

Versetzungsaktivität und Rissbildung in Galliumarsenid und Galliumnitrid

Dissertation

zur Erlangung des
Doktorgrades der Naturwissenschaften (Dr. rer. nat.)

Der
Naturwissenschaftlichen Fakultät II
Chemie, Physik und Mathematik

der Martin-Luther-Universität
Halle-Wittenberg

vorgelegt

von Herr Dipl.-Phys. Ingmar Ratschinski
geb. am 21. April 1983 in Halle (Saale)

Gutachter:

1. PD Dr. H. Leipner
2. Prof. Dr. P. Dold
3. Prof. Dr. M. Kittler

Eingereicht am: 20.01.2015

Tag der Verteidigung: 28.09.2015

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	3
2	Entstehung, Eigenschaften und Abbildung von Versetzungen und Rissen	5
2.1	Grundlegende Eigenschaften von Versetzungen	5
2.2	Versetzungen in der Zinkblende-Struktur	10
2.3	Versetzungen in der Wurtzit-Struktur	14
2.4	Modelle der Rissbildung	16
2.5	Abbildung von Versetzungen und Rissen	21
3	Experimentelle Techniken	28
3.1	Eigenschaften untersuchter Halbleitermaterialien	28
3.2	Indentierungsexperimente	30
3.3	Mikroskopische Untersuchungen	34
4	Entstehung und Ausbreitung von Versetzungen	36
4.1	Versetzungen in (001)-GaAs, (110)-GaAs und (111)-GaAs	36
4.2	Versetzungen in (0001)-GaN und (1100)-GaN	41
5	Rissbildung und mechanische Eigenschaften	53
5.1	Untersuchung von (001)-GaAs, (110)-GaAs und (111)-GaAs	53
5.2	Untersuchung von (0001)-GaN und (1100)-GaN	60
6	Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Rissen	66
6.1	Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Rissen in GaAs	66
6.2	Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Rissen in GaN	73
6.3	Vergleich der Eigenschaften von GaAs und GaN	76
6.4	Versetzungen und Risse bei der Züchtung und mechanischen Bearbeitung von GaN-Kristallen	78
7	Zusammenfassung	82
8	Literaturverzeichnis	84
9	Anhang	88

Symbole und Abkürzungen

(hkl) Indizierung einer bestimmten Kristalloberfläche oder Gitterebene
{hkl} Indizierung der Menge aller äquivalenten Kristallebenen bzw. Gitterebenen
[uvw] Indizierung einer bestimmten Kristallrichtung
<hkl> Indizierung der Menge aller äquivalenten Kristallrichtungen

b Burgers-Vektor
c Risslänge
F Kraft bzw. Prüfkraft
F_c Rissbildungswiderstand
H_v Vickers-Härte
K_c Risszähigkeit
l Linienvektor
n relative Risshäufigkeit
N Anzahl der auftretenden Risse
N₀ Anzahl der möglichen Risse
r Radius von Lateralrissen

FIB Fokussierte Ionenstrahltechniken
GaAs Galliumarsenid
GaN Galliumnitrid
GaP Galliumphosphid
KL Kathodolumineszenz
LM Lichtmikroskopie
REM Rasterelektronenmikroskop
SE Sekundärelektronen
TEM Transmissionselektronenmikroskop

1 Einleitung

Halbleitermaterialien bilden die Grundlage von Bauelementen wie Dioden und Transistoren und der darauf aufbauenden Elektrotechnik, ohne die heutige Informationstechnologien nicht möglich wären. Die Zuordnung von Materialien zu Halbleitern erfolgt nach der elektrischen Leitfähigkeit und liegt zwischen den Werten für Leiter (Metalle) und Nichtleiter (Isolatoren). Innerhalb der Halbleiter wird zwischen Elementhalbleitern (bestehend aus einem chemischen Element) und Verbindungshalbleitern (chemische Verbindungen) unterschieden. Viele Verbindungshalbleiter, wie Galliumarsenid (GaAs) und Galliumnitrid (GaN), besitzen eine direkte Bandlücke, wodurch sie eine effektivere Emission und Absorption von Licht ermöglichen als indirekte Halbleiter, zu denen die Elementhalbleiter Silicium und Germanium gehören.

Aufgrund der direkten Bandlücke von 1,4 eV [Cho00] wird GaAs in Laserdioden und Leuchtdioden im Infrarotbereich eingesetzt. Zusammen mit strukturell ähnlichen Verbindungen wie Aluminiumgalliumarsenid (AlGaAs) und Galliumphosphid (GaP) lässt sich ein großer Wellenbereich von Infrarot bis Grün abdecken. Bauelemente, die im Bereich geringerer Wellenlängen arbeiten (Blau bis Ultraviolett), erfordern Materialien mit größerer Bandlücke wie GaN mit 3,39 eV [Cho00]. 1969 wurde GaN mittels Hydridgasphasenabscheidung auf Saphir gezüchtet [Mar69], doch es waren viele Verbesserungen der Materialeigenschaften erforderlich, bis 1993 blaue Leuchtdioden auf Basis eines p-n-Übergangs kommerziell verfügbar wurden [Aka06]. 2014 wurden I. Akasaki, H. Amano und S. Nakamura „für die Erfindung effizienter, blaues Licht ausstrahlender Dioden, die helle und energiesparende Lichtquellen ermöglicht haben“ für den Nobelpreis für Physik nominiert [Nob14].

Aufgrund der hohen Schmelztemperatur verbunden mit dem hohen Dampfdruck kann GaN nicht mit Gleichgewichtsmethoden aus der Schmelze gewonnen werden, wie dies im Fall von GaAs möglich ist. Daher wurde GaN zunächst auf Fremdsubstraten wie Saphir oder Siliciumcarbit aufgewachsen. Die unterschiedlichen Gitterkonstanten von GaN und Saphir führen zu Versetzungen und mechanischen Spannungen an der Grenzfläche und verschlechtern dadurch die mechanischen, elektrischen und optischen Eigenschaften [Dro96]. Eine Möglichkeit, die Materialeigenschaften zu verbessern, ist die Züchtung von freistehenden GaN-Einkristallen. Ein vorrangiges Ziel der Kristallzüchtung besteht in der Reduktion von Kristalldefekten. Diese Dissertation bietet Informationen über die Ausbreitung von Versetzungen und Rissen, die für die Züchtung von Kristallen von Bedeutung sind.

Für die Herstellung von Bauelementen werden dünne, kristalline Scheiben eines Materials benötigt (Wafer). An die Oberfläche von Wafern werden hohe Anforderungen gestellt: Sie soll möglichst eben sein und eine geringe Versetzungsdichte aufweisen, da Versetzungen die elektrischen und optischen Eigenschaften verschlechtern. Zur Herstellung von Bauelementen werden Strukturen in großer Anzahl auf Wafern aufgebracht. Anschließend werden die Chips (Grundeinheiten von einzelnen Bauelementen) vereinzelt, in Gehäuse eingesetzt und kontaktiert. Die für diese Prozesse notwendige, mechanische Bearbeitung erfolgt fast ausschließlich im Bereich des Sprödbruchs, wobei das Material durch die Bildung und Vernetzung von Mikrorissen abgetragen wird [Ber07, Ham05]. Die Hersteller von Wafern und Bauelementen sind bestrebt, die Materialverluste zu minimieren, was jedoch eine gute Kenntnis der Bildung und Ausbreitung von Versetzungen und Rissen erfordert. Hier setzt der zweite Schwerpunkt für die Anwendung der Ergebnisse dieser Dissertation an. Die elastische und plastische Deformation von GaAs und GaN wurde in der Literatur schon beschrieben und

es liegen bereits Ergebnisse zu Versetzungen in GaN vor. Die Bildung und das Wachstum von Mikrorissen sowie die Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Rissen sind jedoch noch immer unzureichend untersucht.

Um Versetzungen und Risse zu erzeugen wurden Proben aus GaAs-Wafern und freistehenden GaN-Kristallen in Modellexperimenten mit Hilfe von Diamantspitzen (Indenter) deformiert und die verbleibenden Eindrücke des Indenters (Indentierungen) wurden mikroskopisch untersucht. Risse wurden mittels Lichtmikroskopie (LM) und Rasterelektronenmikroskopie (REM) im Sekundärelektronenkontrast (SE) abgebildet und Versetzungen wurden mit Hilfe von Kathodolumineszenz (KL) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) untersucht. Als weitere Methode wurde lokale Ramanspektroskopie eingesetzt.

In dieser Arbeit werden zu Beginn die Entstehung, die Eigenschaften sowie die Theorie der mikroskopischen Abbildung von Versetzungen und Rissen beschrieben (Kapitel 2). In den experimentellen Techniken (Kapitel 3) werden die untersuchten Halbleitermaterialien, die Probenpräparation und die technischen Aspekte der Mikroskopie erläutert. Den Hauptteil bilden die Untersuchungen von Versetzungen (Kapitel 4) und Rissen (Kapitel 5) sowie deren Wechselwirkungen (Kapitel 6). In diesen drei Kapiteln wird GaAs im jeweils ersten Abschnitt betrachtet und GaN im darauf folgenden Abschnitt. Die beiden letzten Abschnitte von Kapitel 6 beinhalten einen Vergleich von GaAs und GaN sowie die Anwendung von Ergebnissen dieser Dissertation bei Züchtung und der mechanischen Bearbeitung von GaN-Kristallen. Die Dissertation schließt mit einer Zusammenfassung (Kapitel 7), dem Literaturverzeichnis (Kapitel 8) und dem Anhang (Kapitel 9) ab.

2 Entstehung, Eigenschaften und Abbildung von Versetzungen und Rissen

In diesem Kapitel werden die theoretischen Grundlagen zu Versetzungen und Rissen beschrieben. Ausgehend von der Deformation eines Festkörpers wird das Grundprinzip von Versetzungen eingeführt und es werden grundlegende Begriffe des Versetzungskonzepts erklärt (Linienvektor \mathbf{l} , Burgers-Vektor \mathbf{b} , Gleitebene). Auf dieser Grundlage werden spezifische Informationen über Versetzungen in der Zinkblendestruktur (GaAs) und der Wurtzitstruktur (GaN) zusammengestellt. Im vierten Abschnitt des Kapitels werden Modelle der Rissbildung und der Rissausbreitung beschrieben. Diese Betrachtungen umfassen die Risskeimbildung durch Versetzungsreaktionen, eine Beschreibung der Rissöffnungsarten und der mechanischen Spannungen nahe der Rissspitze sowie ein Modell zur Rissausbreitung an Indentierungen. Im letzten Abschnitt dieses Kapitels wird die Abbildung von Versetzungen und Rissen beschrieben.

2.1 Grundlegende Eigenschaften von Versetzungen

Versetzungen sind Liniendefekte in Kristallen, die beim Wachstum oder der plastischen Deformation von Kristallen entstehen. Versetzungen werden durch den Linienvektor \mathbf{l} gekennzeichnet der entlang der Versetzung verläuft, sowie durch den Burgers-Vektor \mathbf{b} der die Störung des Kristallgitters entlang der Versetzungslinie beschreibt [Boh95].

Zur Veranschaulichung des Versetzungskonzepts wird zunächst ein elementares Beispiel betrachtet: die Entstehung und Bewegung einer Versetzung unter Einfluss einer Schubspannung. Wirkt auf einen Kristall eine Kraft, so wird dieser zunächst elastisch verformt. Übersteigt die Kraft einen kritischen Wert, wird der Körper plastisch deformiert, so dass auch nach Entfernen der äußeren Kraft ein Teil der Deformation erhalten bleibt. Wirkt auf einen Kristall eine Schubspannung (Pfeile in Abb. 2.1.1), so können die Gitterebenen gegeneinander verschoben werden. In dem Kristall entsteht entlang einer Linie in x -Richtung ein Defekt (Abb. 2.1.1.b), bei dem es sich um eine Versetzung handelt, wobei das Ende der zusätzlichen x - y -Halbebene mit \perp gekennzeichnet ist. Wirkt die Schubspannung weiter, so kann sich dieser Defekt entlang der x - z -Ebene durch den Kristall bewegen, indem nur die Bindungen in direkter Umgebung des Defekts umgelagert werden (Abb. 2.1.1.c). Erreicht die Versetzung die gegenüberliegende Seite des Kristalls, so hinterlässt sie dort eine Stufe auf der Oberfläche (Abb. 2.1.1.d). Die Schubspannung hat so zu einer plastischen Deformation des Kristalls geführt.

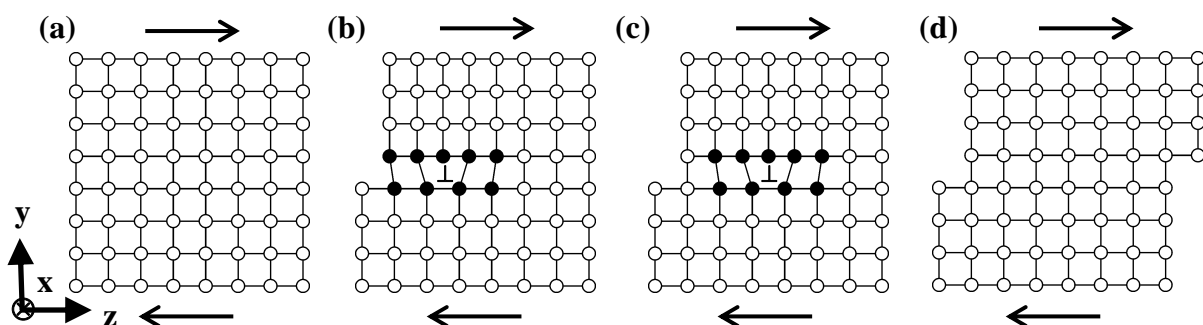


Abb. 2.1.1. Entstehung und Bewegung einer Versetzung unter dem Einfluss einer Schubspannung.

In den Experimenten dieser Dissertation wurden Versetzungen durch die Deformation von Proben mit einem Prüfkörper aus Diamant (Indenter) erzeugt. Die Entstehung von Versetzungen lässt sich am Beispiel eines quaderförmigen Prüfkörpers veranschaulichen (Abb. 2.1.2.a). Wirkt dieser Körper mit einer Kraft auf einen Kristall, so wird dieser Kristall elastisch deformiert, indem der Abstand zwischen den darunter liegenden Gitterebenen verringert wird (Abb. 2.1.2.b). Überschreitet die Kraft einen kritischen Wert, so führt dies zu einer Vertiefung in der Oberfläche mit einem Gittervektor entlang der z -Richtung, wobei sich das verschobene Material nun in Form einer zusätzlichen Ebene unterhalb der Vertiefung befindet (Abb. 2.1.2.c, d, vgl. [Tro99]). Der Rand dieser Ebene wird von einer Stufenversetzung mit einem Burgers-Vektor in z -Richtung begrenzt. Der Burgers-Vektor entspricht der Richtung des Materialtransports.

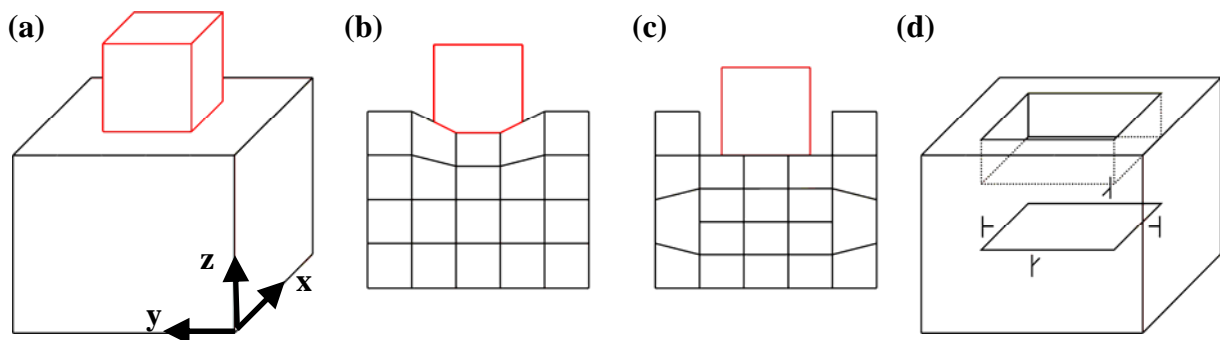


Abb. 2.1.2. Entstehung einer Versetzung unter einem harten Prüfkörper.

Versetzungen können außer durch mechanische Deformation auch während des Kristallwachstums entstehen und werden dann als eingewachsene Versetzungen bezeichnet. Ein Spezialfall ist die Entstehung von Versetzungen an einer Grenze zwischen zwei einkristallinen Materialien A und B mit verschiedenen Gitterkonstanten a und b . Wird das Material B auf einem Substrat aus dem Material A abgeschieden, so wird der Unterschied der Gitterkonstanten zunächst durch eine elastische Deformation der Schicht ausgeglichen. Mit zunehmender Schichtdicke des Materials B nimmt auch die elastische Energie zu, so dass Versetzungen nahe der Grenzschicht entstehen können (Abb. 2.1.3). Diese Versetzungen gleichen die Fehlanpassung der Materialien A und B aus und werden als Fehlanpassungsversetzungen (misfit dislocations) bezeichnet. Ihr mittlerer Abstand h kann gemäß $h = (b/a) \cdot a / |a-b|$ aus deren Burgers-Vektor b und den Gitterkonstanten a und b berechnet werden. Auf diese Weise entsteht ein Netzwerk von Versetzungen parallel zur Grenzfläche entsprechend der Kristallstruktur und Orientierung der Materialien A und B [Boh95].

