Praktikum Moderne Physik

# Versuchsprotokoll:

# Dünne Schichten

# Christian Buntin, Jingfan Ye

*Gruppe* **30** Karlsruhe, 16. Januar 2012

# Inhaltsverzeichnis

| 1 | Einl                 | eitung   | 2 |  |
|---|----------------------|--|---|--|
| 2 | Vers                 | suchsaufbau  | 2 |  |
| 3 | Versuchsdurchführung |  | 3 |  |
|   | 3.1                  | Vorbereitung   | 3 |  |
|   | 3.2                  | Messung der Schichtdickenabhängigkeit des Widerstands von Silber | 3 |  |
|   | 3.3                  | Zeitlicher Verlauf nach dem Aufdampfen                           | 5 |  |
|   | 3.4                  | Widerstandsverlauf beim weiteren Aufdampfen von Ag               | 5 |  |
|   | 3.5                  | Widerstandsverlauf beim weiteren Aufdampfen von In               | 6 |  |
|   | 3.6                  | Widerstandsverlauf in Abhängigkeit der Temperatur                | 6 |  |

## 1 Einleitung

In diesem Versuch soll die elektrische Leitfähigkeit dünner metallischer Schichten in Abhängigkeit von ihrer Schichtdicke untersucht werden. Dazu wird Silber auf ein Glassubstrat gedampft und Strom und Spannung gemessen.

### 2 Versuchsaufbau

Das Aufdampfen ist eine gute Methode, um sehr dünne Schichten zu erzeugen. Voraussetzung für diese Methode ist ein Hochvakuum, in welchem sich alle nötigen Apparaturen befinden. Zum Erzeugen des Vakuums wurden zwei Vakuumpumpen benutzt. Zuerst wird der Druck des zu evakuierenden Raumes mit einer Drehschieberpumpe auf etwa  $10^{-1}$  mbar gebracht, um anschließend mithilfe einer Diffusionspumpe auf etwa  $10^{-5}$  mbar abgesenkt zu werden.

Als Träger der dünnen Metallschicht wurde eine kleine, nahezu rechteckige Glasplatte benutzt, welche in den Probenträger geklemmt werden kann. Oberhalb der Glasplatte befindet sich eine Maske / Schablone mit kleinen Öffnungen, durch die das verdampfte Material durchkommen und sich auf das Glas absetzen kann.

Desweiteren befinden sich im Innenraum der Versuchsapparatur (Abbildung 1) Tiegel mit unterschiedlichen Materialien, die bei Erhitzung verdampfen können. Zwischen den Tiegeln und dem restlichen evakuierten Raum ist eine Blende angebracht, mit welcher die Tiegel abgedeckt werden können, aus denen kein Material verdampfen soll. In unserem Versuch benutzten wir zwei Tiegel mit Silber bzw. Indium, die jeweils separat erhitzt werden und mithilfe der Blende auch getrennt mit dem restlichen Raum verbunden werden können.

Zur Messung der Schichtdicke ist ein Quarz als Teil eines Schwingkreises vorhanden. Durch Bedampfen mit Metall verringert sich die Eigenfrequenz des Schwingkreises, womit auf die Dicke der aufgetragenen Schicht geschlossen werden kann.



(a) Vakuumapparatur



(b) Kontrolleinheit

Abbildung 1: Versuchsaufbau

### 3 Versuchsdurchführung

#### 3.1 Vorbereitung

Zunächst wurden auf den Probenträger 30 Å In als Untergrund und danach 500 Å Ag als elektrischen Kontakt aufgetragen. Dabei befanden sich die zu bedampfenden Stellen am Rand und in der Mitte, wodurch zwischen den Kontakten insgesamt zwei Stellen frei blieben, an denen die folgenden Untersuchungen durchgeführt werden können. Die dünne Indiumschicht wurde hierbei nur aufgetragen, um das Silber auf der Platte besser haftbar zu machen.

Anschließend wurden die Kontakte beiderseits der freien Stellen jeweils mit 2 Anschlüssen kontaktiert, um Widerstandsmessungen in einer Vierpolschaltung durchführen zu können. Da die Probe auf dem Glassubstrat langsam in den Probenhalter mit den Klemmelektroden eingeführt werden musste und nicht alle Elektroden gleichzeitig angehoben werden konnten, wurde den die aufgedampften Kontakte teilweise etwas zerkratzt. Mit einem Multimeter überprüften wir nach der Befestigung der Probe im Probenhalter die Kontakte. Ein Kontakt musste mit Silberfarbe repariert werden.

