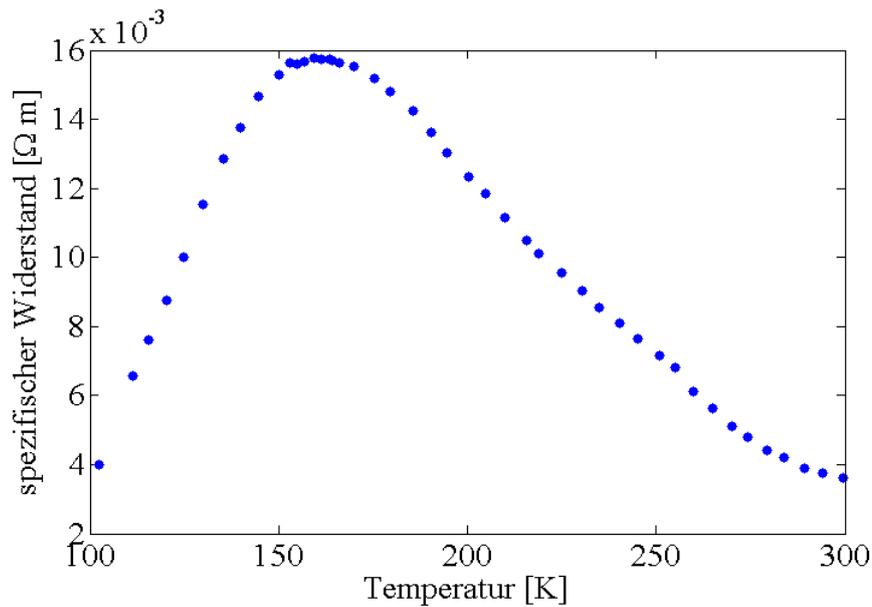


Abbildung 7.7: spezifischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur für eine Magnetitprobe der Dicke 7.6 nm.

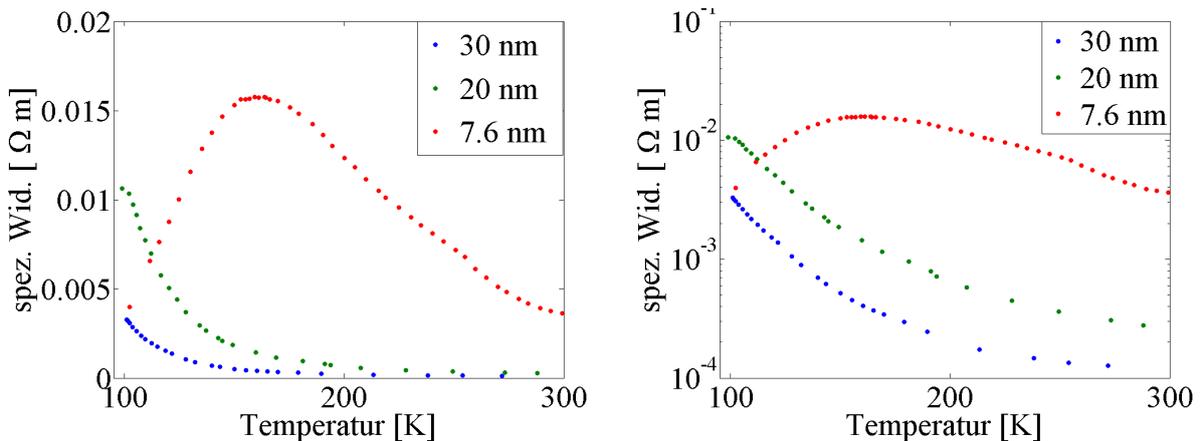


Abbildung 7.8: Auftragung des spezifischen Widerstandes aller gemessenen Magnetitproben in Abhängigkeit der Temperatur links. Logarithmische Auftragung bzgl. der y-Achse aller gemessenen Magnetitproben in Abhängigkeit der Temperatur rechts.

Die Abbildung 7.8 beinhaltet eine Auftragung der drei gemessenen Magnetitproben. Im linken Bild ist der deutliche Unterschied der 7.6 nm Probe zu erkennen. Insbesondere ist zu erkennen, dass die Verläufe der 30 nm und der 20 nm Probe ähnlich, allerdings gegeneinander verschoben sind (vgl. Abb. 7.8 (rechts)). Die Verschiebung des spezifischen Widerstandes zu höheren Werten beläuft sich auf eine Größenordnung ausgehend von der 30 nm Magnetitprobe im Vergleich zur 20 nm Magnetitprobe.