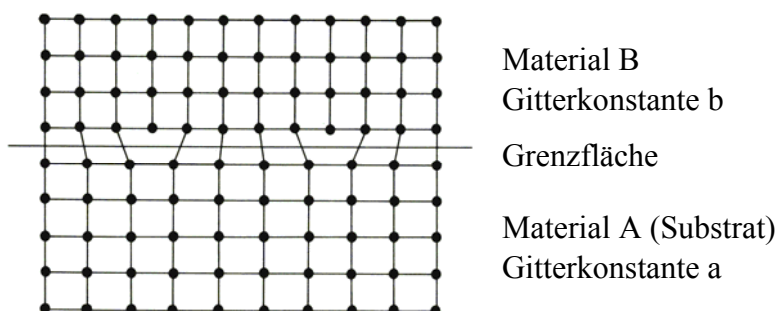


Abb. 2.1.3. Entstehung von Versetzungen an einer Phasengrenze zweier Materialien A und B [Boh95].

Der Burgers-Vektor einer Versetzung kann in einem Modell mit dem Burgers-Umlauf bestimmt werden. Dazu wird der Umlauf in einem gestörten Kristall mit dem in einem ungestörten Kristall verglichen (Abb. 2.1.4.a, b). Der zusätzliche Schritt entlang eines Gittervektors, der erforderlich ist, um den Umlauf im gestörten Kristall zu schließen, entspricht dem Burgers-Vektor \mathbf{b} der Versetzung. Der Linienvektor \mathbf{l} folgt dem gestörten Bereich entlang der Versetzung. Aus der Entstehung von Versetzungen folgt, dass der Burgers-Vektor \mathbf{b} entlang der Versetzung eine Erhaltungsgröße ist, d.h. eine Versetzung kann nicht in einem defektfreien Kristall beginnen oder enden, sondern sie muss geschlossen sein, sich an einem Versetzungsknoten verzweigen oder an der Kristalloberfläche oder einem Defekt wie einer Korngrenze enden [Boh95].

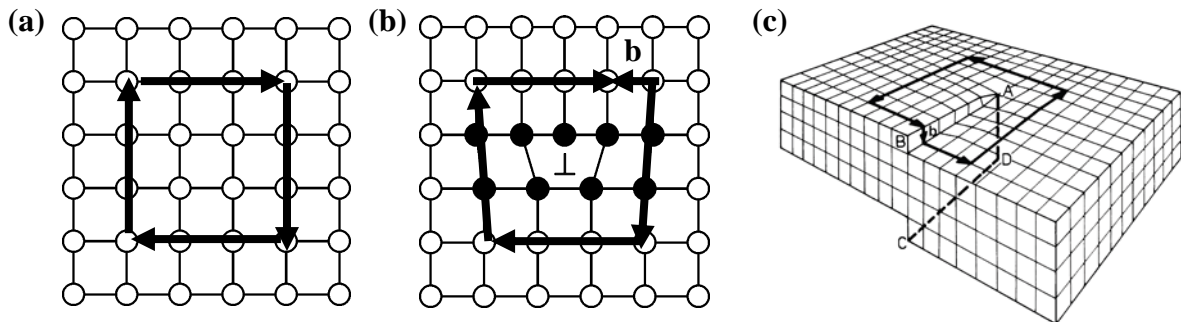


Abb. 2.1.4. Modell (a) eines defektfreien Kristalls, (b) einer Stufenversetzung und (c) einer Schraubenversetzung [Wei95] in einem einfach kubischen Gitter.

Es wird zwischen zwei Spezialfällen von Versetzungen unterschieden. Stehen \mathbf{b} und \mathbf{l} senkrecht aufeinander wird die Versetzung als Stufenversetzung bezeichnet (Abb. 2.1.4.b) und sind \mathbf{b} und \mathbf{l} parallel als Schraubenversetzung (Abb. 2.1.4.c). Tritt keiner dieser Fälle auf, wird die Versetzung nach dem Winkel zwischen \mathbf{b} und \mathbf{l} benannt wie im Fall der 60° -Versetzungen in der Zinkblendestruktur. Die Gleitebene einer Versetzung wird durch \mathbf{b} und \mathbf{l} aufgespannt (x-z-Ebene in Abb. 2.1.1). Unter dem Einfluss einer Schubspannung kann sich eine Versetzung auf dieser Ebene bewegen (Gleiten). Eine Bewegung außerhalb der Gleitebene wird als Klettern bezeichnet [Boh95].

Eine Schraubenversetzung weist keine eindeutig definierte Gleitebene auf, da \mathbf{b} und \mathbf{l} parallel zueinander sind. Trifft eine Schraubenversetzung auf ein Hindernis, so kann sie auf eine andere Gleitebene ausweichen und anschließend wieder auf die ursprüngliche Gleitebene zurückkehren (Abb. 2.1.5). Dieser Prozess wird als Quergleiten bzw. mehrfaches Quergleiten bezeichnet (multiple cross slip) und führt zu einer Vergrößerung der Versetzungslänge. Das Versetzungssegment auf der oberen Gleitebene (Abb. 2.1.5.c) kann Versetzungsringe emittieren und so zu einer Abscherung des Kristalls parallel zur Gleitebene führen [Boh95].

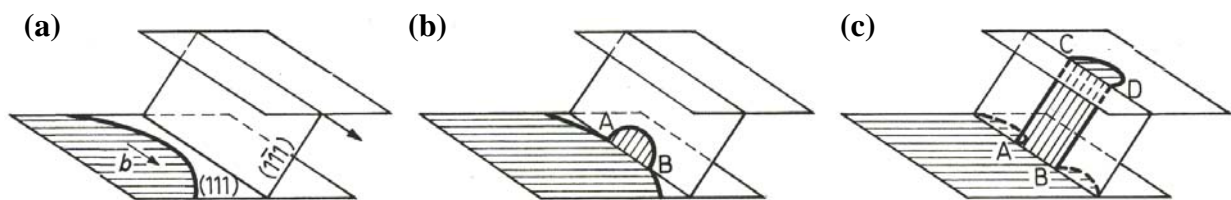


Abb. 2.1.5. Prozess des doppelten Quergleitens: (a) Ausbreitung eines Versetzungsringes, (b) Quergleiten eines Schraubenversetzungssegments (c) Quergleiten der Schraubenversetzung auf eine Gleitebene parallel zur ursprünglichen Ebene [Boh95].

Treffen zwei Versetzungen innerhalb einer gemeinsamen Gleitebene aufeinander und reagieren, so ist der resultierende Burgers-Vektor die vektorielle Summe der Burgers-Vektoren bei einzelnen Versetzungen [Boh95]:

$$\mathbf{b}_1 + \mathbf{b}_2 \rightarrow \mathbf{b}_3 \quad (2.1.1)$$

Ein Prozess in umgekehrter Richtung wird als Aufspaltung bezeichnet:

$$\mathbf{b}_1 \rightarrow \mathbf{b}_2 + \mathbf{b}_3 \quad (2.1.2)$$

Das Stattfinden von Versetzungsreaktionen wird durch die Energie der Versetzungen bestimmt. Sie setzt sich aus der Energie der elastischen Deformation in Umgebung der Versetzung und der Energie des Versetzungskerns (z.B. unabgesättigte Bindungen) zusammen. Die elastische Energie E von Stufenversetzungen und Schraubenversetzungen ist proportional zur ihrer Länge l und dem Quadrat ihres Burgers-Vektors \mathbf{b} [Boh95]:

$$E_{\text{Schraube}} = \frac{b^2 l G}{4\pi} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right) \quad (2.1.3)$$

$$E_{\text{Stufe}} = \frac{b^2 l G}{4\pi(1-\nu)} \ln\left(\frac{R}{r_0}\right) \quad (2.1.4)$$

Dabei ist G das Schubmodul, ν die Poisson-Zahl, sowie R der äußere und r_0 der innere Radius um die Versetzungslinie l bei der Integration über die elastische Energie. R kann durch den mittleren Abstand der Versetzungen nach $R = 1/\sqrt{\rho}$ aus der Versetzungsdichte ρ abgeschätzt werden und r_0 aus der Gitterkonstante des Kristalls [Boh95].

Werden zwei Versetzungen in einem primitiven kubischen Gitter mit einem Gitterparameter a mit $\mathbf{b}_1 = a[100]$ und $\mathbf{b}_2 = a[100]$ betrachtet, so wäre eine Reaktion zu einer Versetzung mit $\mathbf{b}_3 = [200]$ denkbar. Diese Reaktion wäre aber energetisch ungünstig, da wegen $E \sim \mathbf{b}^2$ für die einzelnen Versetzungen aus $\mathbf{b}_1^2 + \mathbf{b}_2^2 = a^2 + a^2 = 2a^2$ eine Gesamtenergie von $E \sim 2a^2$ folgt und für die resultierende Versetzung aus $\mathbf{b}_3^2 = 4a^2$ eine Energie von $E \sim 4a^2$. In der entgegengesetzten Richtung würde dieser Vorgang ablaufen [Boh95].

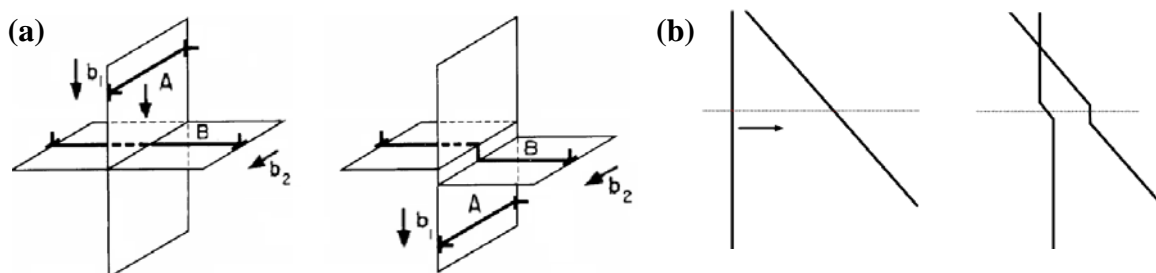


Abb. 2.1.6. Schnittprozesse von Versetzungen: (a) Schnitt von zwei Stufenversetzungen deren Burgers-Vektoren senkrecht zueinander orientiert sind, (b) Schnitt von zwei Schraubenversetzungen [Boh95].

Treffen zwei Versetzungen auf nichtparallelen Gleitebenen aufeinander, so durchschneiden sie einander und es bilden sich Stufen in den betroffenen Versetzungslinien. Bewegt sich eine Stufenversetzung A mit \mathbf{l}_1 und \mathbf{b}_1 innerhalb der Gleitebene über eine andere Stufenversetzung

B mit \mathbf{b}_2 und \mathbf{l}_2 hinweg (Abb. 2.1.6.a, Boh95), so entsteht auf der Versetzung B eine Stufe (jog) mit einer Höhe von \mathbf{b}_1 , da die beiden Bereiche des Kristalls um den Burgers-Vektor \mathbf{b}_1 gegeneinander verschoben werden. Die Versetzung A bleibt unverändert und erhält keine Stufe, da \mathbf{l}_1 und \mathbf{b}_2 parallel sind. Die Stufe auf der Versetzung B liegt außerhalb der Gleitebene und erschwert daher die weitere Bewegung dieser Versetzung [Boh95].

Durchschneiden sich hingegen zwei Stufenversetzungen C und D mit parallelen Burgers-Vektoren, so bildet sich auf jeder der beiden Versetzungen ein Knick (kink). Diese Art der Stufe liegt innerhalb der Gleitebene der Versetzung und behindert die weitere Ausbreitung daher nicht. Im Fall des Schnitts einer Stufenversetzung E und einer Schraubenversetzung F sowie zweier Schraubenversetzungen G und H (Abb. 2.1.6.b) bilden sich auf beiden Versetzungen Stufen. Dadurch wird die weitere Bewegung der Versetzung E erschwert. Die Stufe auf einer Schraubenversetzung (F, G, H) führt dazu, dass sich die Versetzung nur noch auf der Gleitebene der Stufe ungehindert bewegen kann [Boh95].

Gleitet eine Versetzung in eine Richtung, so dass die Gleitebene der Versetzung von derjenigen der Stufe voneinander abweicht, dann muss die Stufe für eine weitere Bewegung klettern. Dadurch ist die Geschwindigkeit der Stufe geringer als die der Versetzung, so dass die Stufe zurückbleibt und eine Versetzungsschleife entsteht. Wenn der Abstand der Stufe zur Versetzung zu groß wird, können Segmente dieser Schleife abgeschnürt werden. Dadurch kann eine Stufe im Verlauf ihrer Bewegung eine Spur von Punktdefekten hinterlassen [Boh95].

Die Beweglichkeit von Versetzungen wird durch das Materialsystem, die Temperatur, die wirksame Schubspannung und die Art der Versetzung bestimmt. Die Geschwindigkeit v einer Versetzung kann nach einem Modell gemäß der Gleichung 2.1.5 berechnet werden,

$$v = v_0 \cdot \left(\frac{\tau}{\tau_0} \right)^m \cdot e^{-\frac{Q}{k_B T}} \quad (2.1.5)$$

mit der wirksamen Schubspannung τ , der Aktivierungsenergie Q , der Temperatur T und den Konstanten v_0 und τ_0 [Boh95].

2.2 Versetzungen in der Zinkblende-Struktur

GaAs ist ein III-V-Verbindungshalbleiter aus den Elementen Gallium (3. Hauptgruppe) und Arsen (5. Hauptgruppe). Dieses Halbleitermaterial besitzt wegen der direkten Bandlücke von 1,4 eV (300 K) [Cho00], den hohen Ladungsträgerbeweglichkeiten und den Kombinationsmöglichkeiten mit AlGaAs und GaP eine herausragende technische Bedeutung für die Herstellung von Leuchtdioden, Laserdioden und Hochfrequenzbauelementen.

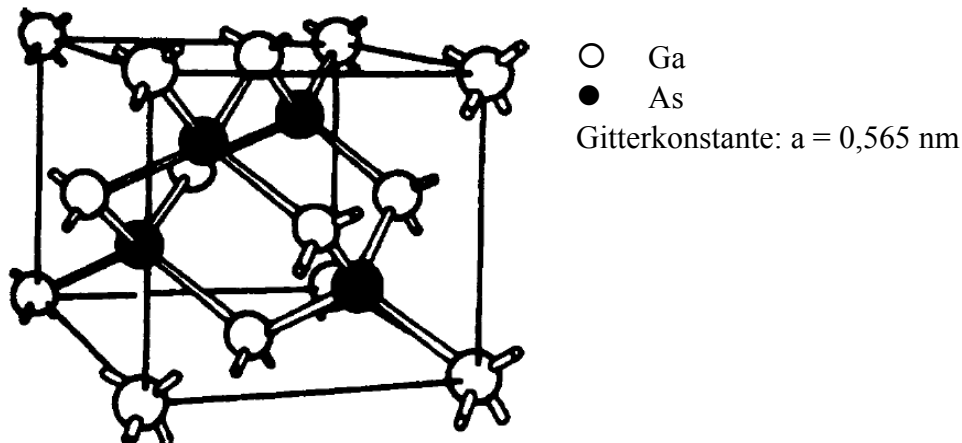


Abb. 2.2.1. Einheitszelle der Zinkblendestruktur sowie Gitterparameter von GaAs [Zec02].

GaAs kristallisiert in der Zinkblendestruktur (Abb. 2.2.1), die durch ein kubisch-flächenzentriertes Gitter mit einer zweiatomigen Basis beschrieben werden kann (Ga bei $(0, 0, 0)$, As bei $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$). In dieser Struktur sind die $\{100\}$ -Ebenen und die $\{111\}$ -Ebenen polar, das heißt, die Doppelebenen werden von nur einer Sorte von Atomen abgeschlossen (Ga: Ga-polar, $\{111\}$, As: As-polar, $\{\bar{1}\bar{1}\bar{1}\}$). Die $\{110\}$ -Ebenen sind nicht polar und bilden dadurch die Hauptspaltebenen [Ber01, Mar98]. Die Zinkblendestruktur weist $\{111\}$ -Gleitebenen (dichteste Atombelegung) und Burgers-Vektoren von $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ auf (kürzester Translationsvektor), so dass im Wesentlichen Schraubenversetzungen (Abb. 2.2.2.e) und 60° -Versetzungen (Abb. 2.2.2. a-d) vorkommen [Hör97, Hör01 Boh95].

