

02

## Сравнение результатов оптических и электрофизических измерений концентрации электронов проводимости в образцах $n$ -InSb

© А.Г. Белов<sup>1</sup>, Е.В. Молодцова<sup>1</sup>, Н.Ю. Комаровский<sup>1,2</sup>, Е.И. Кладова<sup>1</sup>, Р.Ю. Козлов<sup>1,2</sup>,  
Е.О. Журавлёв<sup>1,2</sup>, С.А. Климин<sup>3</sup>, Н.Н. Новикова<sup>3</sup>, В.А. Яковлев<sup>3</sup>

<sup>1</sup> Государственный научно-исследовательский и проектный институт редкометаллической промышленности (АО „Гиредмет“ им. Н.П. Сагина), Москва, Россия

<sup>2</sup> Национальный исследовательский технологический университет „МИСИС“ (НИТУ МИСИС), Москва, Россия

<sup>3</sup> Институт спектроскопии РАН (ИСАН), Троицк, Москва, Россия

e-mail: klimin@isan.troitsk.ru

Поступила в редакцию 13.09.2024 г.

В окончательной редакции 13.09.2024 г.

Принята к публикации 27.09.2024 г.

Исследованы спектры инфракрасного отражения монокристаллических образцов  $n$ -InSb, легированных теллуром, при комнатной температуре. С помощью дисперсионного анализа получены спектральные зависимости действительной и мнимой частей диэлектрической проницаемости и построена функция потерь. Определены значения характеристического волнового числа, отвечающего высокочастотной плазмон-фононной моде и вычислены значения оптической концентрации электронов  $N_{\text{opt}}$ . На тех же образцах выполнены электрофизические измерения по методу Ван дер Пау при комнатной температуре и определены значения холловской концентрации  $N_{\text{Hall}}$ . Показано, что для всех исследованных образцов оптическая концентрация превышает холловскую. Высказано предположение, что приповерхностные слои образцов обогащены свободными электронами. Оценена толщина приповерхностного слоя образца, в котором формируется отраженный световой сигнал, и показано, что она не превышает  $1 \mu\text{m}$ .

**Ключевые слова:**  $n$ -InSb, спектры отражения, плазмон-фононное взаимодействие, метод Ван дер Пау, концентрация свободных электронов.

DOI: 10.61011/OS.2024.09.59185.6959-24

### Введение

В течение ряда лет в АО „Гиредмет“ ведутся исследования, имеющие целью разработку бесконтактного неразрушающего метода определения концентрации свободных носителей заряда (КСНЗ) в образцах сильно легированных полупроводниковых материалов. В основе метода лежит математическая обработка спектра отражения, записанного в средней инфракрасной (СИК) и дальней инфракрасной (ДИК) областях. С помощью дисперсионного анализа по экспериментально измеренному спектру отражения вычислялись зависимости действительной  $\varepsilon_1$  и мнимой  $\varepsilon_2$  частей комплексной диэлектрической проницаемости  $\varepsilon = \varepsilon_1 + i\varepsilon_2$  от волнового числа, после чего строилась так называемая „функция потерь“:

$$LF = \text{Im}(-1/\varepsilon) = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2}.$$

Далее определялось значение характеристического волнового числа  $\nu_+$ , по которому с помощью расчётной градуировочной зависимости вычислялось значение КСНЗ. Хотя рассматриваемый метод определения КСНЗ разработан для  $T = 295 \text{ K}$ , он может быть распространён и на другие температуры, например  $T = 77 \text{ K}$ .

Поскольку в полупроводниковых соединениях  $A_2B_6$  и  $A_3B_5$  присутствует заметная доля ионной связи, при проведении расчётов необходимо учитывать взаимодействие плазменных колебаний с продольными оптическими (ЛО) фононами (плазмон-фононное взаимодействие). В этом случае вместо ранее существовавших независимых колебаний (плазмонов и ЛО-фононов) возникают смешанные плазмон-фононные моды с частотами  $\nu_-$  (низкочастотная, преимущественно фононная) и  $\nu_+$  (высокочастотная, преимущественно плазменная) [1,2]. Для определения КСНЗ использовалась высокочастотная мода  $\nu_+$ , с большим вкладом плазменных колебаний, частота которых непосредственно зависит от значения КСНЗ. Значения  $\nu_-$  и  $\nu_+$  отождествлялись с волновыми числами, отвечающими максимумам функции потерь.