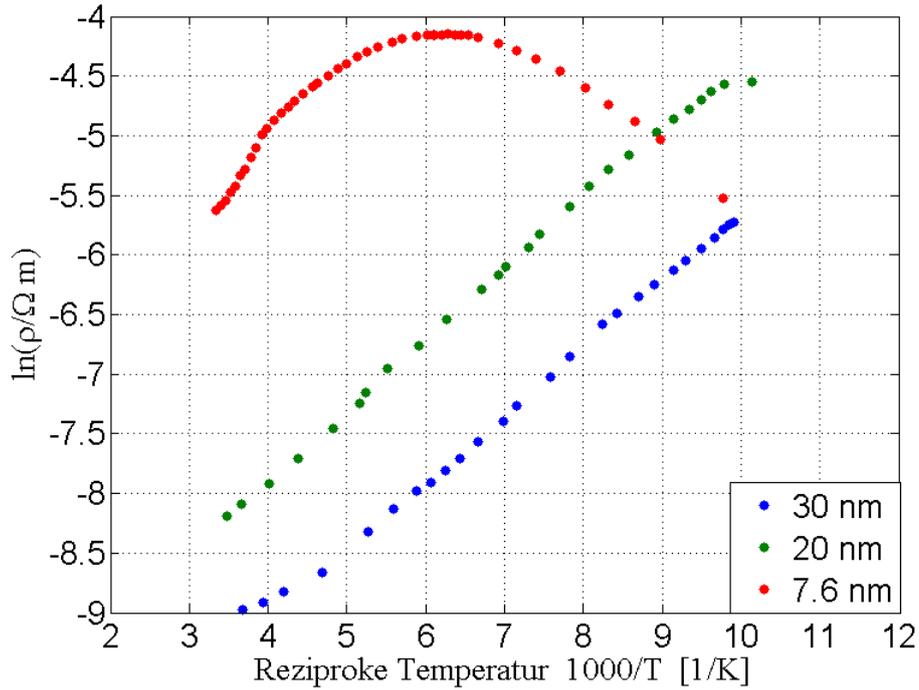


Abbildung 7.9: Auftragung des natürlichen Logarithmus des spezifischen Widerstandes in Abhängigkeit der reziproken Temperatur für Magnetitproben der Dicke 30 nm, 20 nm und 7.6 nm.

Der Verlauf der beiden Graphen für die Magnetitproben der Dicke 30 nm und 20 nm in Abbildung 7.9 entspricht dem eines Halbleiters. Anhand dieses Arrheniusplot, ist es möglich die Energie der Bandlücke zu bestimmen [38,39]. Aus der Beziehung

$$\frac{1}{\sigma} = \rho = \frac{1}{ne\mu} \quad \text{und} \quad (7.8)$$

$$\mu = \mu_0 \exp\left(-\frac{E_g}{2k_B T}\right), \quad (7.9)$$

mit σ der elektrischen Leitfähigkeit, ρ dem spezifischen Widerstand, n der Anzahl der Ladungsträger und e der Ladung der Ladungsträger. Weiterhin mit μ der Beweglichkeit der Ladungsträger bzw. μ_0 der Anfangsbeweglichkeit der Ladungsträger, E_g der Energie der Bandlücke, k_B der Boltzmannkonstante und T der Temperatur. Es folgen die Zusammenhänge

$$\rho = \frac{\exp\left(\frac{E_g}{2k_B T}\right)}{\mu_0 ne} \quad \text{und} \quad (7.10)$$

$$\ln(\rho) = \frac{E_g}{2k_B T} - \ln(\mu_0 ne). \quad (7.11)$$

Die Steigung einer linearen bzw. annähernd linearen Geraden des Arrheniusplots aus Abb. 7.9 steht in folgendem Zusammenhang zur Energie der Bandlücke

$$E_g = 2000k_B m. \quad (7.12)$$

Für die Probe der Dicke 30 nm ergibt sich somit

$$m = \frac{\Delta \ln\left(\frac{\rho}{\Omega m}\right)}{\Delta T^{-1}} = \frac{(-6 - (-8.5))}{(9.5 - 5) \text{ K}^{-1}} = \frac{2.5}{4.5} \text{ K}. \quad (7.13)$$

Ausgehend von Gleichung 7.12 ergibt sich für die Energie der Bandlücke schließlich

$$E_g = \frac{5000 \text{ K}}{4.5} k_B = 0.0957 \text{ eV} \pm 0.0172 \text{ eV}. \quad (7.14)$$

Betrachtet man die Probe der Dicke 20 nm ergibt sich für die Steigung der Geraden

$$m = \frac{(-5.5 - (6.9))}{(8 - 5.5) \text{ K}^{-1}} = \frac{1.4}{2.5} \text{ K} \quad (7.15)$$

und somit für die Energie der Bandlücke

$$E_g = \frac{2800 \text{ K}}{2.5} k_B = 0.0965 \text{ eV} \pm 0.0172 \text{ eV}. \quad (7.16)$$

Da der Verlauf der Messung der 7.6 nm dicken Magnetitprobe stark von einer geraden abweicht, konnte die Energie der Bandlücke nicht bestimmt werden.