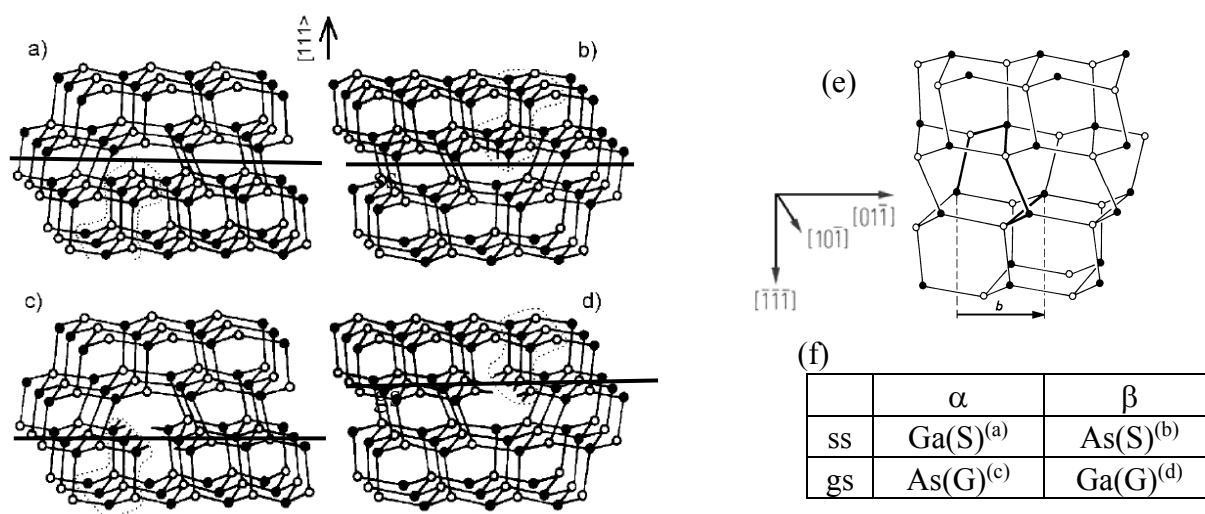


Abb. 2.2.2. Konfiguration (a) - (d) von 60° -Versetzungen und (e) einer Schraubenversetzung in GaAs sowie (f) Bezeichnung der verschiedenen Arten von 60° -Versetzungen, (Ga: ○, As: ●) [Hör01, Boh95].

Die Eigenschaften von 60° -Versetzungen werden durch deren Gleitebenen bestimmt. Liegt die Gleitebene einer Versetzung zwischen zwei $\{111\}$ -Doppelebenen, wird die Konfiguration als shuffle set (S) bezeichnet (Abb. 2.2.2 a, b), während sie bei einer Lage innerhalb einer Doppelebene glide set (G) genannt wird (Abb. 2.2.2 c, d). Die Aufspaltung von Versetzungen ist nur im glide set möglich. Im shuffle set tritt an den Atomen im Versetzungskern eine freie Bindung auf, wogegen im glide set drei freie Bindungen vorliegen. Befinden sich die freien Bindungen an einem Ga-Atom, wird die Versetzung als Ga-Versetzung bezeichnet und liegen sie an einem As-Atom wird sie As-Versetzung genannt. Somit ergeben sich die vier Arten von 60° -Versetzungen, die in Abbildung 2.2.2 dargestellt sind. Jeweils zwei Arten von Versetzungen sind bis auf eine Atomreihe identisch, so dass als Konvention für die Versetzungen die Bezeichnungen $\alpha = \text{Ga(S)} = \text{As(G)}$ und $\beta = \text{As(S)} = \text{Ga(G)}$ eingeführt wurden [Boh95, Hör01, Lei89].

Es ist energetisch günstiger, wenn eine vollständige 60° -Versetzung in eine 30° - und eine 90° -Partialversetzung aufspaltet (Abb. 2.2.3, vgl. [Lu83]). Der Burgers-Vektor der beiden Partialversetzungen ist dann kein vollständiger Gittervektor mehr. Auf einer (111) -Ebene wird die Aufspaltung durch die folgende Gleichung beschrieben [Boh95]:

$$\frac{a}{2}[01\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{a}{6}[11\bar{2}] \quad (2.2.1)$$

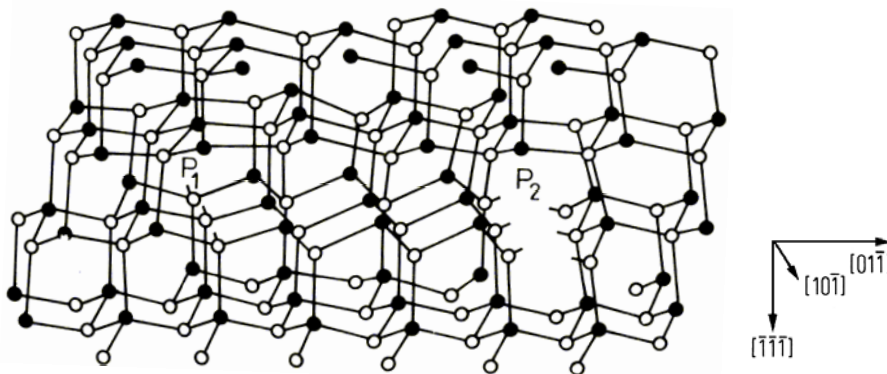


Abb. 2.2.3. Aufspalten einer vollständigen 60° -Versetzung in eine 30° -Partialversetzung (P_1) und eine 90° -Partialversetzung (P_2). Zwischen den Partialversetzungen befindet sich ein Stapelfehler [Boh95].

Die Geschwindigkeit von Versetzungen hängt gemäß Gleichung 2.1.5 von der Schubspannung τ , der Temperatur T und der Aktivierungsenergie Q ab. Für GaAs soll der Einfluss weiterer Parameter auf die Versetzungsbewegung betrachtet werden. Die Geschwindigkeit v von α - und β -Versetzungen hängt entscheidend vom Typ der Ladungsträger (p-Typ, i-Typ, n-Typ) und deren Konzentration ab (Abb. 2.2.4.a, [Lei89]). In p-dotiertem oder intrinsischem GaAs treten nur geringe Unterschiede zwischen α - und β -Versetzungen auf, aber in n-dotiertem GaAs ist die Geschwindigkeit von α -Versetzungen wesentlich höher. Gemäß Abbildung 2.2.4.b [Fuj88], ist die Geschwindigkeit von α -Versetzungen in Silicium-dotiertem GaAs (n-Typ) höher als die von β -Versetzungen [vgl. Mae85, Sum94]. Die Geschwindigkeit nimmt mit der Temperatur exponentiell zu und wird durch Elektronenbestrahlung erhöht.

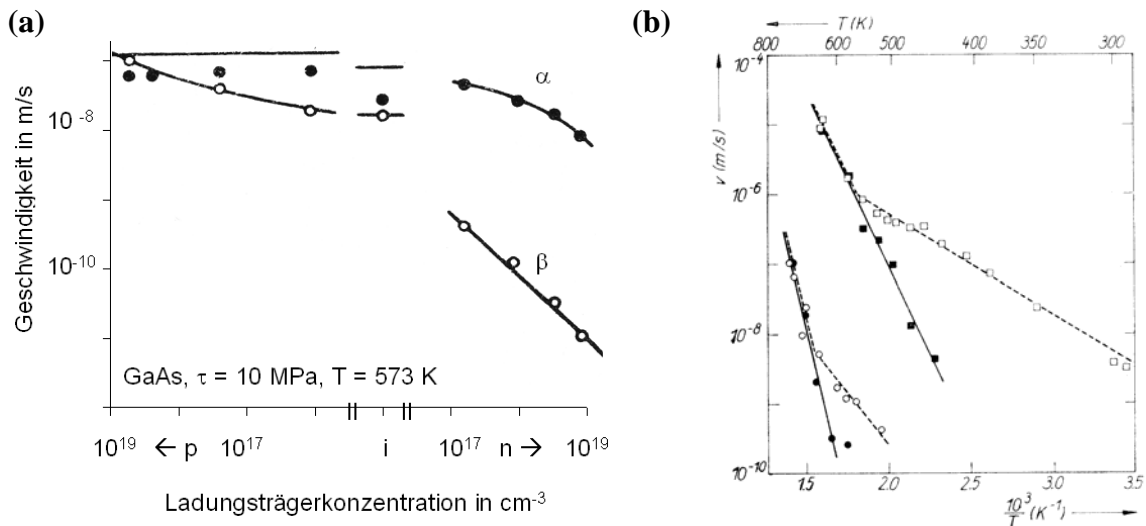


Abb. 2.2.4. (a) Geschwindigkeit von α - und β -Versetzungen in GaAs in Abhängigkeit von der Ladungsträgerkonzentration (Punkte: Messwerte, Linien: theoretische Abschätzung) [Lei89]. (b) Geschwindigkeit von α - und β -Versetzungen in GaAs:Si in Abhängigkeit von der Temperatur und der Elektronenbestrahlung ($\tau = 26 \text{ MPa}$, \blacksquare α -Versetzungen bei 0 A/m^2 , \square α -Versetzungen bei $0,26 \text{ A/m}^2$, \bullet β -Versetzungen bei 0 A/m^2 , \circ β -Versetzungen bei $2,9 \text{ A/m}^2$) [Fuj88].

Wird eine GaAs-Probe mit einem Indenter plastisch deformiert, so entstehen Versetzungen (vgl. Abb. 2.1.2). In GaAs wird das Material gemäß einem Modell [War84] in Form von $\{111\}$ -Ebenen transportiert, deren Ränder von 60° -Versetzungen begrenzt werden (Ebenen in Abb. 2.2.5.a). Entsprechend der jeweiligen Ebene handelt es sich dabei um α - bzw. β -Versetzungen (Versetzungstyp: siehe Abb. 2.2.2). Aufgrund der verschiedenen Versetzungstypen (α , β) werden in Abhängigkeit von der Richtung unterschiedliche Beweglichkeiten erwartet. Gemäß einem weiterführenden Modell [Sur87] liegen die Versetzungen in Form von Schleifen vor (Abb. 2.2.5.b). Diese bestehen aus zwei parallelen Segmenten von Schraubenversetzungen und einem führenden Segment aus 60° -Versetzungen. Der Burgers-Vektor der Versetzungssegmente in den Schleifen ist in der $\langle 110 \rangle$ -Richtung entlang der Richtung der Schraubenversetzungen orientiert.

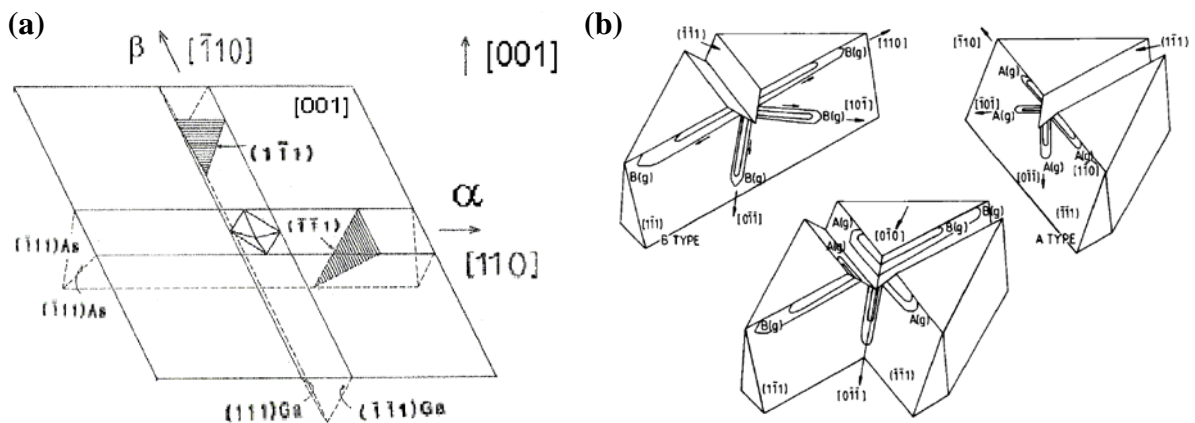


Abb. 2.2.5. (a) Entstehung von Versetzungen nach Indentierung von (001)-GaAs [vgl. War84], Versetzungsanordnung nach Indentierung der (001)-Oberfläche [Sur87].

Eine $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtung bildet zusammen mit den zugehörigen $\{111\}$ -Gleitebenen ein Gleitprisma, auf dem die Bewegung von Versetzungen stattfindet. Im Fall der Indentierung einer $[001]$ -Oberfläche werden acht Gleitprismen erwartet: vier Prismen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen parallel zur Oberfläche sowie vier Prismen, die entlang der $\langle 10\bar{1} \rangle$ -Richtungen in den Kristall gerichtet sind (Abb. 2.2.5.b, [Hör01]).

Das Modell in [Sur87] wurde von Höring für ein kompressives Deformationszentrum im Inneren eines Kristalls formuliert (Abb. 2.2.6.a, [Hör01]). Wird in dieses Modell eine Ebene gelegt, folgt daraus die erwartete Versetzungsanordnung für die entsprechende Oberfläche. In Abbildung 2.2.6.b ist die erwartete Versetzungsanordnung für die Indentierung einer (111) -Oberfläche nach [Hör01] dargestellt, bestehend aus sechs Prismen parallel zur Oberfläche sowie drei Prismen, die in den Kristall gerichtet sind.

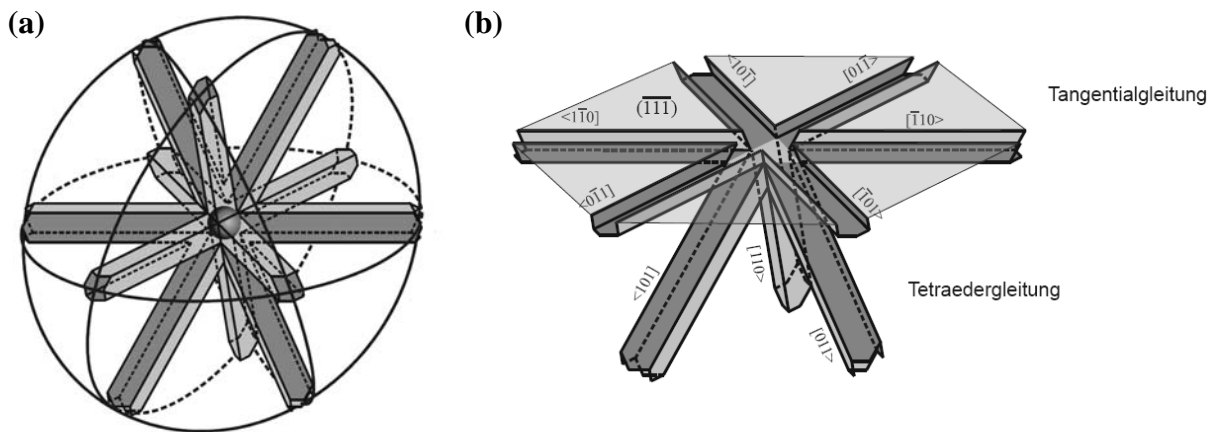


Abb. 2.2.6. (a) Gleitprismenmodell für ein kompressives Deformationszentrum im Inneren eines Kristalls mit Zinkblendstruktur, (b) Versetzungsanordnung nach Indentierung einer (111) -Oberfläche [Hör01].

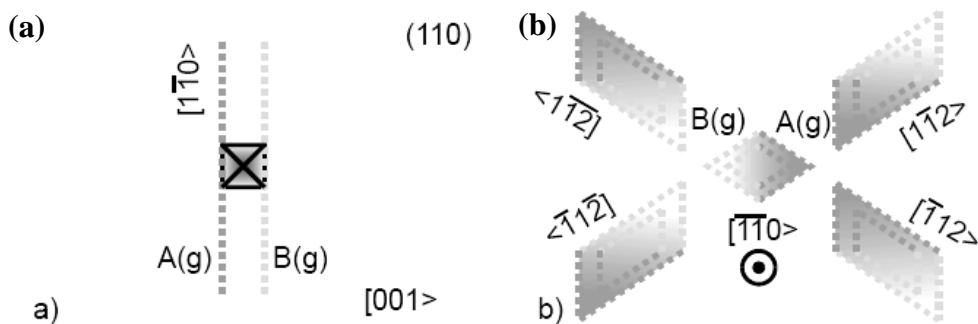


Abb. 2.2.7. Versetzungsanordnung nach Indentierung von (110) -GaAs (a) nahe der Oberfläche sowie (b) in einer größeren Tiefe [Hör01].

Die Untersuchung der $\{110\}$ -Oberfläche von GaAs ist von großem Interesse, da es sich um die Hauptspaltebenen handelt. In dieser Orientierung wird eine Versetzungsausbreitung entlang von sechs Gleitprismen erwartet (Abb. 2.2.7). Vier Prismen sind in einem geringen Winkel gegenüber der Oberfläche geneigt, ein Prisma verläuft oberflächenparallel und ein Prisma befindet sich unterhalb der Indentierung senkrecht zur Oberfläche [Hör01].