#### 3.2 Messung der Schichtdickenabhängigkeit des Widerstands von Silber

In eine Lücke des Glassubstrats wurden nun mehrere Lagen Ag aufgedampft und bei einem konstanten Strom der Spannungsabfall an dieser Lücke gemessen. Bis zu einer Schichtdicke von etwa 130 Å war die Spannung so hoch, dass sie nicht mit dem Messgerät erfasst werden konnte. Der hohe Widerstand ist darauf zurückzuführen, dass sich dünne Schichten zuerst als Inseln auf dem Glassubstrat ausbilden. Somit herrscht zwischen den Inseln kein elektrischer Kontakt und elektrischer Strom findet vor allem durch Tunnelprozesse statt. Diese Inselbildung ist auf der Schichtdicke nicht zu sehen, da diese ja mit der Schwingfrequenz des Quarzkristalls gemessen wurde, welche nur von der Masse der Schicht über dem Kristall abhängt. Dabei schloss man über die Dichte des aufgedampften Metalls auf dessen Volumen zurück, wodurch man bei Annahme einer homogenen Oberfläche auf die Schichtdicke schließen konnte. Diese letzte Annahme, eine homogene Verteilung der aufgedampften Atome, ist zu Beginn des Aufdampfprozesses auf dem Glassubstrat nicht gewährleistet.

Erst ab etwa einer Schichtdicke von etwa 130 Å konnte eine leichte Veränderung in der Spannung beobachtet werden. Mittels einer Videokamera wurden die Messgeräte für Schichtdicke und Spannung gefilmt und die daraus errechneten Werte für den Widerstand und den spezifischen Widerstand in Abbildung 2 auf der nächsten Seite dargestellt. Dabei wurde immer der Spannungswert beim Ändern der Schichtdicke um 1 Å über diese Schichtdicke aufgetragen.

Wie oben beschrieben und auch erwartet war der Widerstand bei sehr wenig aufgedampften Silberatome sehr hoch. Erst ab 130 Å konnte der Widerstand mit dem Messgerät aufgenommen werden. Von da an sank dieser langsam, da sich mit steigender Anzahl der aufgedampften Atome die Inseln vergrößerten und sich deren Abstände untereinander konsequenterweise verkleinerten, wodurch die Tunnelwahrscheinlichkeit ansteigt und damit der Widerstand abnimmt. In diesem Bereich steigt der spezifische Widerstand jedoch noch weiter an.

Ab einer Schichtdicke von etwa 150 Å sanken sowohl der Widerstand als auch der spezifische Widerstand drastisch, weswegen der Verlauf von Dicke und Widerstandswert mit einer Videokamera aufgenommen wurde. Dieser Punkt kann als derjenige Punkte interpretiert, an dem die Ag-Inseln so groß werden, dass sie sich verbinden und auch "normale" Leitung möglich wird. Dieser Punkt kann als ein Phasenübergang erster Ordnung angesehen werden. Weshalb hier kein Phasenübergang 0. Ordnung auftritt hängt damit zusammen, dass trotz der verbundenen Inseln die Schicht immer noch sehr dünn ist und die viele Streuprozesse an den Oberflächen und an den Körnergrenzen auftreten. Bei weiterem Aufdampfen von Ag wird nun die wirklich vorhandene Schicht vergrößert, sodass die Streuprozesse seltener werden, wodurch der Widerstand abnimmt. Ab einer Dicke von etwa 185 Å ist die Schichtdicke erreicht, an der sich der Widerstand kaum noch ändert.



Abbildung 2: Widerstand einer aufgedampften Ag-Schicht in Abhängigkeit deren Dicke. Das Video mit den Messdaten ist unter http://dl.dropbox.com/u/6369014/Studium/p3/Duenne\_Schichten.3gp zu finden.

#### 3.3 Zeitlicher Verlauf nach dem Aufdampfen

Nach dem Schließen der Blende des Ag-Tiegels wurde beobachtet, wie sich der Widerstand der Probe im zeitlichen Verlauf verhält. Dieser Verlauf ist in Abbildung 3 dargestellt, dabei wurde wieder die Spannung bei konstantem Strom in einer Vierpolschaltung gemessen. Hier wurde nur der absolute Widerstand nach der Zeit aufgetragen, da es die Schichtdicke konstant blieb und der spezifische Widerstand einen entsprechenden Verlauf genommen hätte.



Abbildung 3: Zeitlicher Verlauf des Widerstands einer Ag-Schicht nach dem Aufdampfen.

Wie man an der Auftragung sehen kann, fällt der Widerstand weiter, auch ohne weitere Silberschichten aufzutragen. Dies liegt daran, dass die bereits aufgedampften Silberatome sich nun im Gitter ordnen und Körnergrenzen abbauen. Damit werden Elektronen seltener gestreut und können nun ungehinderter passieren. Nach einiger Zeit wird ein Gleichgewichtszustand erreicht, an dem der Widerstand nur noch kaum abfällt.

#### 3.4 Widerstandsverlauf beim weiteren Aufdampfen von Ag

Auf die eben aufgetragene Silberschicht wurden noch wenige weitere Lagen aufgebracht und dabei der Widerstandsverlauf beobachtet. Allerdings wurde dieser Widerstand hier mit einer Brückenschaltung gemessen. Da die Messgeschwindigkeit zu hoch war, war ein manueller Nullabgleich nicht mehr möglich. Daher wurde die Differenzspannung mittels eines Verstärkers bestimmt und die Anzeige des Verstärkers für verschiedene Empfindlichkeiten so kalibriert, dass aus der Spannungsdifferenz auf die Widerstandsdifferenz geschlossen werden konnte.