7.2.3 Widerstandsmessungen mit Magnetfeld

Der folgende Abschnitt beschäftigt sich wie der Abschnitt 7.2.2 mit der Untersuchung dreier Magnetitproben verschiedener Dicke. Diese Proben sind mit den in Kapitel 7.2.2 erwähnten Proben identisch. Während des gesamten Messvorgangs wird die Probe von einem senkrecht zur Probenoberfläche gerichteten Magnetfeld der der Flußdichte 80 mT durchsetzt. Die Stromstärke bei allen durchgeführten Versuchen betrug 10 μA . Anschließend wird der Einfluss auf den spezifischen Widerstand untersucht und mit den Ergebnissen ohne den Einfluss verglichen.

Der Verlauf des spezifischen Widerstandes zeigt für alle Proben ein ähnliches Verhalten wie in Kapitel 7.2.2 beobachtet. Die Abbildung 7.10 zeigt einen Vergleich der Messergebnisse für die Magnetitprobe von 30 nm Dicke. zunächst ist zu beobachten, dass die Probe mit Magnetfeld bis zu einer Temperatur von ca. 150 K höhere spezifische Widerstandswerte aufweist als ohne. Ab 150 K bis ca. 125 K sind die Werte gleich. Ab ca. 125 K liegen die Werte unterhalb derer ohne eingeschaltetes Magnetfeld. Die Abweichung der Kurven beträgt maximal $(0.1 \pm 0.05) \text{ m}\Omega\text{m}$

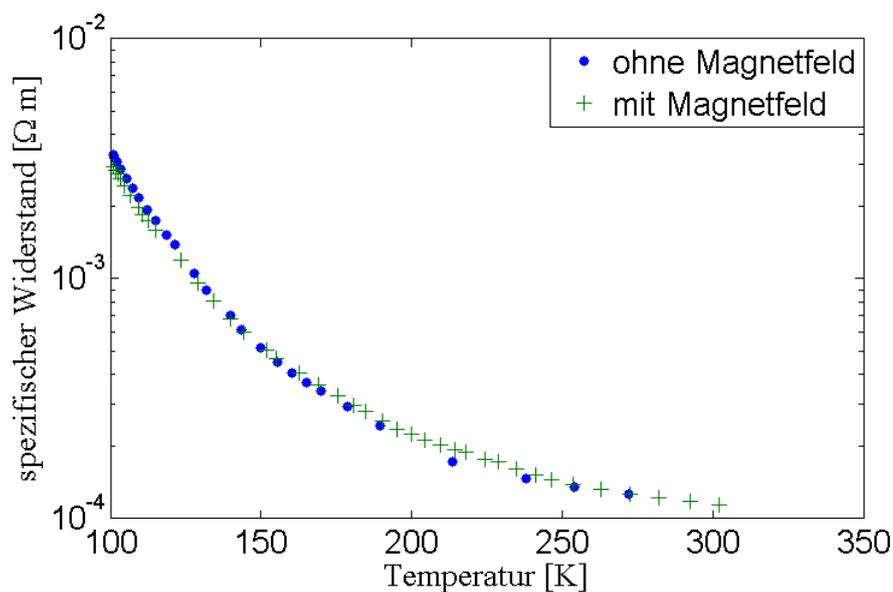


Abbildung 7.10: spezifischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur für eine Magnetitprobe der Dicke 30 nm mit bzw. ohne den Einfluss eines Magnetfeldes der Stärke 80 mT senkrecht zur Probenoberfläche.