2.3 Versetzungen in der Wurtzit-Struktur

GaN ist ein Verbindungshalbleiter und weist eine direkte Bandlücke von 3,39 eV auf [Mar69]. GaN kristallisiert vorwiegend in der Wurtzit-Struktur und hat demnach eine hexagonale Einheitszelle [Mor08]. Die Gitterparameter betragen 0,3189 nm für die a-Achse und 0,5185 nm für die c-Achse [Mar69]. Die Wurtzit-Struktur lässt sich in einer einfach hexagonalen Struktur mit einer vieratomigen Basis oder einer hexagonal-dichten Kugelpackung mit einer zweiatomigen Basis beschreiben. Die nichtprimitive hexagonale Einheitszelle (Abb. 2.3.1.a) enthält insgesamt 12 Atome (je 6 Ga- und N-Atome [Mor08]). Die Koordinatenachsen \mathbf{a}_1 und \mathbf{a}_2 haben die gleiche Länge und schließen einen Winkel von 120° ein. Die c-Achse steht senkrecht auf den a-Achsen und im Fall einer idealen hexagonal-dichten Kugelpackung ist c gleich $1,633 \cdot a$ [Wei95]. In der Wurtzit-Struktur wird häufig eine dritte a-Achse mit $\mathbf{a}_3 = -(\mathbf{a}_1 + \mathbf{a}_2)$ eingeführt, die für Richtungen und Ebenen zu einer Schreibweise mit vier Koordinaten führt: $\mathbf{a}_1 = \frac{1}{3}[2\bar{1}\bar{1}0]$, $\mathbf{a}_2 = \frac{1}{3}[1\bar{2}\bar{1}0]$, $\mathbf{a}_3 = \frac{1}{3}[\bar{1}\bar{1}20]$ und $\mathbf{c} = [0001]$ [Sak97]. Die hexagonale Einheitszelle und die zugehörigen Richtungen sind in Abbildung 2.3.1.b dargestellt. In Tabelle 2.1 sind die bedeutendsten Ebenen [Fuj09] und Richtungen [Mor08] zusammen mit den Bezeichnungen und Winkeln aufgeführt. In der Dissertation werden diese Abkürzungen für Richtungen und Ebenen verwendet. Die Hauptspaltebenen von GaN sind die $[\bar{1}\bar{1}00]$ -Ebenen sind die Ebenen [Kur98].

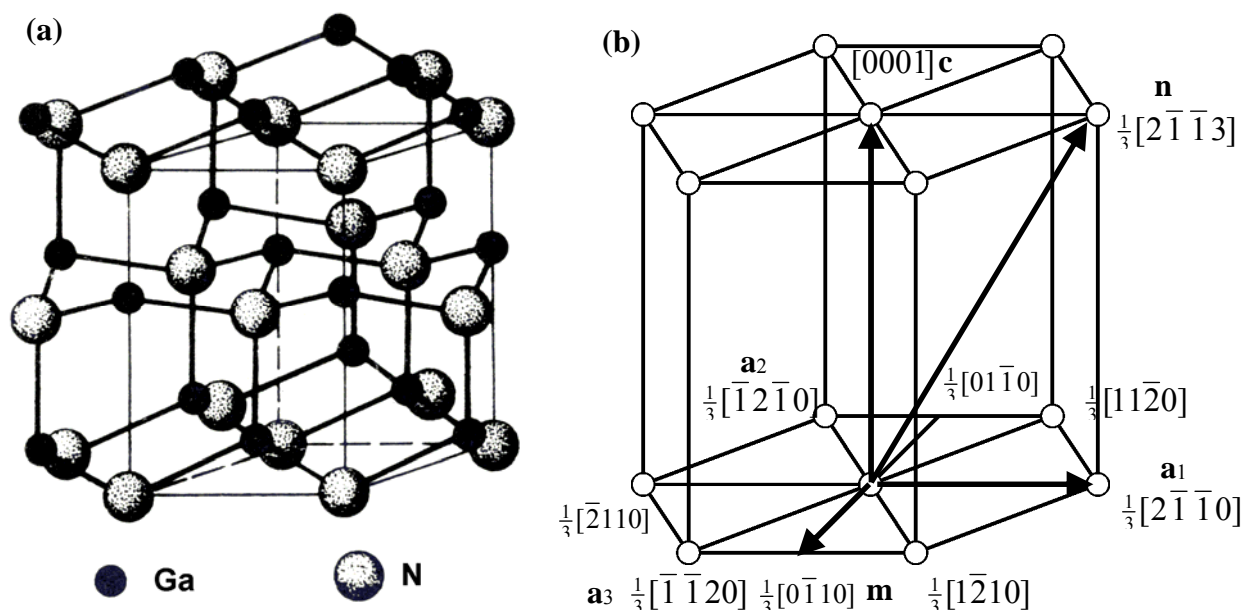


Abb. 2.3.1. (a) Einheitszelle von GaN [Wei95] und (b) Richtungen in der Einheitszelle [Sak97].

Ebene	\angle zu (0001)	Richtung	\angle zu [0001]	Bezeichnung
{0001}	0°	$\langle 0001 \rangle$	0°	c
$\{2\bar{1}\bar{1}0\}$	90°	$\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	90°	a
$\{2\bar{1}\bar{1}2\}$	58°	$\langle 2\bar{1}\bar{1}3 \rangle$	58°	n
$\{1\bar{1}00\}$	90°	$\langle 1\bar{1}00 \rangle$	90°	m
$\{1\bar{1}01\}$	62°	$\langle 1\bar{1}01 \rangle$	28°	s
$\{1\bar{1}02\}$	43°	$\langle 1\bar{1}02 \rangle$	47°	r

Tab. 2.3.1. Ebenen und Richtungen in der Wurtzit-Struktur [Fuj09], [Mor08].

Im Gegensatz zur Zinkblendestruktur existieren in der Wurtzit-Struktur zwei verschiedene Arten von Gittervektoren: $\mathbf{a} = \langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$ und $\mathbf{c} = \langle 0001 \rangle$. Aus der Kombination verschiedener Burgers-Vektoren \mathbf{b} (\mathbf{a} , \mathbf{c}) und Linienvektoren \mathbf{l} (\mathbf{a} , \mathbf{c} , \mathbf{m} , \mathbf{s} , \mathbf{n}) folgt eine Vielzahl möglicher Versetzungen. In [Osi68] wird ein Überblick über die Eigenschaften von Versetzungen in der Wurtzit-Struktur gegeben. In Tabelle 2.2 sind die Eigenschaften von Versetzungen zusammengefasst und Abbildung 2.3.2 zeigt die Kernstruktur einer \mathbf{a} -Typ-Stufenversetzung

(\mathbf{l} in \mathbf{c} -Richtung, \mathbf{b} in Richtung von \mathbf{a}_2 , Ansicht mit einer \mathbf{c} -Ebene im Vordergrund) und einer \mathbf{a} -Typ Schraubenversetzung (\mathbf{l} und \mathbf{b} in Richtung von \mathbf{a}_2 , \mathbf{c} -Ebene als Grundfläche).

Nr.	\mathbf{l} -Vektor	\mathbf{b} -Vektor	$\angle(\mathbf{l}, \mathbf{b})$	Gleitebene
1	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	0°	-
2	$\langle 0001 \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	0°	-
3	$\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	60°	$\{0001\}$
4	$\langle 0001 \rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	90°	$\{10\bar{1}0\}$
5	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	90°	$\{10\bar{1}0\}$
6	$\langle \bar{1}100 \rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	30°	$\{0001\}$
7	$\langle \bar{1}010 \rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	90°	$\{0001\}$
8	$\langle \bar{1}100 \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	90°	$\{11\bar{2}0\}$
9	$\langle \bar{1}2\bar{1}3 \rangle$	$\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	58°	$\{10\bar{1}0\}$
10	$\langle \bar{1}2\bar{1}3 \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	31°	$\{10\bar{1}0\}$
11	$\langle 1\bar{1}0\bar{1} \rangle$	$\langle 0001 \rangle$	43°	$\{11\bar{2}0\}$
12	$\langle 0001 \rangle$	$\langle \bar{1}100 \rangle$	90°	$\{11\bar{2}0\}$
13	$\langle \bar{1}101 \rangle$	$\langle \bar{1}100 \rangle$	47°	$\{11\bar{2}0\}$

Tab. 2.3.2. Versetzungen in der Wurtzit-Struktur aus [Osi68].

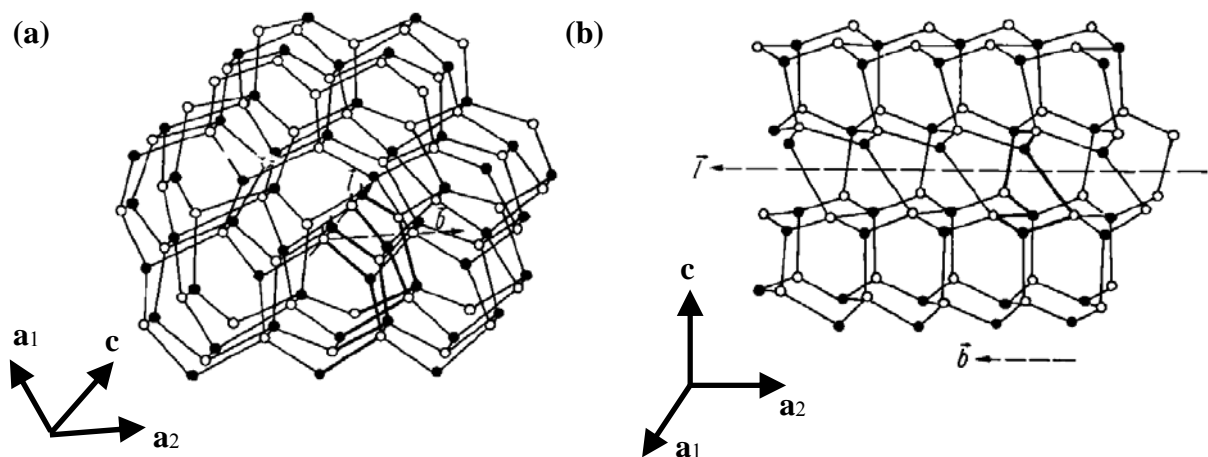


Abb. 2.3.2. Kernstruktur von Versetzungen in der Wurtzit-Struktur aus [Osi68], (a) \mathbf{a} -Typ Stufenversetzung, (b) \mathbf{a} -Typ Schraubenversetzung.

Untersuchungen von Indentierungen mittels Transmissionselektronenmikroskopie zeigen \mathbf{a} -Typ Schraubenversetzungen als häufigste Versetzungsart (Kapitel 4.2).

2.4 Modelle der Rissbildung

Risskeimbildung durch Versetzungsprozesse

In [Fuj88] wird ein Modell der Risskeimbildung durch Versetzungsreaktionen nach Indentierung von (111)-GaAs beschrieben. Abbildung 2.4.1 zeigt Versetzungen, die auf zwei verschiedenen Gleitebenen aufeinander zulaufen.

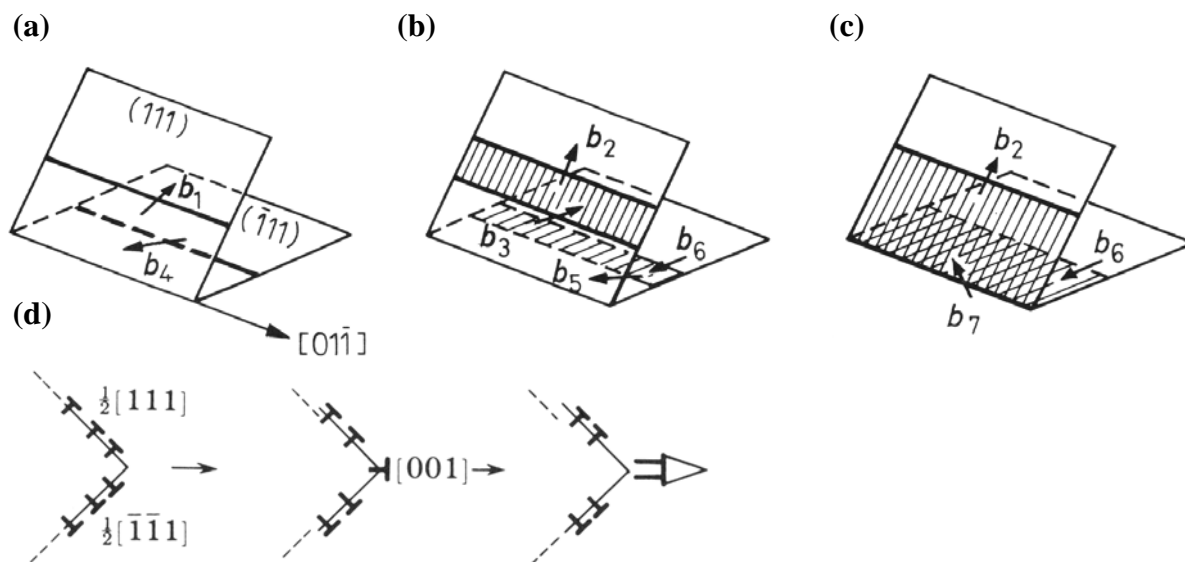


Abb. 2.4.1. (a) (b) Aufspaltung von 60°-Versetzungen in je zwei Partialversetzungen und (c) Reaktion der führenden Partialversetzungen zu einer unbeweglichen Lomer-Cottrell-Versetzung [Boh95], (d) Bildung eines Risskeims nach dem Cottrell-Mechanismus [Cot58, Hir82, Hir85].

Die Versetzungen können jeweils in zwei Partialversetzungen aufspalten [Boh95]:

$$\frac{a}{2}[10\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[21\bar{1}] + \frac{a}{6}[1\bar{1}\bar{2}] \quad \text{und} \quad \frac{a}{2}[0\bar{1}1] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{2}1] + \frac{a}{6}[1\bar{1}2]. \quad (2.4.1)$$

Die führenden Segmente der aufgespaltenen Versetzungen können sich aufeinander zu bewegen und zu unbeweglichen Lomer-Cottrell-Versetzungen reagieren:

$$\frac{a}{6}[21\bar{1}] + \frac{a}{6}[\bar{1}\bar{2}1] \rightarrow \frac{a}{6}[1\bar{1}0]. \quad (2.4.2)$$

Nach dem Modell in [Fuj88] reagieren 60°-Versetzungen auf unterschiedlichen Gleitebenen zu Lomer-Cottrell-Versetzungen, die auf keiner der beiden ursprünglichen Gleitebenen mehr beweglich sind. Anschließend können weitere Versetzungen auf ein Hindernis wie eine Lomer-Cottrell-Versetzung auflaufen (Abb. 2.4.2.b), bis das lokale Verformungsvermögen erschöpft ist und ein Risskeim entsteht. Die Größe des Risskeims nimmt mit der Anzahl der Versetzungen an dem Hindernis zu, so dass die rissöffnende Kraft mit der Beweglichkeit der Versetzungen zunimmt. Durch das Auflaufen von Versetzungen auf ein Hindernis kann ein Risskeim entstehen.

Rissbildung und mechanische Spannungen

In diesem Abschnitt wird die Rissausbreitung basierend auf [Gro01] beschrieben. Die Rissbildung ist mit der Entstehung neuer Oberflächen verbunden. Während der Rissbildung wird aufgrund der Bindungskräfte im Material eine Arbeit geleistet, die als Oberflächenenergie, wie in Form von strukturellen Änderungen der Materialstruktur nahe der Oberfläche, gespeichert werden kann. Die Oberflächenenergie Γ ist definiert als:

$$\Gamma = \gamma A \quad (2.4.3)$$

mit der spezifischen Oberflächenenergie γ und der neu geschaffenen Oberfläche A .

In einem Körper werden die Bindungen im Material vorzugsweise an der Risspitze (auch Rissfront genannt) gelöst. Der Bereich in der Umgebung der Risspitze wird als Prozesszone bezeichnet. Von der Risspitze gehen die Berandungen des Risses aus, die auch als Rissflanken oder Rissufer bezeichnet werden und die normalerweise belastungsfrei sind. Für die Beschreibung eines Risses mittels der Kontinuumsmechanik muss die Größe der Prozesszone im Vergleich zum Riss und zu den Abmessungen des Körpers vernachlässigbar sein [Gro01].

Es wird zwischen drei verschiedenen Rissöffnungsarten unterschieden: dem Spaltriss (Modus I), dem Längsscherriss (Modus II) und dem Querscherriss (Modus III) [Ber92] (Abb. 2.4.2 a-c). Für die Betrachtung eines Risses ist es zweckmäßig, ein Koordinatensystem zu verwenden, in dessen Ursprung die Risspitze liegt (Abb. 2.4.2.d). Die Spannung σ sowie die Verschiebungen u im Nahfeld von einem Spaltriss sind in Abbildung 2.4.3 angeführt. Die Rissspitzenfelder sind bis auf einen Faktor K festgelegt, der als Spannungsintensitätsfaktor oder K -Faktor bezeichnet wird. Der K -Faktor ist ein Maß für die Stärke des Rissspitzenfeldes, wobei der Index auf die entsprechende Rissöffnungsart hinweist (Abb. 2.4.2.e). Nach diesem Modell hat der K -Faktor die Dimension von $\text{Pa} \cdot \sqrt{\text{m}}$ [Gro01].