Упомянутый подход был использован для определения концентрации свободных электронов в  $n$ -InSb [3],  $n$ -InAs [4],  $n$ -GaAs [5],  $n$ -GaSb [6], а также дырок в  $p$ -GaAs [7]. В случае наличия в исследуемых образцах свободных носителей заряда только одного типа оптические данные сопоставлялись с результатами традиционных холловских измерений по методу Ван дер Пау [3–5]. Если в образцах присутствовали свободные носители заряда двух типов ( $n$ -GaSb [6],  $p$ -GaAs [7]), то из

сопоставления оптических и холловских данных можно было определить отношение подвижностей „лёгких“ и „тяжёлых“ электронов [6], либо „лёгких“ и „тяжёлых“ дырок [7].

Настоящая работа является непосредственным продолжением ранее начатых исследований. Сравниваются результаты измерений концентрации электронов проводимости, полученные оптическим методом,  $N_{\text{opt}}$ , и электрофизическим методом,  $N_{\text{Hall}}$ , на образцах  $n$ -InSb, легированных теллуром.

## Методика эксперимента

Монокристаллы антимонида индия были получены методом Чохральского. Исходные компоненты In и Sb (чистотой 6N), а также легирующая примесь Te помещались в кварцевый фильтрующий тигель, который устанавливался в рабочий тигель ростовой камеры. Синтез соединения InSb проводился в фильтрующем тигле при температуре  $\approx 750^\circ\text{C}$  в вакууме. После фильтрации расплава в рабочий тигель температура расплава снижалась до  $\approx 525^\circ\text{C}$ . Монокристалл выращивался на затравку, ориентированную в кристаллографических направлениях [100] или [111] (таблица). Выращенный монокристалл отжигался в зоне нагревателя по специальному тепловому режиму, подобранному экспериментально [8].

Контрольные пластины вырезались перпендикулярно оси роста из верхней и нижней частей слитка. Пластины шлифовались на порошке M14 и травились в полирующем травителе для снятия нарушенного слоя. Из пластин вырезались образцы приблизительно квадратной формы с линейными размерами 8–12 mm; толщина образцов изменялась в пределах 0.78–1.98 mm (таблица).

Спектры отражения записывались с помощью фурье-спектрометра Tensog 27 в интервале волновых чисел  $340 < \nu < 1500 \text{ cm}^{-1}$  (разрешение  $2 \text{ cm}^{-1}$ ) и вакуумного фурье-спектрометра BRUKER IFS66v/s в интервале волновых чисел  $50 < \nu < 1200 \text{ cm}^{-1}$  (разрешение  $4 \text{ cm}^{-1}$ ); угол падения был близок к углу нормального падения и составлял не более  $13^\circ$  с нормалью.

Электрофизические измерения проводились по методу Ван дер Пау. Контакты припаивались индием в торец по углам образца. Держатель с двумя образцами, прикрепленными с противоположных сторон, размещался в зазоре между полюсами электромагнита: образцы располагались перпендикулярно направлению индукции магнитного поля. Удельное электрическое сопротивление измерялось в отсутствие магнитного поля, а коэффициент Холла — в магнитном поле с индукцией  $B = 0.5 \text{ T}$  при силе тока через образец 200 mA.

Спектры отражения обрабатывались с применением дисперсионного анализа. Вычислялись зависимости  $\epsilon_1$  и  $\epsilon_2$  от волнового числа, строилась функция потерь  $LF$ , определялось значение характеристического волнового числа  $\nu_+$ , после чего с помощью расчетной градуировочной зависимости вычислялось значение концен-