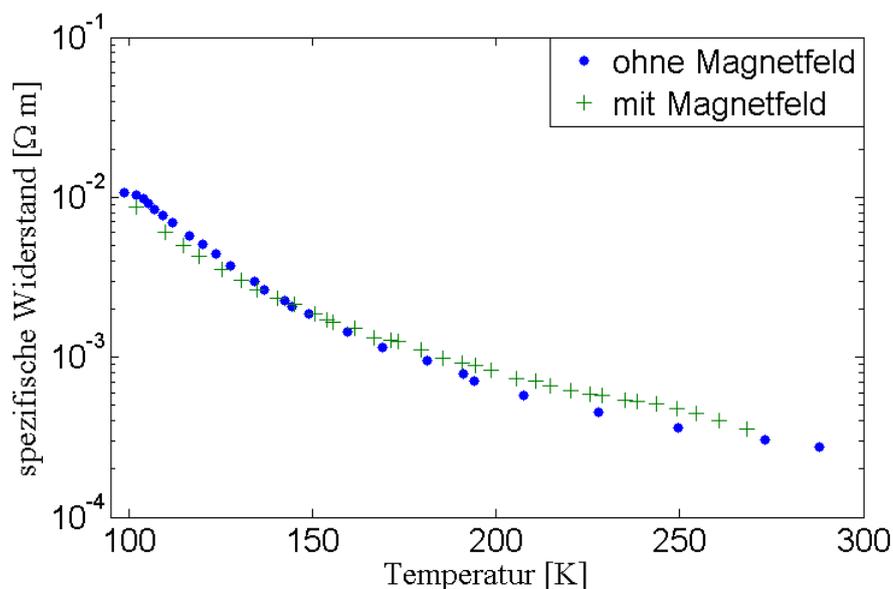


Abbildung 7.11: Spezifischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur für eine Magnetitprobe der Dicke 20 nm mit bzw. ohne den Einfluss eines Magnetfeldes der Stärke 80 mT senkrecht zur Probenoberfläche.

Die Messergebnisse der Magnetitprobe mit der Dicke von 20 nm, sind in Abbildung 7.11 dargestellt. Die bestimmten Werte für den spezifischen Widerstand unter dem Einfluss des Magnetfeldes liegen ab ca. 275 K bis ca. 150 K über den Werten ohne den Einfluss des Magnetfeldes. Ab 150 K bis ca. 140 K sind die Werte annähernd gleich. Unter 140 K sind die dargestellten Werte unter dem Einfluss des Magnetfeldes niedriger, als die unter dem Einfluss des Magnetfeldes. Die Abweichung der Kurven beträgt maximal $(0.3 \pm 0.05) m\Omega m$

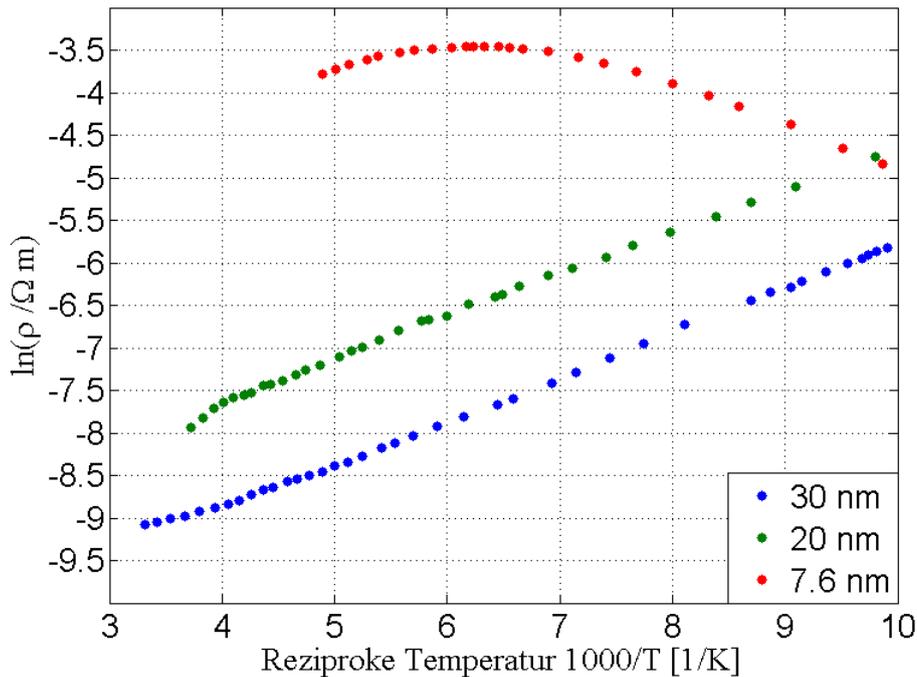


Abbildung 7.12: Auftragung des natürlichen Logarithmus des spezifischen Widerstandes in Abhängigkeit der reziproken Temperatur für Magnetitproben der Dicke 30 nm, 20 nm und 7.6 nm. Die magnetische Flußdichte betrug 80 mT

Unter zu Hilfe nahme der Gleichung 7.12 und Abbildung 7.12 ergibt sich für die Energie der Bandlücke der 30 nm Probe

$$E_g = \frac{4250 \text{ K}}{4} k_B = 0.0916 \text{ eV} \pm 0.0172 \text{ eV} \quad (7.17)$$

und der 20 nm Probe

$$E_g = 1000 \text{ K} k_B = 0.0862 \text{ eV} \pm 0.0172 \text{ eV}. \quad (7.18)$$