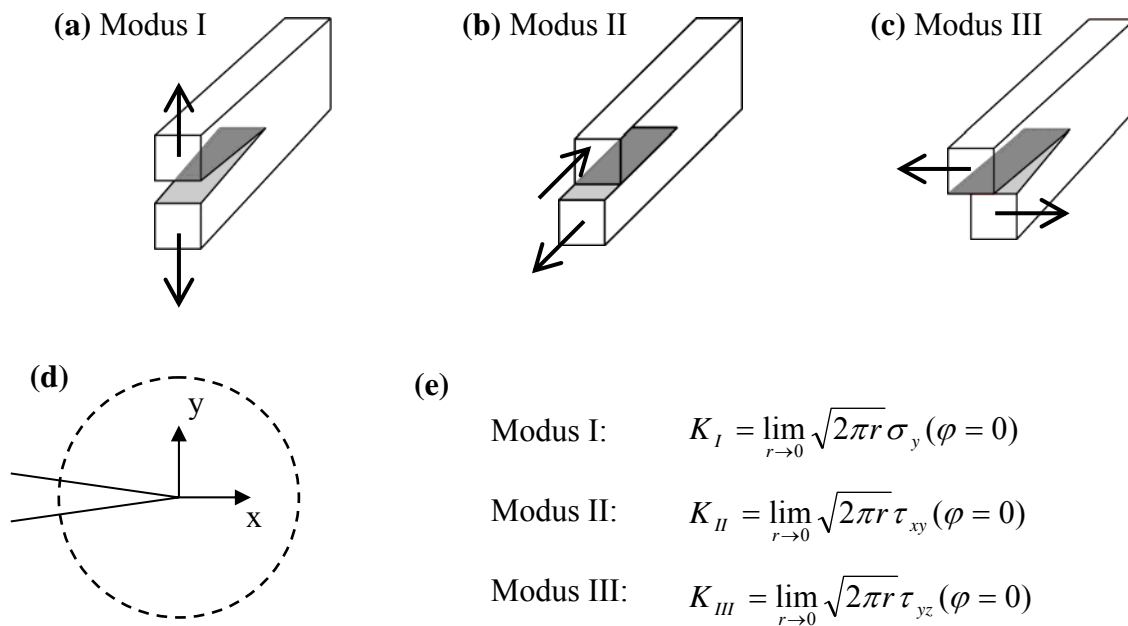
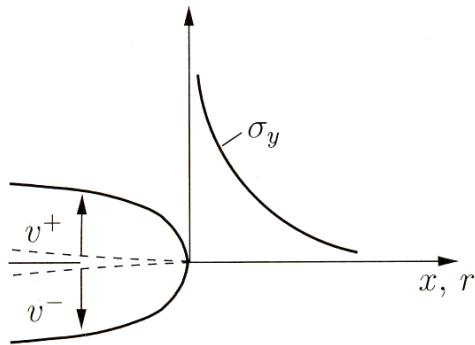


Abb. 2.4.2. Rissöffnungsarten: (a) Spaltriss (Modus I), (b) Längsscherriss (Modus II), (c) Querscherriss (Modus III), (d) Koordinatensystem an der Risspitze, (e) Zusammenhang zwischen K -Faktor und mechanischer Spannung [Gro01] an der Risspitze.



$$\sigma_y(\varphi = 0) = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}}$$

$$v^\pm = v(\pm\pi) = \frac{K_I}{2G} \cdot \sqrt{\frac{r}{2\pi}} \cdot (\kappa + 1)$$

Abb. 2.4.3. Spannung σ_y und Verschiebung v^\pm im Nahfeld eines Spaltrisses (Modus I), [Gro01].

In Abbildung 2.4.3 sind die Spannung σ_y und Verschiebung v^\pm im Nahfeld eines Spaltrisses (Modus I) dargestellt. Die Spannung weist an der Risspitze ($\varphi = 0$) eine Singularität vom Typ $r^{-1/2}$ auf und geht für eine Annäherung an die Risspitze gegen unendlich. Dieser Effekt wird als Spannungsüberhöhung oder Spannungskonzentration bezeichnet. Die Verschiebung v^\pm folgt einem Potenzgesetz von $r^{1/2}$ auf, wobei ein positiver Wert von K_I der Rissöffnung entspricht und ein negativer Wert dem Riss schließen. Nach der Gleichung für v^\pm führt der negative Wert von K_I beim Riss schließen formal zu einer Überlappung oder Durchdringung der Rissufer. Im diesem Fall sind die Rissufer in Kontakt ($v^\pm = 0$) und üben Kräfte aufeinander aus [Gro01].

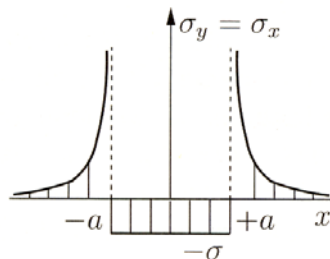
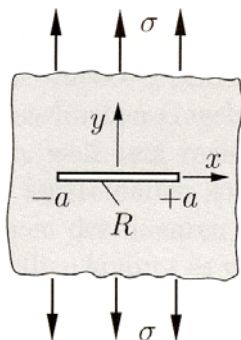
Für spezielle Geometrien können mittels der K -Faktoren Bedingungen zur Rissausbreitung formuliert werden. Ein Beispiel hierfür ist ein gerader Riss R der Länge $2a$ unter einem einachsigen Zug σ (Abb. 2.4.4). Analoge Betrachtungen können auch für eine Schubspannung τ durchgeführt werden. Damit folgt für einen Riss im Inneren eines Körpers der Größe $2a$:

$$\begin{Bmatrix} K_I \\ K_{II} \end{Bmatrix} = \begin{Bmatrix} \sigma \\ \tau \end{Bmatrix} \sqrt{\pi a} \quad (2.4.4)$$

Die K -Faktoren sind für vielfältige Rissanordnungen in Tabellenwerken zu finden. Eine Rissausbreitung findet statt, wenn der K -Faktor eine materialspezifische kritische Größe K_{IC} überschreitet [Gro01]:

$$K_I = K_{IC} \text{ (Modus I)} \quad K_{II} = K_{IIC} \text{ (Modus II)} \quad K_{III} = K_{IIIC} \text{ (Modus III)} \quad (2.4.5)$$

Unter dieser Bedingung schreitet die Separation in der Prozesszone voran. Die Größe K_{IC} ist ein Materialkennwert und wird als Bruchzähigkeit bezeichnet [Gro01].



$$\sigma = \sigma \begin{cases} -1 & |x| < a \\ x & |x| \geq a \\ \sqrt{x+a} & |x| \geq a \end{cases}$$

$$K_I = \sigma \sqrt{\pi a}$$

Abb. 2.4.4. Spannung σ und K -Faktor K_I an einem Riss der Größe $2a$ unter Zugbelastung [Gro01].

In [Law80] wird eine theoretische Beschreibung der Entwicklung des median-radialen Rissystems vorgestellt. Hier sollen einige grundlegende Aspekte angeführt werden, um den Zusammenhang zwischen den Materialeigenschaften, der Indenterform und der Rissgröße zu erklären.

Die Umgebung der Indentierung wird in zwei Bereiche unterteilt: das Fernfeld, in dem die Rissausbreitung stattfindet, und das Nahfeld, welches durch die plastische Deformation aufgrund der Indentierung gekennzeichnet ist. Das Nahfeld wird als ein Segment in Form einer Halbkugel mit dem Radius b beschrieben, in dessen Mittelpunkt sich die Indentierung befindet (Abb. 2.4.5, [Law80]).

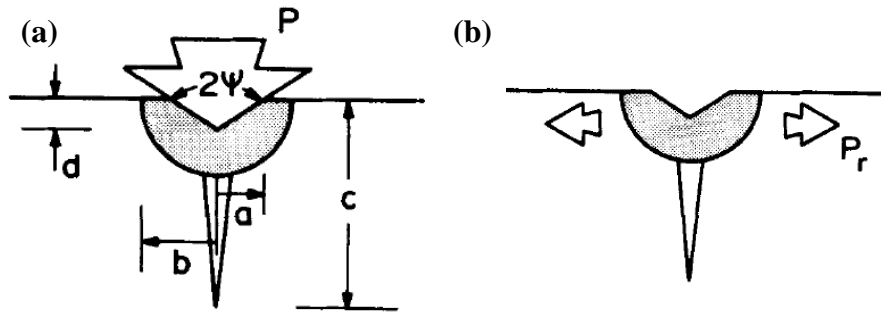


Abb. 2.4.5. Median-radiales-Rissystem an einer Indentierung, (a) Geometrische Beschreibung von Größen an einer Indentierung: Prüfkraft P , halber Öffnungswinkel des Indenters ψ , seitliche Ausdehnung der Indentierung a , Eindringtiefe d , Radius der plastischen Zone b und Rissgröße c , (b) Rissausbreitung durch die wirksame Kraft P_r der plastischen Zone [Law80].

Ist δV das Volumen der Indentierung und V das Volumen der plastischen Zone folgt daraus:

$$\delta V/V \sim a^2 d/b^3 \sim (a/b)^3 \cot \psi \quad (2.4.6)$$

Dabei ist a die seitliche Ausdehnung der Indentierung, d die Eindringtiefe, b der Radius der plastischen Zone und ψ der halbe Öffnungswinkel des Indenters (Abb. 2.4.5). Mit diesem Winkel kann die Eindringtiefe durch $d = a \cot \psi$ ersetzt werden [Law80].

Die plastische Zone übt einen Druck p_b auf die Umgebung aus, der sich gemäß

$$p_b \sim \kappa (\delta V/V) \sim E (a/b)^3 \cot \psi \quad (2.4.7)$$

berechnen lässt, wobei κ das Bulkmodul und E der Elastizitätsmodul ist [Law80].

Die plastische Zone kann nun als eine Ursache für eine rissbildende Kraft angesehen werden. Die Stärke dieser Kraft folgt aus den verbleibenden horizontalen Kraftkomponenten P_r der plastischen Zone auf die Rissebene [Law80]:

$$P_r \sim p_b b^2 \quad (2.4.8)$$

Für den Fall $c \gg b$ und halbkreisförmige Risse ist der Spannungsintensitätsfaktor K_r

$$K_r \sim f(\phi) P_r / c^{3/2} \quad (2.4.9)$$

mit einer winkelabhängigen Funktion $f(\phi)$ nahe 1 [Law80].

Durch Einsetzen von (2.4.8) und (2.4.7) in (2.4.9) folgt: $K_r \sim f(\phi)E(a^3/b)\cot\psi/c^{3/2}$. Zusammen mit der Härte in der allgemeinen Form $H \sim F/a^2$ folgt daraus [Law80]:

$$K_r \sim f(\phi) (a/b)\cot\psi (E/H) F/c^{3/2} \quad (2.4.10)$$

Diese Beziehung enthält bereits einen Zusammenhang zwischen den Materialeigenschaften, der Indenterform und der Rissgröße c . Aus der Rechnung über die Analyse eines eingeschlossenen Hohlraums mit dem Radius r_0 folgt $b/r_0 \sim (E/H)^m$ wobei m annähernd $1/2$ ist. Wird die Größe des Hohlraums mit dem Volumen der Indentierung gleichgesetzt ist $b/a = (E/H)^{1/2} \cot\psi^{1/3}$. Zusammen mit (2.4.10) folgt daraus für die resultierende Komponente K_r [Law80]:

$$K_r \sim f(\phi) \cot\psi^{2/3} (E/H)^{1/2} F/c^{3/2} \quad (2.4.11)$$

Ein Vergleich mit einer Reihe von Materialien in [Law80] zeigt einen Wert von 0,014 für $f(\phi) \cot\psi^{2/3}$, woraus die häufig verwendete Form der Gleichung für die Bestimmung der Risszähigkeit K_{IC} an Indentierungen folgt (siehe Gleichung 3.2.5).

2.5 Abbildung von Versetzungen und Rissen

Die Abbildung und Charakterisierung von Versetzungen und Rissen in dieser Dissertation erfolgte vorwiegend mittels Elektronenmikroskopie, so dass diese Methode detaillierter beschrieben wird. In dem ersten Teil dieses Abschnitts werden zunächst die Wechselwirkungen zwischen Elektronen und Materie betrachtet. Anschließend wird die Abbildung von Versetzungen und Rissen mittels TEM (Beugungskontrast) und REM (Kathodolumineszenz) beschrieben. Die Betrachtungen beginnen jeweils mit einem defektfreien Kristall, auf dessen Grundlage der Einfluss von Versetzungen und Rissen in der Abbildung erklärt wird. Im Anschluss werden Informationen bereitgestellt, um die Eigenschaften von Defekten aus mikroskopischen Aufnahmen zu entnehmen.

Wechselwirkungen zwischen Elektronen und Materie

Die Wechselwirkungen zwischen Elektronen und Materie bilden die Grundlage der Elektronenmikroskopie. In Abbildung 2.5.1 sind die am häufigsten genutzten Signale dargestellt [God91].

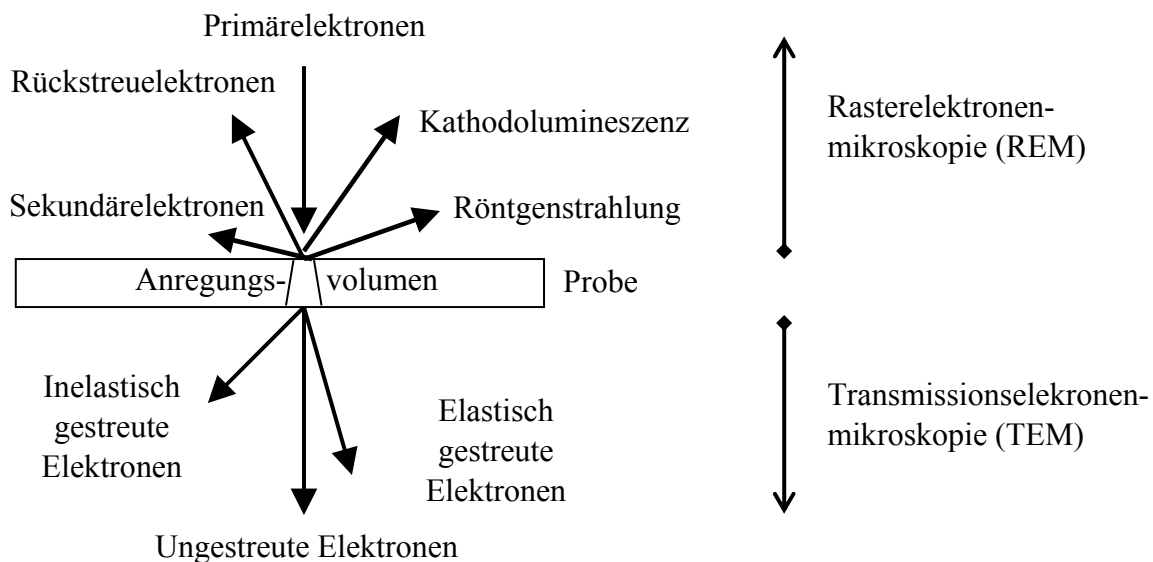


Abb. 2.5.1. Wechselwirkungen zwischen Elektronen und Materie.

Die Wechselwirkungen können in elastische und inelastische Prozesse eingeteilt werden. Bei elastischen Wechselwirkungen wird die Energie eines eingestrahlt Primärelektrons trotz einer möglichen Richtungsänderung nicht messbar verändert, wohingegen die inelastische Streuung alle Prozesse bezeichnet, bei denen ein Primärelektron einen messbaren Teil seiner Energie abgibt. Inelastische Prozesse verringern die Energie eines Primärelektrons und führen zudem zu einer Richtungsänderung. Verlässt ein eingestrahlt Primärelektron die Probe auf der Eintrittsseite wird es als Rückstreuelektron bezeichnet. Die Energie eines Primärelektrons kann auf ein in der Probe gebundenes Elektron übertragen werden, so dass es aus einem gebunden Zustand gelöst wird. Erreicht dieses Elektron die Probenoberfläche, kann es als Sekundärelektron detektiert werden. Die freien Elektronenzustände in den Atomen der Probe werden durch Elektronen aus höheren Energieniveaus wieder besetzt, wobei die Energiedifferenz in Form von charakteristischer Röntgenstrahlung oder Auger-Elektronen (Besetzung innerer Energieniveaus), Licht (Kathodolumineszenz, strahlende Übergänge), oder letztendlich in Form von Wärme (nicht strahlende Prozesse) abgegeben wird [God91].