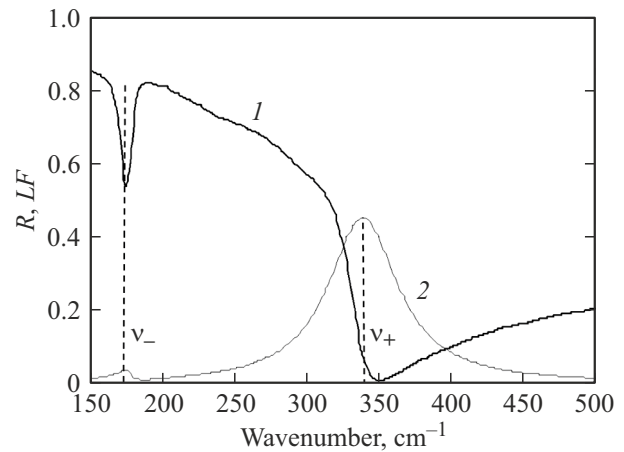


Рис. 1. Спектр отражения образца №1 (кривая 1) и функция потерь (кривая 2). Вертикальными штриховыми линиями обозначены значения  $\nu_-$  и  $\nu_+$ .

трации электронов проводимости  $N_{\text{opt}}$ . Используемая при вычислениях теоретическая модель, а также алгоритм определения  $N_{\text{opt}}$  подробно описаны в работе [3]. Значение  $N_{\text{opt}}$  сравнивалось с аналогичным значением, полученным из холловских измерений,  $N_{\text{Hall}}$ .

## Результаты эксперимента и их обсуждение

На рисунке представлен типичный спектр отражения  $R(\nu)$  (кривая 1) и отвечающая этому спектру функция потерь (кривая 2); образец №1 — см. таблицу.

Как видно из рисунка, функция потерь имеет два максимума: левый (низкочастотный), обусловленный ЛО-фононом, выражен слабо, тогда как правый (высокочастотный) выражен более рельефно. Для упомянутого образца  $\nu_- = 175 \text{ cm}^{-1}$ , а  $\nu_+ = 338 \text{ cm}^{-1}$ . Значение  $N_{\text{opt}}$  определялось по известному значению  $\nu_+$  с помощью расчетной градуировочной зависимости, которая описывается кубической параболой [3]:

$$N_{\text{opt}} = 1.90 \cdot 10^{10} (\nu_+)^3 - 6.90 \cdot 10^{12} (\nu_+)^2 + 3.54 \cdot 10^{15} (\nu_+) - 5.06 \cdot 10^{17}. \quad (1)$$

В таблице представлены параметры исследованных образцов  $n$ -InSb, результаты оптических и электрофизических измерений, а также значения

$$\delta = \frac{N_{\text{opt}} - N_{\text{Hall}}}{N_{\text{opt}}}.$$

Образцы расположены в порядке возрастания значений  $N_{\text{opt}}$ .

Отметим, что разрешение, с которым записывались спектры отражения, было не хуже  $4 \text{ cm}^{-1}$  (см. выше), так что случайная относительная погрешность определения значения  $\nu_+$  не превышает  $\pm 1.2\%$  (образец №1,

Параметры исследованных образцов

№ п/п	Толщина образца, $d$ , mm	Кристаллографическая ориентация	$\nu_+$ , $\text{cm}^{-1}$	Концентрация электронов, $\text{cm}^{-3}$		$\delta$ , %
				$N_{\text{opt}}$	$N_{\text{Hall}}$	
1	1.11	< 100 >	338	$6.36 \cdot 10^{17}$	$5.5 \cdot 10^{17}$	14
2	1.40	< 100 >	351	$7.08 \cdot 10^{17}$	$6.3 \cdot 10^{17}$	11
3	0.89	< 100 >	356	$7.39 \cdot 10^{17}$	$6.5 \cdot 10^{17}$	12
4	1.92	< 111 >	362	$7.73 \cdot 10^{17}$	$6.9 \cdot 10^{17}$	11
5	1.92	< 111 >	386	$9.25 \cdot 10^{17}$	$7.1 \cdot 10^{17}$	23
6	0.86	< 100 >	395	$9.87 \cdot 10^{17}$	$9.2 \cdot 10^{17}$	7
7	0.78	< 100 >	397	$1.00 \cdot 10^{18}$	$9.8 \cdot 10^{17}$	2
8	1.29	< 100 >	408	$1.08 \cdot 10^{18}$	$9.7 \cdot 10^{17}$	10
9	1.36	< 100 >	414	$1.21 \cdot 10^{18}$	$1.2 \cdot 10^{18}$	1
10	0.98	< 100 >	474	$1.64 \cdot 10^{18}$	$1.5 \cdot 10^{18}$	9
11	1.54	< 100 >	502	$1.94 \cdot 10^{18}$	$1.5 \cdot 10^{18}$	22
12	1.55	< 100 >	536	$2.33 \cdot 10^{18}$	$2.2 \cdot 10^{18}$	5
13	1.66	< 100 >	537	$2.35 \cdot 10^{18}$	$2.0 \cdot 10^{18}$	16
14	1.98	< 111 >	555	$2.58 \cdot 10^{18}$	$2.0 \cdot 10^{18}$	22