7.3 Hall-Effekt Untersuchungen an Germanium

Abbildung 7.13 zeigt die gemessenen Hallspannung in Abhängigkeit von der Temperatur einer Germaniumprobe der Dicke $500\mu - 550\mu m$. Beim ersten Messdurchlauf ist eine

Erhöhung der Spannung mit sinkender Temperatur festzustellen. Zwischen ca. 225 K und ca. 175 K erfolgt ein Anstieg um ungefähr eine Größenordnung. Bis 100 K erfolgt ein linearer Anstieg mit Ausnahme zweier Messpunkte. Der zweite Messdurchlauf zeigt eine Erhöhung der Hallspannung mit sinkender Temperatur. Im Bereich zwischen ca. 225 K und 175 K ist ein stärkerer Anstieg zu beobachten, welcher bis ca. 125 K in einen annähernd linearen Verlauf übergeht.

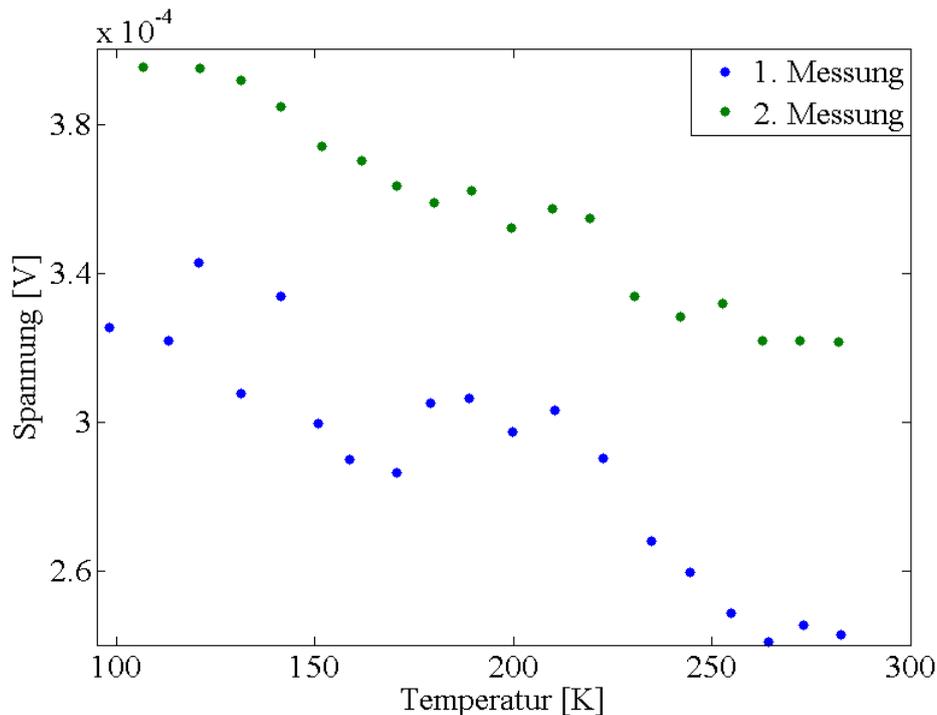


Abbildung 7.13: Gemessene Hallspannung in Abhängigkeit der Temperatur für eine Germaniumprobe der Dicke .

7.4 Diskussion

Die Messung des spezifischen Widerstandes von Molybdän im Bereich zwischen 100 K und 300 K zeigt einen linearen Verlauf mit einer positiven Steigung. Dies entspricht dem Verhalten von Metallen. Eine geringere Temperatur führt zu einer höheren Leitfähigkeit und somit zur Verringerung des elektrischen Widerstandes. Im Temperaturbereich zwischen 273 K und 300 K liegt der spezifische Widerstand zwischen $5 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$ und $5.5 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$. Diese Werte stimmen mit den in der Literatur genannten Werten von $5.58 \cdot 10^{-8} \Omega\text{m}$ bei 293 K überein [26].

Die Reproduzierbarkeitsmessungen an den Magnetitproben zeigten ein annähernd gleiches Resultat bei einer wiederholten Durchführung der Messung. Insbesondere konnte festgestellt werden, dass der Anpressdruck der Kontaktspitzen und die Lage der Probe

nach einer Drehung im Halteplatz, keinen beobachtbaren Einfluss auf das Messergebnis haben. Bei einer Drehung handelt es sich um eine Drehung der Probe auf dem Halter im oder entgegen dem Uhrzeigersinn.