Primärelektronen können die Probe in Form von elastisch gestreuten oder inelastisch gestreuten Elektronen durchdringen. Dabei treten auch die Wechselwirkungen wie auf der Eintrittsseite des Strahls auf (Röntgenstrahlung, Kathodolumineszenz, Sekundärelektronen). Durchdringen Primärelektronen die Probe ohne Wechselwirkungen werden sie als ungestreute Elektronen bezeichnet [God91].

Die elastische Streuung beruht auf der elektrischen Wechselwirkung zwischen einem Primärelektron mit einem Atomkern und den ihn umgebenden Elektronen. Die Streuung eines Primärelektrons mit der Energie E_0 im elektrischen Feld eines Atomkerns mit der Kernladungszahl Z kann durch die Streuformel nach Rutherford beschrieben werden. Demgemäß verhält sich der differenzielle Wirkungsquerschnitt $d\sigma$ für die Ablenkung in den Raumwinkel $d\Omega$ in Richtung θ gemäß: $d\sigma/d\Omega \sim Z/(E_0^2 \cdot \sin^4(\theta/2))$. Die elastische Streuung nimmt demnach mit der mittleren Ordnungszahl sowie der Atomdichte (Anzahl der Atome pro Volumeneinheit) zu. Die elastische Streuung ist der wesentliche Mechanismus von TEM im Beugungscontrast [God91].

Abbildung mittels Transmissionselektronenmikroskopie

Der Abschnitt zu TEM basiert inhaltlich im Wesentlichen auf [God92] und [Rat08].

In der Transmissionselektronenmikroskopie werden die Elektronen nach Durchqueren einer Probe untersucht. Der Elektronenstrahl enthält nach dem Durchgang durch die Probe ungestreute Elektronen sowie elastisch und inelastisch gestreute Elektronen (Abb. 2.5.1). Bereiche der Probe mit einer größeren Dicke, einer höheren Atomdichte bzw. einer höheren Ordnungszahl streuen die Elektronen stärker und erscheinen daher im Massendickencontrast dunkler. Werden die Elektronen um einen Winkel größer als θ_{\max} gestreut, können sie durch das Detektionssystem (Film in Abb. 2.5.2.a) nicht mehr nachgewiesen werden und liefern so keinen Beitrag mehr zur Intensität des Bildes [God91].

Elektronen weisen gemäß der de-Broglie-Beziehung eine Wellenlänge $\lambda = h/(m \cdot v)$ auf, wobei h das Plancksche Wirkungsquantum ist sowie m und v die Masse und Geschwindigkeit eines Elektrons (Beispiel: $\lambda_{20 \text{ kV}} = 0,0086 \text{ nm}$, $\lambda_{200 \text{ kV}} = 0,0027 \text{ nm}$).

Fällt der Primärelektronenstrahl auf eine kristalline Probe, so tritt auf Grund der periodischen Struktur des Kristalls, die in der Größenordnung der Wellenlänge der eingestrahnten Elektronen liegt, Beugung auf. Dadurch kommt es zu Wechselwirkungen zwischen den Elektronen, so dass die Streuung stark von der Streuformel nach Rutherford abweicht. Beträgt der Gangunterschied $2 \cdot d \cdot \sin\theta$ der gebeugten Strahlen ein Vielfaches der Wellenlänge λ , so tritt konstruktive Interferenz auf (siehe Abb. 2.5.2.b). Dieser Zusammenhang wird durch die Bragg-Gleichung beschrieben [God91]:

$$2 \cdot d \cdot \sin\theta = n \cdot \lambda \quad (2.5.1)$$

Dabei ist d der Abstand der Gitterebenen, θ der Winkel zwischen der Netzebene und der Einfallrichtung des Strahls und n die Beugungsordnung. In der Elektronenmikroskopie wird eine höhere Beugungsordnung n durch eine Vervielfachung der Millerschen Indizes beschrieben. Bei den üblichen Beschleunigungsspannungen im TEM von 100 bis 400 kV ist die Wellenlänge λ kleiner als d so dass $\sin\theta \approx \theta$ ist. Beugung tritt daher nur an Ebenen auf, die annähernd parallel zum einfallenden Elektronenstrahl orientiert sind [God91].

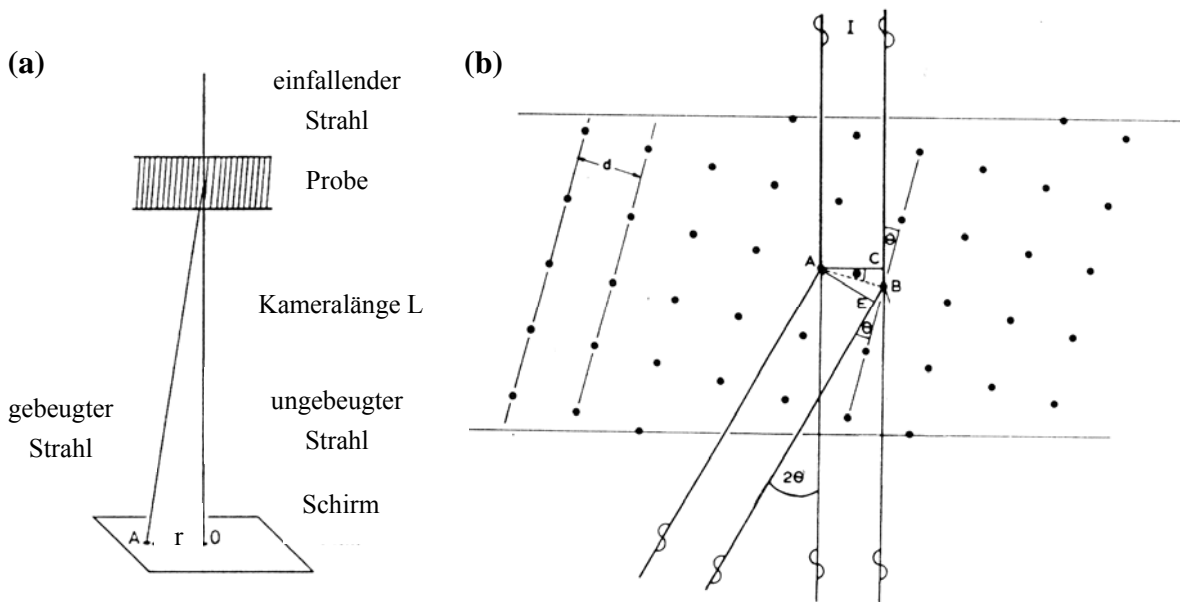


Abb. 2.5.2. Beugung eines Elektronenstrahls an einer kristallinen Probe, (a) Strahlengang der Elektronenbeugung an einer kristallinen Probe, (b) Entstehung eines Gangunterschieds an einer kristallinen Probe in Bragg-Bedingung [Goo91].

Mit $n = 1$ und $\sin\theta \approx \theta$ vereinfacht sich die Bragg-Gleichung zu $d = \lambda/(2\cdot\theta)$. Der Winkel θ kann in Beugungsbildern aus dem Abstand r zwischen gebeugtem und ungebeugtem Strahl und der Kameralänge L berechnet werden. Demnach folgt aus $\sin(2\cdot\theta) = r/L$ (Abb. 2.5.2.a) mit $\sin(2\cdot\theta) \approx 2\cdot\theta$ die Beziehung $\theta = r/(2\cdot L)$ und zusammen mit $d = n\cdot\lambda/(2\theta)$ schließlich [God91]:

$$d = (L\cdot\lambda) / (2\cdot r). \quad (2.5.2)$$

Die Größe $L\cdot\lambda$ wird als Kamerakonstante bezeichnet und ist nur von der Beschleunigungsspannung und den Eigenschaften des Gerätes abhängig. Die auf diese Weise bestimmten Gitterebenenabstände d können dann mit den Werten aus kristallographischen Rechnungen verglichen werden [God91].

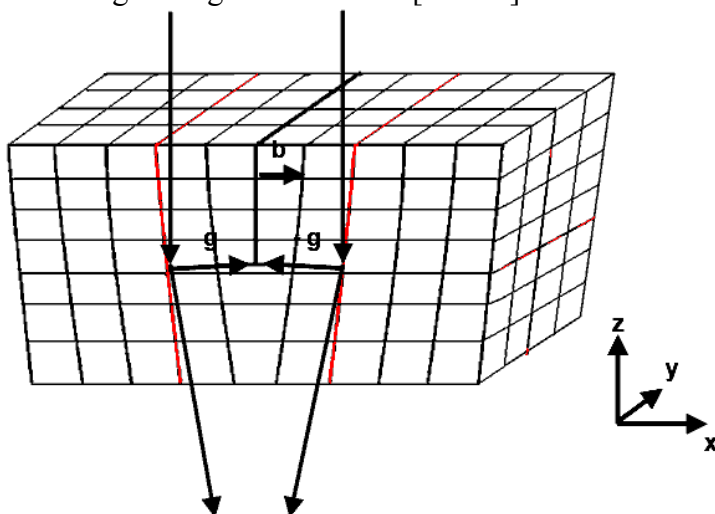


Abb. 2.5.3. Richtungsabhängige Deformationen in der Umgebung einer Versetzung mit starker Deformation von Ebenen senkrecht zum Burgers-Vektor (x-Ebene) und geringer Deformation parallel zum Burgers-Vektor (y-Ebene, z-Ebene).

Der Beugungscontrast kann zur Abbildung von Versetzungen genutzt werden. Die Deformation der Gitterebenen in der Umgebung des Versetzungskerns führt zu einer verstärkten Beugung. In einer Hellfeldabbildung wird die Objektivblende so ausgerichtet, dass nur der ungebeugte Strahl zur Abbildung verwendet wird (vgl. Abb. 2.5.2.a). Daher erscheinen Versetzungen in einer Hellfeldabbildung als dunkle Linien, sofern sie nicht senkrecht zur Oberfläche orientiert sind [God91].

Im Beugungscontrast kann zudem der Burgers-Vektor von Versetzungen bestimmt werden. Dazu wird die richtungsabhängige Deformation der Gitterebenen in der Umgebung des Versetzungskerns genutzt (Abb. 2.5.3). Ebenen, auf denen der Burgers-Vektor \mathbf{b} senkrecht steht sind stark deformiert, aber Ebenen, die parallel zu \mathbf{b} verlaufen weisen keine oder nur eine geringe Deformation auf. Werden letztgenannte Ebenen zur Abbildung genutzt, ist die Versetzung daher nicht sichtbar oder sie zeigt nur einen geringen Restcontrast [God91].

In einem isotropen Medium wird die elastische Deformation \mathbf{r} in der Umgebung einer Versetzung in Polarkoordinaten durch die folgende Gleichung beschrieben [Gan82]:

$$\mathbf{r} = \frac{1}{2\pi} \left(\mathbf{b} \cdot \boldsymbol{\theta} + \mathbf{b}_{\text{St}} \frac{\sin(2\theta)}{4(1-\nu)} + \mathbf{b} \times \mathbf{l} \frac{\cos(2\theta)}{4(1-\nu)} + \mathbf{b} \times \mathbf{l} \frac{1-2\nu}{2(1-\nu)} \ln \frac{r}{r_0} \right) \quad (2.5.3)$$

r und θ sind die Polarkoordinaten in einer Ebene senkrecht zum Linienvektor \mathbf{l} der Versetzung, \mathbf{b} der Burgers-Vektor, \mathbf{b}_{St} die Stufenkomponente, ν die Poisson-Zahl und r_0 der innere Radius (vgl. Gleichung 2.1.3 und 2.1.4).

Wird eine Versetzung im TEM mit dem Abbildungsvektor \mathbf{g} im Zweistrahlfall abgebildet, so ist sie nicht sichtbar, wenn

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{r} = 0 \quad (2.5.4)$$

ist. Daraus folgen die Bedingungen die Nichtsichtbarkeit einer Versetzung:

$$\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0, \quad \mathbf{g} \cdot \mathbf{b}_{\text{St}} = 0, \quad \mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{l} = 0. \quad (2.5.5)$$

Das Kriterium $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ für die Nichtsichtbarkeit einer Versetzung ist nur für Schraubenversetzungen in einem isotropen Medium gültig, sowie für Stufenversetzungen wenn zudem $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} \times \mathbf{l} = 0$ ist. In allen anderen Fällen ist ein Restcontrast der Versetzung sichtbar [Gan82]. Experimentell wird dies umgesetzt, indem die Probe in eine Bragg-Bedingung geneigt wird. In diesem Fall geht die Intensität des einfallenden Strahls fast vollständig in einen gebeugten Strahl und den durchgehenden Strahl über. Diese Bedingung wird daher als Zweistrahlfall bezeichnet. Der Abbildungsvektor \mathbf{g} steht senkrecht auf der zur Abbildung verwendeten Ebene. Werden undeformierte oder wenig deformierte Gitterebenen zur Abbildung verwendet ist $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ und die Versetzung ist nicht sichtbar. Wenn der Contrast einer Versetzung bei zwei linear unabhängigen Beugungsvektoren minimal ist, lässt sich damit der Burgers-Vektor eindeutig bestimmen [God91].

Abbildung mittels Rasterelektronenmikroskopie

In der Rasterelektronenmikroskopie werden die Signale auf der Eintrittsseite des Elektronenstrahls untersucht (Abb. 2.5.1). Der Bereich, in denen Wechselwirkungen zwischen den Primärelektronen und den Atomen der Probe stattfinden, wird Anregungsvolumen genannt. Mit höherer Beschleunigungsspannung dringen Primärelektronen tiefer in die Probe ein und führen so zu einem größeren Anregungsvolumen. Im Fall von Kathodolumineszenz (KL), Röntgenstrahlung oder Rückstreuelektronen wird dadurch die Intensität der Signale erhöht und die Ortsauflösung verringert. Sekundärelektronen besitzen eine geringe kinetische Energie und können dadurch nur dünne Schichten durchdringen. Sie können nur nahe der Oberfläche nachgewiesen werden, wo der Elektronenstrahl fokussiert auf die Oberfläche trifft und das Anregungsvolumen eine sehr geringe laterale Auflösung aufweist. Sekundärelektronen bieten daher eine bessere laterale Ortsauflösung als Rückstreuelektronen. Ist die Probenoberfläche gegenüber dem Elektronenstrahl geneigt, so dass der Strahl nicht mehr senkrecht auf die Oberfläche trifft, werden mehr Sekundärelektronen emittiert. Sofern keine Abschattung auftritt, erscheinen stärker geneigte Flächen mit einem Sekundärelektronendetektor (z.B. Everhart-Thornley-Detektor) auf Grund der höheren SE-Emissionsrate heller [God91].

Die folgenden Betrachtungen über KL basieren inhaltlich auf [Bod87, Hör01, Rat08].

Lumineszenz entsteht in Halbleitern durch Übergänge von Elektronen vom Leitungsband ins Valenzband. Erfolgt die Anregung durch Elektronenstöße, wie dies im Elektronenmikroskop der Fall ist, so wird der Vorgang als Kathodolumineszenz bezeichnet. Die Lumineszenz hängt von der Bandlücke und den Defektzuständen in der Bandlücke ab. Der Ladungstransport in Halbleitern erfolgt durch Elektronen und Defektelektronen (auch Löcher genannt), wobei die Ladungsträgerdichte von der Temperatur T sowie der Dichte der Donatoren N_D und Akzeptoren N_A bestimmt wird. In einem Halbleiter stellt sich ein Gleichgewicht zwischen Elektronen $n_0(N_D, N_A, T)$ und Löchern $p_0(N_D, N_A, T)$ ein. Durch den Elektronenstrahl werden zusätzliche Elektron-Loch-Paare erzeugt und das Gleichgewicht wird verschoben, woraus die ortsabhängigen und zeitabhängigen Überschussladungsträgerdichten $\Delta n(r,t)$ und $\Delta p(r,t)$ folgen: $n = n_0 + \Delta n$ und $p = p_0 + \Delta p$ [Hör01].

Die Anzahl der durch den Elektronenstrahl erzeugten Ladungsträgerpaare lässt sich gemäß der folgenden Gleichung berechnen:

$$\Delta N = \frac{I_s}{q} (1 - \eta) \frac{E_0}{E_{kr}} \quad (2.5.6)$$

Dabei ist I_s der Strahlstrom, η der Anteil der rückgestreuten Energie, E_0 die Energie eines einzelnen Primärelektrons und E_{kr} die durchschnittliche Energie, die zur Erzeugung eines Elektron-Loch-Paares benötigt ist, wobei E_{kr} etwa dreimal so groß wie die Bandlücke ist [Bod87]. Nach der Erzeugung durch den Elektronenstrahl können die Elektron-Loch-Paare entweder diffundieren, oder strahlend bzw. nichtstrahlend rekombinieren. Das Prinzip der KL-Mikroskopie ist in Abbildung 2.5.4 dargestellt.