для которого  $\nu_+ = 338 \text{ cm}^{-1}$ ). Для всех остальных образцов упомянутая погрешность ещё меньше. Согласно специально проведенным метрологическим исследованиям холловской методики, случайная относительная погрешность определения  $N_{\text{Hall}}$  с доверительной вероятностью  $P = 0.95$  не превосходит  $\pm 6\%$ . Соответственно, в таблице значения  $N_{\text{opt}}$  приведены с двумя знаками после запятой, а значения  $N_{\text{Hall}}$  — с одним. Значения параметра  $\delta$  приведены с округлением.

Как видно из таблицы, для всех исследованных образцов  $N_{\text{opt}} > N_{\text{Hall}}$ , причем это различие не зависит от концентрации электронов, кристаллографической ориентации образца и изменяется в широких пределах: от 1% (образец №9) до 23% (образец №5). Подобная картина наблюдалась нами и применительно к образцам  $n\text{-InAs}$ , легированным серой и оловом. Оптическая концентрация превышала холловскую, а значение параметра  $\delta$  достигало 20% [4].

В случае образцов  $n\text{-GaAs}$ , легированных теллуром и кремнием, наблюдалась обратная картина: оптическая концентрация оказалась меньше холловской [9].

Таким образом, можно констатировать, что значения оптической и холловской концентраций электронов проводимости отличаются, причем отличие может быть в обе стороны в зависимости от материала образца. Здесь необходимо отметить принципиально важный аспект. Коль скоро отраженный световой сигнал формируется в узком приповерхностном слое образца, значения  $N_{\text{opt}}$ , полученные из оптических измерений, будут относиться именно к этому слою, тогда как значения  $N_{\text{Hall}}$  —

ко всему объему образца. Это и может послужить причиной расхождения в значениях  $N_{\text{opt}}$  и  $N_{\text{Hall}}$ .

Какова же толщина этого приповерхностного слоя? Попытаемся оценить её, предположив, что в качестве слоя, в котором формируется отраженный световой сигнал, выступает скин-слой. В этом случае воспользуемся известной формулой

$$l = c \sqrt{\frac{2\varepsilon_0}{\omega \eta e N \mu}}. \quad (2)$$

Здесь  $l$  — толщина скин-слоя,  $c = 3 \cdot 10^{10} \text{ cm/s}$  — скорость света в вакууме,  $\varepsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-14} \text{ F/cm}$  — диэлектрическая постоянная,  $\omega = 2\pi c \nu$  ( $\text{s}^{-1}$ ) — круговая частота света,  $\eta$  — безразмерная магнитная проницаемость материала,  $e = 1.6 \cdot 10^{-19} \text{ C}$  — заряд электрона,  $N$  — концентрация электронов проводимости,  $\mu$  — их подвижность.

Для оценки по формуле (2) выберем значения параметров, относящихся к образцу №1 (таблица):  $\nu \approx \nu_+ = 338 \text{ cm}^{-1}$  ( $\omega = 6.37 \cdot 10^{13} \text{ s}^{-1}$ ),  $\eta = 1$  (немагнитный материал),  $N = N_{\text{Hall}} = 5.5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$ ,  $\mu = 2.7 \cdot 10^4 \text{ cm}^2/(\text{V}\cdot\text{s})$ . Тогда в соответствии с формулой (2) получим  $l \approx 3.2 \cdot 10^{-5} \text{ cm} = 0.32 \mu\text{m}$ . Это толщина слоя, в котором интенсивность электромагнитной волны убывает в  $e \approx 2.71$  раза. Взяв за толщину интересующего нас слоя значение  $3l$ , получим, что значение  $N_{\text{opt}}$  относится к приповерхностному слою образца толщиной около  $1 \mu\text{m}$ . Для других исследованных образцов это значение будет ещё меньше.