Die temperaturabhängigen spezifischen Widerstandsmessungen der Magnetitproben lassen einen ähnlichen Verlauf der 20 nm und 30 nm dicken Schichten erkennen. Es ist ein signifikanter Anstieg des spezifischen Widerstandes zu erkennen, der auf die Verwey-Transition hinweist. Jedoch ist dieser nicht durch einen sprunghaften Anstieg charakterisiert. Bei den gezeigten Messungen von [31] liegt der Verwey-Übergang bei 124 K - 125 K [32-37] und bedingt einen Anstieg des spezifischen Widerstandes um zwei Größenordnungen. Anhand des für einen Halbleiter charakteristischen Verlaufs des natürlichen Logarithmus des spezifischen Widerstandes in Abhängigkeit von der reziproken Temperatur, gelang eine Bestimmung der Energie der Bandlücke. Diese betrug bei den Magnetitproben der Dicke 30 nm und 20 nm ohne den Einfluss eines Magnetfeldes ca. 0.1 eV, was mit den in der Literatur genannten Werten einhergeht [31]. Die ermittelten Werte liegen etwas unterhalb der 0.1 eV. Die Abweichung beträgt maximal 4.3 % und liegt im Toleranzbereich, welcher ca. 18 % beträgt. Die Energie der Bandlücke unter dem Einfluss des Magnetfeldes liegt unter den Energien ohne Einfluss des Magnetfeldes. Die Abweichung von 0.1 eV beträgt maximal 13 % und liegt weiterhin in den Toleranzgrenzen. Ein konkreter Einfluss des Magnetfeldes auf die Messergebnisse kann nicht eindeutig festgestellt werden. Die Abweichung der ermittelten Ergebnisse bei den Reproduzierbarkeitsmessungen belaufen sich auf %. Somit lässt sich das beobachtete Verhalten unter dem Einfluss des Magnetfeldes auf die Messungenauigkeit zurückführen.

Die Messung der Hallspannung an der Germaniumprobe brachte nicht die erwarteten Resultate [41]. Bei einer Wiederholung der Messung änderten sich die Messwerte derart, dass sich ein Zusammenhang zwischen den beiden Messungen nur schwer abzeichnete. Eine Reproduzierbarkeit der Messwerte konnte nicht erzielt werden. Die Ursache ist bisweilen unbekannt. Insbesondere eignet sich der Messaufbau für die Messung der Hallspannung. Möglicherweise nimmt die Kontaktierung der Probe einen ungünstigen Einfluss auf die Messergebnisse. Für eine erfolgreiche Messung müsste die Probe an ihren Enden kontaktiert werden. Die Kontaktspitzen des verwendeten Messaufbaus liegen allerdings nicht an den Enden, sondern kontaktieren die Probe von oben in einem gewissen Abstand zu den Enden der Probe.

8 Zusammenfassung und Ausblick

Der Gegenstand dieser Arbeit war der Aufbau eines Messplatzes zur Untersuchung dünner Proben auf ihren spezifischen Widerstand bzw. deren elektrische Leitfähigkeit. Zur Bestimmung des spezifischen Widerstandes wird ein eigens in der MATLAB-Umgebung programmiertes Messprogramm verwendet. Dieses bietet die Möglichkeit grundlegende Einstellungen am Keithley 2450 Sourcemeter und am CAL3300 Heizregler, durch die Benutzeroberfläche, vornehmen zu können. Es zeigt die gemessenen Werte in diversen Achsenplots und Tabellen auf und errechnet die notwendigen Größen. Das ist insbesondere

der, mit Hilfe der van-der-Pauw-Methode ermittelte, spezifische Widerstand. Es wurde gezeigt, dass sich der Messaufbau zur Untersuchung von Metallproben eignet, indem eine Molybdänprobe untersucht wurde. Weiterhin wurde in wiederholten Messungen die Reproduzierbarkeit der Messresultate anhand dreier Magnetitproben der Dicken 30 nm, 20 nm und 7.6 nm nachgewiesen. In detaillierten Messungen wurde weiterhin bestätigt, dass sich der spezifische Widerstand mit dünner werdenden Schichten stark erhöht bzw. die elektrische Leitfähigkeit abnimmt. Eine Ausnahme bildete dabei die dünnste Probe. Diese weist entgegen den Erwartungen ein Maximum in ihrem Widerstandsverhalten auf. Des Weiteren wurden alle an Magnetit durchgeführten Messungen unter Einfluss eines Magnetfeldes der Flußdichte von 80 mT wiederholt. Unter dem Einfluss des Magnetfeldes lies sich bei den Proben der Dicken 30 nm und 20 nm zwar ein e Änderung der ermittelten Werte feststellen, diese lag aber im Rahmen der Messungenauigkeit und konnte nicht eindeutig der Einflussnahme des Magnetfeldes zugeordnet werden. Eine sinnvolle Beschreibung der 7.6 nm Probe konnte wegen ihres abweichenden Verhaltens nicht erfolgen. Die Hallmessungen an Germanium brachten stark von den Literaturwerten abweichende Messergebnisse hervor. Insbesondere lagen bei der untersuchten Probe Referenzwerte vor, die eine eindeutige Zuordnung des Temperaturbereichs in einen intrinsischen Bereich, einen Erschöpfungsbereich und einen Reservebereich ermöglichten. Zukünftig sollen die Ursachen der missglückten Hallmessungen aufgedeckt und beseitigt werden. Erfolgreiche Hallmessungen sollen die Bestimmung der Ladungsträgerbeweglichkeit bzw. deren Anteil an der Gesamtleitfähigkeit ermöglichen. Weiterhin soll die Möglichkeit gegeben sein Magneto-Messungen durchführen zu können. Dazu wird der spezifische Widerstand in Abhängigkeit der magnetischen Flußdichte bestimmt. Außerdem muss das Kommunikationsproblem mit dem CAL330 Heizregler beseitigt werden um die Messungenauigkeit zu senken.