Die Verteilung der Ladungsträger lässt sich mit Hilfe der stationären Kontinuitätsgleichung beschreiben:

$$D \cdot \Delta q(r) - \frac{1}{\tau} q(r) + g(r) = 0. \quad (2.5.7)$$

Der Term $D \cdot \Delta q(r)$ stellt die Diffusion der Überschussladungsträger dar, $q(r)/\tau$ die Vernichtung durch Rekombination und $g(r)$ die Erzeugung durch den Elektronenstrahl. Dabei

ist Δ der Laplace-Operator, D der Diffusionskoeffizient, τ die Lebensdauer und q die Dichte der Überschussminoritätsladungsträger. Gleichung 2.5.7 und die folgenden Betrachtungen gelten in Abwesenheit von Driftfeldern für die Niederinjektionsbedingung, d.h. die Konzentration der Überschussladungsträger ist viel kleiner als die der Majoritätsladungsträger des Halbleiters [Hör01].

In diesem Fall genügt es, die Minoritätsladungsträger q zu betrachten, da die Rekombination hauptsächlich durch die Konzentration der Minoritätsladungsträger bestimmt wird. Die Rekombination an Oberflächen und Grenzflächen am Ort r_s wird durch Oberflächenrekombinationsgeschwindigkeit v_s bestimmt und führt dort zur Verringerung von Ladungsträgern durch Rekombination. Die Kontinuitätsgleichung lässt sich mit Hilfe der Diffusionslänge L lösen, die sich aus dem Diffusionskoeffizienten D und der Lebensdauer τ ergibt [Bod87]:

$$L = \sqrt{D \cdot \tau} . \quad (2.5.8)$$

Für eine punktförmige Generationsquelle von Überschussladungsträgern in einem halbusendlich ausgedehnten Halbleiter ist die Lösung der Kontinuitätsgleichung $q(r) = G \cdot e^{-r/L}/r$, wobei die Generationskonstante G von der Erzeugung der Ladungsträger abhängt [Bod87].

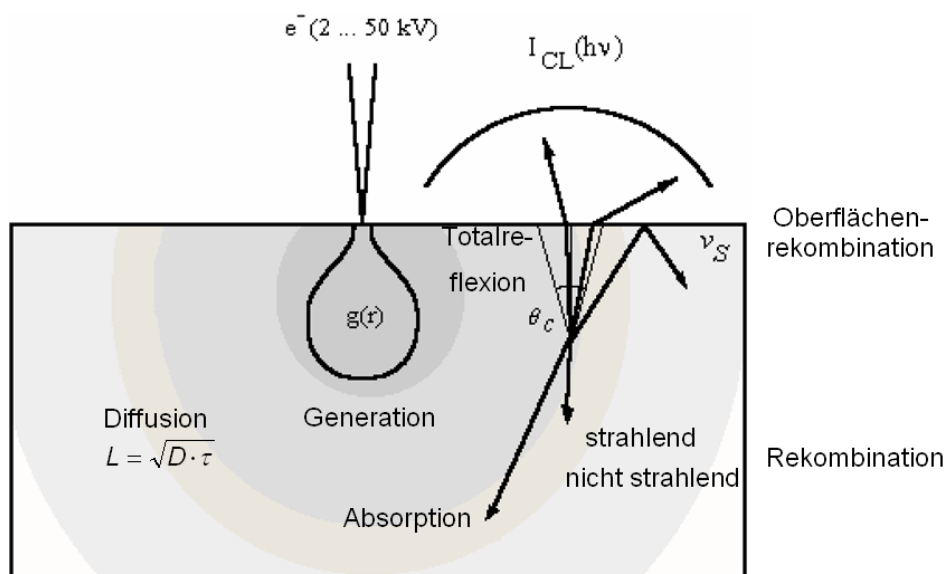


Abb. 2.5.4. Prinzip der KL-Mikroskopie, Generation von Ladungsträgern $g(r)$ durch den einfallenden Elektronenstrahl sowie anschließende Diffusion in der Probe, Vernichtung von Ladungsträgern durch strahlende und nichtstrahlende Rekombination, Absorption von Licht in der Probe sowie Brechung und Totalreflexion an der Oberfläche [Hil98].

In einem defektfreien Halbleiter entsteht Licht durch strahlende Rekombination von Elektron-Loch-Paaren. Die Anzahl der erzeugten Photonen ΔI_{CL} folgt aus der lokalen Dichte der Überschussladungsträger $q(r)$ und der Lebensdauer der Minoritätsladungsträger für strahlende Rekombination τ_r gemäß $\Delta I_{CL} \sim q(r)/\tau_r$. Die Gesamtintensität des emittierten Lichtes lässt sich annähernd aus dem Volumenintegral über die Probe berechnen. Von dem in der Probe erzeugten Licht verlässt nur der Anteil $(1 - \cos(\theta_c)/2)$ die Probe, da das Licht bei einem

Winkel von $\theta > \theta_c$ aufgrund von Totalreflexion an der Oberfläche wieder zurück in die Probe reflektiert wird. Der hohe Brechungsindex n von Halbleitern führt zu einem geringen Grenzwinkel der Totalreflexion θ_c in Bezug zur Oberflächennormale, so dass nur ein geringer Anteil des Lichts die Probe verlassen kann (Bsp.: GaAs: $n = 3,4$, $\theta_c = 17^\circ$, $I/I_0 = 2,2\%$). Der geringe Grenzwinkel führt außerdem dazu, dass der Weg in der Probe annähernd dem Abstand zur Oberfläche entspricht. Neben den Intensitätsverlusten durch Totalreflexion kommt es auch zur Absorption gemäß $I = I_0 \cdot e^{-\alpha z}$, wobei I_0 die Anfangsintensität, α der Absorptionskoeffizient und z die Tiefe im Material ist [Bod87].

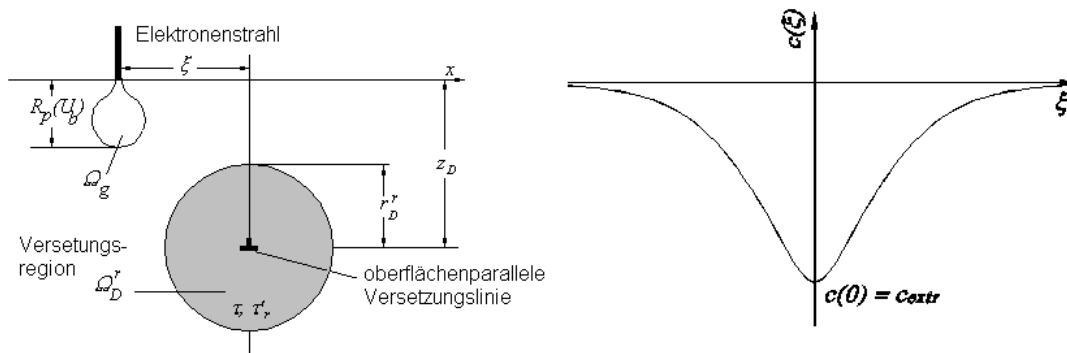


Abb. 2.5.5. Kontrastentstehung an einer Versetzung [Hil98].

Befindet sich in der Nähe des einfallenden Strahls ein Defekt wie eine Versetzung oder ein Riss, so führt dies zu einer höheren nichtstrahlenden Rekombination und damit zu einer Verringerung des KL-Signals im Vergleich zum umgebenden Kristall (Abb. 2.5.5). Für quantitative Untersuchungen wird die KL-Intensität I_n so normiert, dass sie im Bereich $0 < I_n < 1$ liegt:

$$I_n = \frac{I - I_{\min}}{I_{\max} - I_{\min}} \quad (2.5.9)$$

Der KL-Kontrast von einem Defekt wie einer Versetzung kann dann aus dem maximalen Intensitätsunterschied ΔI gegenüber der ungestörten Umgebung bestimmt werden.

Die laterale Auflösung wird bei kleinen Beschleunigungsspannungen durch die Diffusionslänge L der Ladungsträger beschränkt und bei höheren Spannungen durch die Größe des Anregungsvolumens. Die Intensität des emittierten Lichts nimmt mit der Beschleunigungsspannung und dem Strahlstrom zu. Für eine hohe Auflösung und einen hohen KL-Kontrast sind somit die Wahl der Beschleunigungsspannung und des Strahlstroms entscheidend [Rat08].

3 Experimentelle Techniken

Die experimentellen Grundlagen folgen im Wesentlichen der zeitlichen Abfolge der Untersuchungen. Zu Beginn werden die Halbleitermaterialien GaAs und GaN beschrieben. GaAs ist bereits seit geraumer Zeit mit definierten Eigenschaften in Form von Wafern kommerziell verfügbar, weshalb hier nur die Eigenschaften der untersuchten Wafer genannt werden ohne auf die Herstellung im Detail einzugehen. Dagegen stellt die Züchtung freistehender GaN-Kristalle immer noch eine große Herausforderung dar. Aus diesem Grund wird zunächst die Herstellung der GaN-Kristalle beschrieben und anschließend werden die Eigenschaften der untersuchten Kristalle aufgeführt.

Um Versetzungen und Risse zu erzeugen wurden die Halbleiterproben deformiert, wobei die Deformation fast ausschließlich mit Hilfe einer Diamantspitze (Indenter) erfolgte. Daher werden im zweiten Abschnitt des Kapitels die verwendeten Indenterformen und Geräte sowie die Messungen an Indentierungen beschrieben.

Die Indentierungen wurden mikroskopisch untersucht um Versetzungen und Risse abzubilden. Risse wurden mittels Lichtmikroskopie und Rasterelektronenmikroskopie im Sekundärelektronenkontrast abgebildet. Versetzungen wurden mit Hilfe von Kathodolumineszenz und Transmissionselektronenmikroskopie untersucht. Als weitere Methoden wurde lokale Ramanspektroskopie eingesetzt. In dem dritten Abschnitt dieses Kapitels werden die verwendeten Mikroskope und die Probenpräparation beschrieben.

3.1 Eigenschaften untersuchter Halbleitermaterialien

GaAs-Wafer

Die Untersuchungen an GaAs wurden an kommerziellen GaAs-Wafern durchgeführt. In den Experimenten wurden (001)-orientierte und (111)-orientierte GaAs-Wafer verwendet. Die Eigenschaften der verwendeten Wafer sind in Tabelle 3.1.1 zusammengefasst.

Nr.	Hersteller	Verfahren	Oberfläche	Versetzungsdichte ¹	Dotierung
1	FCM ²	LEC ³	(001)	$6,1 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$	$[\text{Te}] = 2,5 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$
2	FCM	LEC	(001)	$7,3 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$	$[\text{Si}] = 1,9 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$
3	FCM	VGf ⁴	(001)	$3,3 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$	$[\text{C}] = 6,2 \cdot 10^{15} \text{ cm}^{-3}$
4	FCM		(001)		$[\text{Zn}] = 9,8 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$
5	Wacker		($\bar{1} \bar{1} \bar{1}$) As		Si
6	CrysTec		($\bar{1} \bar{1} \bar{1}$) As	$8 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-2}$	undotiert

Tab. 3.1.1. Eigenschaften der verwendeten GaAs-Wafer.

¹ epd: etch pit density (Ätzgrübchendichte)

² Freiburger Compound Materials GmbH

³ liquid encapsulated Czochralski (flüssig eingekapseltes Czochralski-Verfahren)

⁴ vertical gradient freeze (vertikales Gradientenerstarrungsverfahren)

Die Kristallrichtungen eines (001)-orientierten Wafers sind in Abbildung 3.1.1 schematisch dargestellt. Die [001]-Richtung ist durch die Normale der Waferoberfläche gegeben. Die Orientierung ist am Rand des Wafers durch eine Abflachung (Flat) oder Einkerbung (Notch) gekennzeichnet. Gewöhnlich werden zwei $\langle 110 \rangle$ -Richtungen durch einen längeren Orientation-Flat (OF, auch Hauptflat: HF) und einen kürzeren Identification-Flat (IF auch Nebenflat: NF) markiert. Mit einem Flat in [110]- bzw. $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung wird eine (111)-Ga-Ebene gekennzeichnet und mit einem Flat in $[\bar{1}\bar{1}0]$ - bzw. $[1\bar{1}0]$ -Richtung eine $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -As-Ebene.

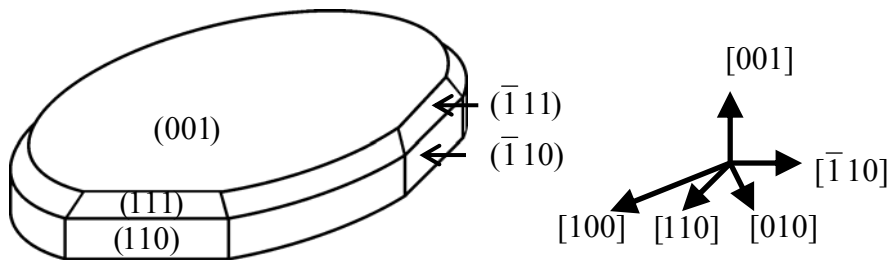


Abb. 3.1.1. Kristallrichtungen eines (001)-GaAs-Wafers.

GaN-Kristalle

Die Mehrzahl der untersuchten GaN-Kristalle wurden mittels HVPE⁵ von FCM hergestellt. Das Prinzip der Kristallzüchtung ist in Abbildung 3.1.2 dargestellt. Bei dieser Methode werden metallisches Gallium (Ga), Chlorwasserstoff (HCl) und Ammoniak (NH₃) als Ausgangsstoffe eingesetzt. Der Druck der Ausgangsstoffe betrug $1 \cdot 10^5$ Pa. HCl wurde mit Ga bei einer Temperatur von 800 °C zu Galliumchlorid umgesetzt, welches dann zusammen mit Ammoniak auf dem Substrat zu GaN reagierte. Als Trägergas dienten Stickstoff und Wasserstoff. Die Temperatur in der Wachstumszone betrug 1000 °C und das Wachstum fand in c-Richtung statt. Als Ausgangspunkt für das HVPE-Verfahren wurden heteroepitaktisch gewachsene (0001)-GaN-Schichten auf (0001)-Saphir eingesetzt. Freistehende GaN-Kristalle wurden durch Selbstseparation erzeugt [Tom02], wobei das Saphirsubstrat auf Grund der unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten während des Abkühlens vom GaN-Kristall abgelöst wurde.

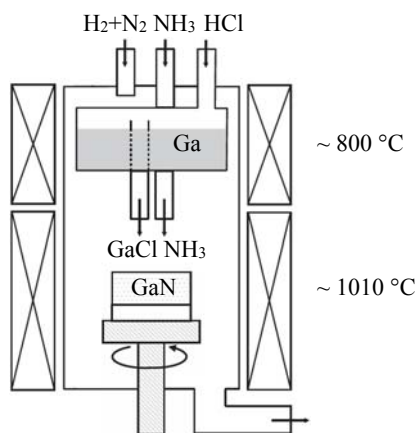


Abb. 3.1.2. Schematische Darstellung der Züchtung von GaN-Kristallen [Fuj09].

⁵ hydride vapor phase epitaxy (Hydridgasphasenepitaxie)

Die Tabelle 3.1.2 enthält einen Überblick über die in dieser Dissertation untersuchten GaN-Kristalle.

Nr.	Hersteller	Verfahren	Versetzungsdichte	Dicke	Größe
1	FCM	HVPE	$\sim 10^9 \text{ cm}^{-2}$	0,3 mm	
2	FCM	HVPE		1,3 mm	8 mm · 10 mm
3	FCM	HVPE	$\sim 10^6 \text{ cm}^{-2}$	3,4 mm	
4	FCM	HVPE	$\sim 10^6 \text{ cm}^{-2}$	3,5 mm	2“ Wafer
5	Lumilog		$1,7 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$	0,17 mm	2“ Wafer

Tab. 3.1.2. Eigenschaften der untersuchten GaN-Kristalle.

3.2 Indentierungsexperimente

Indenterformen

Die GaAs-Proben und GaN-Proben wurden mit Hilfe einer Diamantspitze (Indenter) deformiert, um Versetzungen und Risse zu erzeugen. Es wurden drei verschiedene Indenterformen verwendet, die in Abbildung 3.2.1 dargestellt sind: (a) Vickers-Indenter, (b) Berkovich-Indenter und (c) Cube-Corner-Indenter.