Somit konnte die Widerstandsdifferenz für verschiedene Schichtdicken bestimmt werden, aus welcher man durch Addition des Messwiderstands den gesamten Widerstand der Ag-Schicht erhält. Der Verlauf dieser Kurve ist in Abbildung 4 auf Seite 7 dargestellt. Bei der Berechnung des spezifischen Widerstands wurde als Schichtdicke  $d_s$  die Gesamtschichtdicke der dünnen Folie genommen, also die bereits aufgetragene 197 Å-Dicke Silberschicht und die zusätzliche, nun aufgetragene Silberschicht. Wie erwartet fielen sowohl der Widerstand als auch der spezifische Widerstand weiter, da nun Oberflächenstreuungen mit dickerer Schicht immer seltener werden.

#### 3.5 Widerstandsverlauf beim weiteren Aufdampfen von In

Wie vorhin wurden nun noch ein paar wenige zusätzliche Lagen Indium aufgedampft und dabei mit der oben beschriebenen Brückenschaltung der Widerstand der Schicht gemessen. Wieder wurde bei der Berechnung des spezifischen Widerstands die Gesamtdicke der Schicht genommen. Die Dicke der Schicht, auf der das Indium aufgedampft wurde, betrug 219 Å. Der Verlauf dieser Kurve ist in Abbildung 5 auf Seite 8 dargestellt.

Im Gegensatz zum vorherigen Fall, bei dem weitere Silberschichten aufgedampft wurden, steigt hier der Widerstand zuerst etwa an, um später wieder zu fallen. Der Anstieg lässt sich dadurch erklären, dass die vorherige Silberschicht eine glatte Oberfläche bildeten, auf der die Elektronen gut reflektiert werden konnten. Die Anreicherung von Indium lässt die Oberfläche nun aufrauen, sodass Streuungen an den Materialgrenzen viel wahrscheinlicher werden. Mit weiter steigender Indiumschichtdicke nimmt der Widerstand wieder ab, da dieser nun selbst signifikant zum Stromfluss beiträgt.

Dieser Fall entspricht etwa dem beschriebenen Fall aus der Vorbereitungshilfe, bei der Gold auf eine Goldschicht oder eine davor an der Luft verglühte Goldschicht aufgedampft und anschließend der Widerstandswert gemessen wurde, siehe (Abbildung 6 auf Seite 9).

#### 3.6 Widerstandsverlauf in Abhängigkeit der Temperatur

Die Probe wurde mit flüssigem Stickstoff abgekühlt und danach während dem Ansteigen der Temperatur der Widerstand gemessen, diesmal wieder in einer Vierpolschaltung. Den Verlauf dieser temperaturabhängigen Widerstandskurve zeigt Abbildung 7 auf Seite 9.

Die anfänglichen Werte sind leider nicht zu gebrauchen, da sie unter großen Schwankungen aufgenommen wurden. Dies liegt vor allem an den unterschiedlichen thermischen Expansionskoeffizienten der Probe und der Elektroden bei Temperaturveränderungen. Durch die Abkühlung und die langsame Erhitzung bewegten sich die Klemmelektroden auf dem aufgedampften Silber-Indium-Schichten, die als Elektroden auf dem Substrat dienen sollten. Stoßen sie auf Unebenheiten, geht kurz der Kontakt verloren, sodass die Spannungsmessung verfälscht wird. Bei starken Unebenheiten, zum Beispiel auch hervorgerufen durch die Silberfarbe, welche auf dem Substrat aufgetragen wurde, kann es zu starken Fluktuationen führen.

Ab etwa 210 K kann man jedoch einen eindeutigen Anstieg des Widerstands bei steigender Temperatur beobachten. Dies wurde auch erwartet, da mit zunehmender Temperatur die Elektron-Phonon-Streuung im Silber wahrscheinlicher wird. Dieser Effekt ist auch in anderen, geometrisch isotropen Festkörpern zu beobachten.



Abbildung 4: Widerstands einer Ag-Schicht beim Aufdampfen von weiteren Ag-Lagen.



(a) Absoluter Widerstand



(b) Spezifischer Widerstand

Abbildung 5: Widerstands einer Ag-Schicht beim Aufdampfen von weiteren In-Lagen.



Abbildung 6: Normierter Widerstandsverlauf einer dünnen Goldschicht, auf der weitere Goldatome aufgetragen wurden, wobei die Goldschicht vorher bei 620 K in der Luft verglüht wurde (I), oder bei Raumtemperatur belassen wurde (II). <sub>Quelle: D. Schumacher, "Surface scattering experiments with conduction electrons", p.14, Springer, 1993</sub>



Abbildung 7: Widerstands einer Ag-Schicht in Abhängigkeit der Temperatur.