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen danken, die zur Verwirklichung dieser Arbeit beigetragen haben. Insbesondere gilt dieser Dank der Person, die diese Arbeit ermöglicht hat, Herrn Prof. Dr. Joachim Wollschläger. Seine freundliche und ermunternde Art war stets ein Ansporn vorwärts zu schreiten. Außerdem gilt meinem Betreuer Dr. Henrik Wilkens ein großer Dank, der sich die Zeit genommen hat mich in allen Situationen bei meinen Anliegen zu unterstützen, mich einzuweisen und meine Arbeit zu korrigieren. Des Weiteren sei an dieser Stelle Olga Schuckmann, meiner Anfangsbetreuerin und wichtigen Ratgeberin, und Gregor Steinhoff gedankt. Ich danke weiterhin der gesamten Arbeitsgruppe "Dünne Schichten und Grenzflächen" für die notwendige Unterstützung und die gemeinsame Zeit und den Mitarbeitern der elektronischen bzw. feinmechanischen Werkstatt, die so einige für die Durchführung der Messungen notwendige Geräte, hergestellt haben. Schließlich danke ich ganz besonders meinen Eltern, die mich in jeder Situation unterstützen und mir einen starken Rückhalt geben.

Literatur

- [1] Siegfried Hunklinger. Festkörperphysik. 3.Auflage. Oldenbourg Verlag, (2011).
- [2] Wolfgang Demtröder. Experimentalphysik 3. 3. Auflage. Springer Verlag, (2005).
- [3] S. Blügel, M. Giesen, B. Hillebrands, H. Hillmer, H. Ibach, R. Kassing, H. von Löhneysen, P. Luger, J. Salbeck, U. Scherz, W. Schilling und L. K. Thomas. Bergmann/Schaefer Experimentalphysik Band 6. Festkörper. 2. Auflage. Walter de Gruyter, (2005).
- [4] S. A. Wolf, D. D. Awschalom, R.A. Buhrmann, J. M. Daughton, S. von Molnar, M. L. Roukes, A. Y. Chtchelkanova, and D. M. Treger. Spintronics: A Spin-Based Electronics Vision for the Future. 1488. Science 294, (2001).
- [5] Gerd Czycholl. Theoretische Festkörperphysik. 2. Auflage. Springer Verlag, (2000).
- [6] I. Zutic and J. Fabian. Das Sarma: Spintronics: Fundamentals and applications. Rev. Mod. Phys.76. 323, (2004).
- [7] D. Nachrodt. Temperaturstabile Dünfilmwiderstände aus Ti/TiN und Ti/NiCr mit niedrigem Temperaturkoeffizienten und ihre Integration in einen Standard-CMOS-Prozess. Dissertation. Universität Duisburg-Essen, (2008).
- [8] M. Ohring. The Materials Science of Thin Films. Academic Press, London, (1992).
- [9] K. Fuchs. The Conductivity of Thin Metal Films According to the Electron Theory of Metals. Proc. Cambridge Phil. Soc. 34:100-108, (1938).
- [10] E. H. Sondheimer. The Mean Free Path of Electron in Metals. Advances in Physics. 1:1-42, (1952).
- [11] M. Philipp. Electrical Transport and Scattering Mechanisms in Thin Silver Films for Thermally Insulating Glazing. Dissertation. Technische Universität Dresden und Université Pierre et Marie Curie, Paris, (2011).
- [12] L. I. Maissel und R. Glang. Handbook of Thin Film Technology. McGraw Hill, (1970).
- [13] A. F. Mayadas and M. Shatzkes. Electrical-Resistivity Model for Polycrystalline Films: the Case of Arbitrary Reflection at External Surfaces. Physical Review B1. 1382-1389, (1970).
- [14] Veeco application note: Four-point probe measurements - geometrical considerations; Resistivity Probe No. 304. Veeco Instruments Inc New York. www.veeco.com.
- [15] M. Gombotz. Untersuchungen an dünnen Molybdän/Wolfram- und Chromschichten am computerstützten Vier-Spitzen-Messplatz. Diplomarbeit. Technische Universität Wien, (2002).
- [16] P. Kerschenbauer. Widerstandsbestimmung von metallischen Proben mit der Vier-Punkt-Methode. Diplomarbeit. Technische Universität Graz, (2008).