Из полученных данных следует, что для всех исследованных образцов приповерхностный слой обогащен свободными электронами (также, как и в образцах *n*-InAs [4]). Среди возможных причин можно перечислить две основные: топологические эффекты и неравномерное распределение легирующей примеси по объему кристалла. Что касается первого предположения, следует обратить внимание на работу [10], в которой предсказано возникновение топологически нетривиальной фазы в напряженном InSb. В свою очередь легирование приводит к определенным напряжениям в материале. Предположение о неравномерном распределении, на наш взгляд, не может объяснить эффект разного знака в разных образцах, так как при вырезании пластины на поверхности может оказаться фрагмент монокристалла как с повышенной, так и с пониженной концентрацией теллура. Имеющейся информации недостаточно для того, чтобы сделать какие-либо выводы о природе упомянутого слоя. Этот вопрос является предметом самостоятельного исследования.

## Выводы

1. Получены спектры инфракрасного отражения образцов *n*-InSb, легированных теллуrom, при комнатной температуре. С помощью дисперсионного анализа построены функции потерь и определены значения концентрации электронов проводимости  $N_{\text{opt}}$ .

2. На тех же образцах проведены электрофизические измерения по методу Ван дер Пау при комнатной температуре и получены значения холловской концентрации  $N_{\text{Hall}}$ .

3. Показано, что для всех исследованных образцов оптическая концентрация превышает холловскую. Высказано предположение, что приповерхностные слои исследованных образцов обогащены электронами проводимости.

4. Оценена толщина приповерхностного слоя образца, в котором формируется отраженный световой сигнал. Показано, что она не превосходит  $1 \mu\text{m}$ .

## Конфликт интересов

Авторы заявляют, что у них нет конфликта интересов.

## Список литературы

- [1] B.V. Varga. Phys. Rev. A, **137**, 1896 (1965). DOI: 10.1103/Phys.Rev.137.A1896
- [2] K.S. Singwi, M.P. Tosi. Phys. Rev., **147** (2), 658 (1966). DOI: 10.1103/Phys.Rev.147.658
- [3] I.M. Belova, A.G. Belov, V.E. Kanevskii, A.P. Lysenko. Semiconductors, **52** (15), 1942 (2018). DOI: 10.1134/S1063782618150034
- [4] T.G. Yugova, A.G. Belov, V.E. Kanevskii, E.I. Kladova, S.N. Knyazev, I.B. Parfent'eva. Modern Electronic Materials, **6** (3), 85 (2020). DOI: 10.3897/j.moem.6.3.64492
- [5] А.Г. Белов, Е.В. Молодцова, С.С. Кормилицина, Р.Ю. Козлов, Е.О. Журавлев, С.А. Климин, Н.Н. Новикова, В.А. Яковлев. Опт. и спектр., **131** (7), 919 (2023). DOI: 10.21883/OS.2023.07.56126.4318-23
- [6] А.Г. Белов, V.E. Kanevskii, E.I. Kladova, S.N. Knyazev, N.Yu. Komarovskiy, I.B. Parfent'eva. E.V. Chernyshova. Modern Electronic Materials, **9** (2), 69 (2023). DOI: 10.3897/j.moem.9.2.109743
- [7] Н.Ю. Комаровский, Е.В. Молодцова, А.Г. Белов, М.Б. Гришечкин, Р.Ю. Козлов, С.С. Кормилицина, Е.О. Журавлев, М.С. Нестюркин. Заводская лаборатория. Диагностика материалов, **89** (8), 38 (2023). DOI: 10.26896/1028-6861-2023-89-8-38-46
- [8] Н.Ю. Комаровский, А.Г. Белов, Е.И. Кладова, С.Н. Князев, Е.В. Молодцова, И.Б. Парфентьева, А.А. Трофимов. Прикладная физика, **6**, 54 (2023). DOI: 10.51368/1996-0948-2023-6-54-59
- [9] Z. Zhu, Y. Cheng, and U. Schwingenschlögl. Phys. Rev. B, **85**, 235401 (2012). DOI: 10.1103/PhysRevB.85.235401