-
- [17] L. J. van der Pauw. A Method of Measuring Specific Resistivity and Hall Effects of Discs of Arbitrary Shape. *Phips Rec. Repts.*, (1958).
- [18] D. Reisinger. Magnetit in ultradünnen epitaktischen Schichtsystemen für die Spinelektronik. Dissertation. Walther-Meißner-Istitut für Tieftemperaturforschung der Bayerischen Akademie der Wissenschaften, (2004).
- [19] J. Gregg, W. Allen, N. Viart, R. Kirschman, C. Sirisathitkul, J. P. Schille, M. Gester, S. Thompson, P. Sparks, V. Da Costa, K. Ounadjela, and M. Skvarla. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 175, (1997).
- [20] G. A. Prinz. *Science* 282. 1660, (1998).
- [21] E. J. W. Verwey. *Nature* 144. 327, (1939).
- [22] T. Hahn. *International Tables for Crystallography Vol.A*. Kluwer Academic Publishers Group, (1987).
- [23] W. C. Hamilton. *Physical Review* 110. 1050, (1958).
- [24] A. Nielsen. Magnetit - ein Material für die Spinelektronik. Dissertation. Technische Universität München, (2009).
- [25] Keithley Application Note Series Number 2475. Four-Probe Resistivity and Hall Voltage Measurements with the Model 4200-SCS. Keithley Instruments Inc.
- [26] H. H. Binder. *Lexikon der chemischen Elemente*. S. Hirzel Verlag, (1999).
- [27] <http://tex.stackexchange.com/questions/141363/draw-a-3d-diamond-structure>
- [28] T. Hibma, F. C. Voogt, L. Niesen, P. A. A. van der Heijden, W. J. M. de Jonge, J.J.T.M Donkers, and P. J. van der Zaag. Anti-phase domains and magnetism in epitaxial magnetite layers. *J. Appl. Phys.*, (1999).
- [29] <http://mobile.euro-inox.org/map/bodycentredcubic/DEbodycentredcubic.php>
- [30] TU Ilmenau. Fakultät für Elektrotechnik und Informationstechnik. Institut für Werkstofftechnik, Leitfähigkeit - GLW 10.
- [31] M. Preisinger. Manipulation der elektronischen Oberflächeneigenschaften monodispersiver Eisenoxid-Nanopartikel. Dissertation. Universität Augsburg, (2005).
- [32] X. H. Liu, A. D. Rata, C. F. Chang, A. C. Komarek, and L. H. Tjeng. Verwey transition in Magnetite thin films: Influence of oxygen stoichiometry and substrate-induced microstructure. *Physical Review B* 90.125142, (2014).
- [33] X. W. Li, A. Gupta, G. Xiao, and G. Q. Gong. Transport and magnetic properties of epitaxial polycrystalline magnetite thin films. *Journal of Applied Physics* 83, (1998).
- [34] W. Erenstein, T. T. Palstra, T. Hibma, and S. Celotto. *Phys. Rev. B* 66. 201101, (2002).

-
- [35] G. Q. Gong, A. Gupta, G. Xiao, W. Qian, and V. P. Dravid. Journal of Applied Physics 83. 7049, (1998).
- [36] S. K. Arora, R. G. S. Sofin, and I. V. Shvets. Phys. Rev. B72. 134404, (2005).
- [37] M. Ziese and H. J. Blythe. Journal of Applied Physics.: Condensed Matter 12, 13, (2000).
- [38] W. Raith. Bergmann/Schaefer, Experimentalphysik Band 2. Elektromagnetismus. 9. Auflage. Walter de Gruyter, (2006).
- [39] H. Ibach und H. Lüth. Festkörperphysik. Einführung in die Grundlagen. 6. Auflage. Springer Verlag, (2002).
- [40] F. Ollendorf. Potentialfelder der Elektrotechnik. Springer Verlag, (1932).
- [41] Hall-Effekt. Fortgeschrittenen Praktikum. Universität Osnabrück.
- [42] R. Gross und A. Marx. Spinelektronik. Walther-Meißner-Institut. Lehrstuhl für Technische Physik (E23). Vorlesungsskript zur Vorlesung im SS 2004.