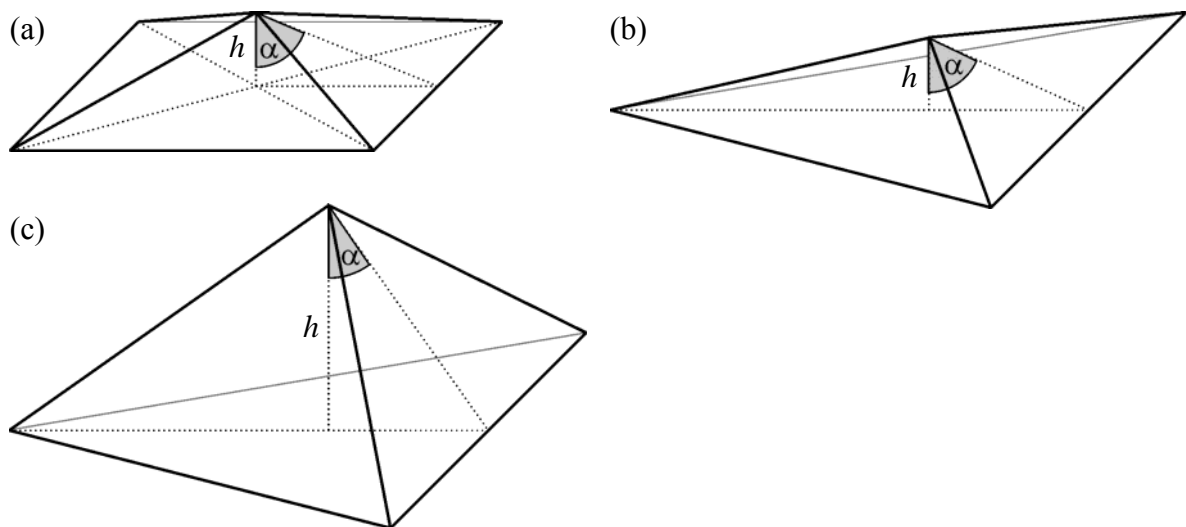


Abb. 3.2.1. Indenterformen (a) Vickers-Indenter, (b) Berkovich-Indenter und (c) Cube-Corner-Indenter (siehe Tab. 3.2.1).

Der Vickers-Indenter (Abb. 3.2.1.a) hat die Form einer vierseitigen Pyramide mit einem Winkel α von 68° zwischen Fläche und Mittellinie (auch: Flächenwinkel, Halbwinkel, semi-angle). Die Eindringtiefe wird h genannt und die Länge der Diagonalen, d. h. der Abstand von zwei gegenüberliegenden Ecken, wird als d bezeichnet. Der äquivalente Konuswinkel ist der halbe Öffnungswinkel eines konischen Indenters, der die gleiche Fläche-zu-Eindringtiefe-Beziehung aufweist wie der entsprechende pyramidale Indenter. Im Fall vom Vickers-Indenter beträgt der äquivalente Konuswinkel $70,3^\circ$ [Fic02, Wei90].

Der Berkovich-Indenter (Abb. 3.2.1.b) und der Cube-Corner-Indenter haben die Form einer dreiseitigen Pyramide. Der Abstand zwischen einer Ecke und der gegenüberliegenden Kante

wird als l bezeichnet. Der Winkel α des Berkovich-Indenters beträgt $65,3^\circ$. Dadurch entspricht das Verhältnis zwischen projizierter Fläche und Eindringtiefe dem des Vickers-Indenters und der äquivalente Konuswinkel beträgt $70,3^\circ$ [Fic02].

Der Cube-Corner-Indenter (Abb. 3.2.1.c) hat einen Winkel α von $35,3^\circ$ und der Winkel zwischen einer Fläche und der gegenüberliegenden Kante beträgt 90° . Der äquivalente Konuswinkel beträgt $42,28^\circ$ und ist damit deutlich geringer als im Fall eines Vickers- oder Berkovich-Indenters [Fic02].

Auswertung von Indentierungen

Die Proben wurden mit Hilfe von Diamantspitzen deformiert. Anschließend wurden die verbleibenden Eindrücke des Indenters (Indentierungen) mikroskopisch abgebildet. In den Aufnahmen von Indentierungen wurden die Diagonalen d_1 und d_2 (Vickers) bzw. die Längen l_1, l_2, l_3 (Berkovich, Cube-Corner) gemessen (Abb. 3.2.2, Tab. 3.2.1). Für die Berechnung mechanischer Eigenschaften wurden die Mittelwerte d bzw. l verwendet. Die Größe eines Radialrisses c wurde als Abstand der Rissspitzen vom Zentrum der Indentierung bestimmt. Als Größe eines Lateralrisses wurde dessen Durchmesser $2 \cdot r$ gemessen [Fic02].

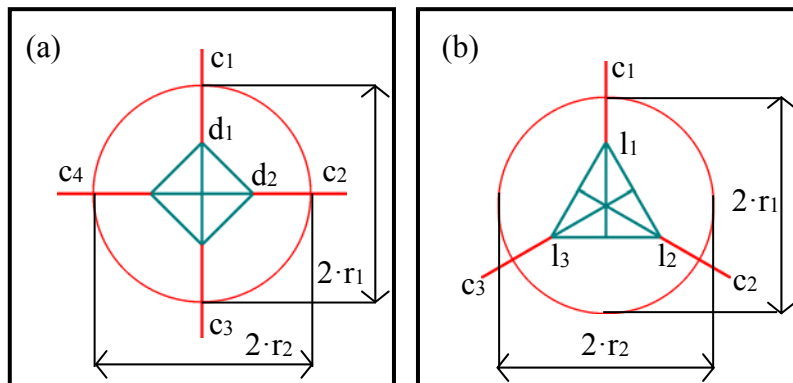


Abb. 3.2.2. Messungen (a) an einer Vickers-Indentierung sowie (b) an einer Berkovich- oder Cube-Corner-Indentierung

	Vickers	Berkovich	Cube-Corner
Halbwinkel α	68°	$65,3^\circ$	$35,3^\circ$
Messgrößen	d, c, r	l, c, r	l, c, r
Projizierte Fläche	$0,5 \cdot d^2$	$0,577 \cdot l^2$	$0,577 \cdot l^2$
Oberfläche	$0,539 \cdot d^2$	$0,635 \cdot l^2$	l^2
Äq. Konuswinkel	$70,3^\circ$	$70,3^\circ$	$42,28^\circ$

Tab. 3.2.1. Eigenschaften von Indentern und Messungen an Indentierungen [Fic02].

Die Härte beschreibt den mechanischen Widerstand eines Körpers gegen das Eindringen eines härteren Prüfkörpers. Sie kann aus dem Quotienten von der Prüfkraft F und der Fläche A bestimmt werden.

$$H = \frac{F}{A} \quad (3.2.1)$$

Als Fläche wird die Oberfläche der Indentierung unter der Annahme geometrischer Ähnlichkeit von Indentierung und Indenter oder die projizierte Oberfläche verwendet. Die Vickers-Härte ist definiert als [Fic02, Smi22, Wei90]:

$$H_v = 1,854 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (3.2.2)$$

Zur Untersuchung der Rissbildung wird die relative Risshäufigkeit $n(F)$ eingeführt. Sie ist definiert als die Anzahl der auftretenden Risse N dividiert durch die Anzahl der möglichen Risse N_0 [Frö83, Pet83, Rat10, Wad74]. Für Radial-Eckrisse ist N_0 die Anzahl der Ecken der Indentierung (Vickers: $N_0 = 4$, Berkovich, Cube-Corner: $N_0 = 3$).

$$n(F) = \frac{N(F)}{N_0} \quad (3.2.3)$$

Der Rissbildungswiderstand F_C ist definiert als die Kraft, bei der die Risshäufigkeit 0,5 beträgt [Frö83, Pet83, Wad74]:

$$n(F_C) = 0,5 \quad (3.2.4)$$

Die Risszähigkeit K_C beschreibt den Widerstand eines Materials gegen Rissausbreitung und kann gemäß der Gleichung

$$K_C = 0,018 \cdot \left(\frac{E}{H} \right) \cdot \frac{F}{c^{3/2}} \quad (3.2.5)$$

aus dem Elastizitätsmodul E , der Härte H , der Prüfkraft F , der Risslänge c und einer Konstanten von k berechnet werden.⁶

Geräte

Die Eigenschaften der Proben wurden bestimmt, indem diese mit einem Indenter unter reproduzierbaren Bedingungen deformiert wurden. Für Messungen im Kraftbereich von 0,02 N bis 1,0 N wurde ein Mikrohärteprüfgerät MHP 100 eingesetzt. Messungen mit Kräften größer als 1,0 N wurden mit einem Zwick 3202 Härteprüfgerät durchgeführt.

Das Mikrohärteprüfgerät MHP 100 wird als Objektiveinheit in das Auflichtmikroskop Neophot 2 eingesetzt. An der Linse des Objektivs ist ein Vickers-Indenter befestigt (1 in Abb. 3.2.3.a). Die Indentierungen werden durch Absenken des Objektstisches mit Probe auf den Indenter erzeugt. Das an einer Feder aufgehängte Objektiv wird dabei nach unten bewegt und zeigt die Auslenkung in Skalenteilen an. Die Kraftanzeige wird mit dem Bild überlagert und ist in 50 Skalenteile eingeteilt (2 in Abb. 3.2.3.a). Über einen Satz von Massestücken wird der Auslenkung eine Kraft zugeordnet. Eine Auslenkung von 50 Skalenteilen entspricht einer Kraft von 1,19 N und einem Federweg von 1,48 mm. Da die Eindringtiefe h in Materialien wie GaAs oder GaN wesentlich geringer als der Federweg ist, kann h während der Belastung nicht direkt bestimmt werden. Als Prüfkraften wurden 0,02 N, 0,05 N, 0,10 N, 0,25 N, 0,5 N und 1,0 N verwendet. Die Lastrate wurde für Belastung und Entlastung identisch gewählt und betrug 125 mN/s für Prüfkraften im Bereich von 0,10 N bis

⁶ $E_{\text{GaAs}} = 117 \text{ GPa}$ [Ber01, Ber07], $E_{\text{GaN}} = 320 \text{ GPa}$ [Fuj06], Konstante k : $k = 0,014$ [Law80], $k = 0,016$ [Yon00, Yon01], $k = 0,018$ [Ber01]

1,0 N. Für Prüfkraften kleiner als 0,1 N wurde eine Dauer von einer Sekunde für Belastung und Entlastung gewählt. Die Haltezeit betrug für alle Prüfkraften drei Sekunden.

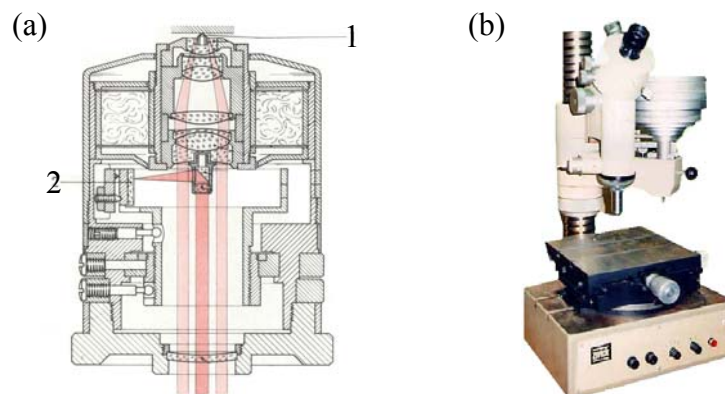


Abb. 3.2.3. (a) Mikrohärteprüfgerät MHP 100 [Geb82], (b) Härteprüfgerät Zwick 3202 [Aho08].

Das Härteprüfgerät Zwick 3202 erzeugt die Prüfkraft durch die Gewichtskraft von Massestücken (Abb. 3.2.3.b). Durch die Eigenmasse der Prüfeinrichtung beträgt die Prüfkraft ohne zusätzliche Massestücke 1,96 N (200 g). Die Prüfkraft kann durch zusätzliche Massestücke auf 98,1 N (10 kg) erhöht werden oder durch eine Balkenwaage mit Gegengewichten auf bis zu 0,10 N (10 g) verringert werden. Die Auftreffgeschwindigkeit wird mit Hilfe einer Ölbremse eingestellt. Die Einwirkdauer wird ab dem Kontakt des Indenters mit der Probe gemessen. Die Entlastung erfolgt manuell durch Anheben des Indenters in die Ausgangsposition. Als Prüfkraften wurden 0,98 N, 1,96 N und 4,91 N verwendet. Die Auftreffgeschwindigkeit wurde auf 4 mm pro Minute eingestellt und als Einwirkdauer wurden 15 Sekunden gewählt.

Präparation von Proben für Indentierungen

Die GaAs-Proben für die Indentierungsexperimente wurden auf der Oberfläche entlang der $\langle 011 \rangle$ -Richtungen geritzt und in rechteckige Stücke gebrochen. Aus größeren GaN-Kristallen wurden zum Indentieren Proben mit einer Größe von $\approx 10 \text{ mm} \cdot 3 \text{ mm}$ herausgesägt. Kleinere GaN-Kristalle wurden ohne weitere Probenpräparation indentiert. Die Proben wurden zum Indentieren mit dem Mikrohärteprüfgerät MHP auf einem Glasobjekträger für Lichtmikroskopie fixiert. Vor den Messungen mit dem Härteprüfgerät Zwick 3202 war keine weitere Probenpräparation nötig. Für Indentierungen bei Kräften um 1 N wurden Abstände von $200 \mu\text{m}$ zwischen den Indentierungen gewählt.

3.3 Mikroskopische Untersuchungen

Lichtmikroskopie (Leica DMR)

Die Proben wurden zunächst mittels Lichtmikroskopie (LM) mit dem Mikroskop Leica DMR untersucht. Bei einer Vergrößerung von 10-fach bis 100-fach wurden in Aufsicht Übersichtsbilder von den Proben und Eindrucksserien aufgenommen. Die Bilder von einzelnen Indentierungen wurden mit Aufsichtbeleuchtung mit Fokus auf die Probenoberfläche aufgenommen.

Kathodolumineszenz (JSM 6400)

Das Rasterelektronenmikroskop JSM 6400 wurde verwendet, um Versetzungen im KL-Kontrast abzubilden. Dazu wurde eine Spannung von 8 kV bzw. 10 kV verwendet. Im JSM 6400 wird das von der Probe abgegebene Licht mit einem parabolischen Spiegel gesammelt und anschließend wird dessen Intensität mit dem Photomultiplier Hamamatsu R2228 registriert. Für die Untersuchung der Wellenlängenabhängigkeit kann ein Monochromator vor den Detektor in den Strahlengang eingebracht werden. Die Bildaufnahme und die Bearbeitung erfolgten mit dem Bildverarbeitungssystem DISS der Firma Point Electronic.

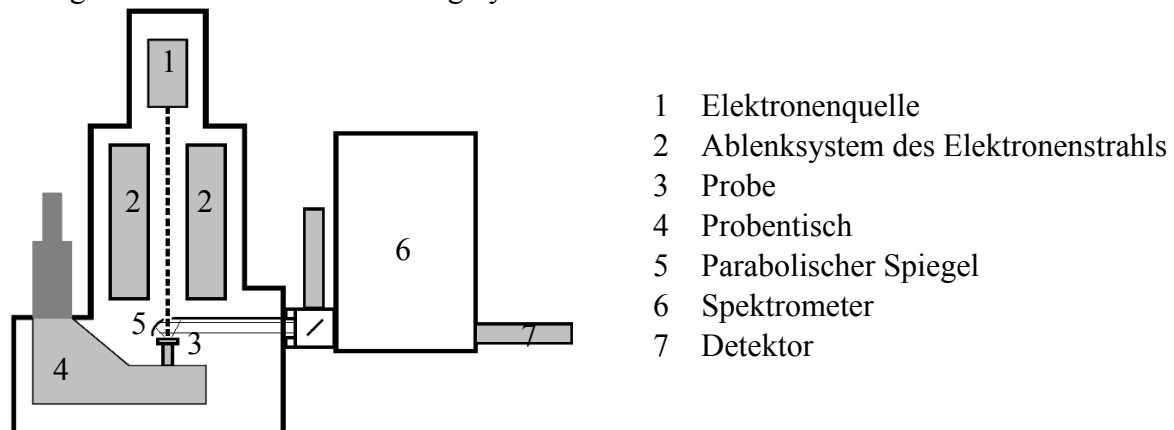


Abb. 3.3.1. Einbau des KL-Systems Oxford Mono CL in einem Rasterelektronenmikroskop JSM 6400 [vgl. Hör01].

Rasterelektronenmikroskopie (Philips ESEM XL 30 FEG)

Die Indentierungen wurden in den Rasterelektronenmikroskopen Philips ESEM XL 30 FEG im Sekundärelektronenkontrast untersucht (SE-Kontrast). Im ESEM XL 30 wird als SE-Detektor ein Everhart-Thornley-Detektor verwendet. Die Beschleunigungsspannung beträgt am ESEM XL 30 maximal 30 kV. Zur Bildaufnahme im SE-Kontrast wurde eine Spannung von 2 kV bzw. 5 kV gewählt

Beugungskontrast (JEOL JSM 6400)

Zur Versetzungsabbildung im Beugungskontrast wurde das TEM Jeol JEM 4000 EX mit einer Beschleunigungsspannung von 200 kV bzw. 400 kV verwendet. Durch das Kondensorsystem wird der Elektronenstrahl auf der Probe abgebildet sowie dessen Durchmesser und der Konvergenzwinkel eingestellt. Für Beugungsexperimente muss der Probenhalter eine Bewegung in x- und y-Richtung sowie eine Kippung um zwei Achsen erlauben. Hinter der Objektivlinse werden ein Zwischenbild und ein Beugungsbild erzeugt, die durch die Projektivlinsen vergrößert als Bild oder Beugungsbild auf einen Fotofilm fokussiert werden.

Präparation von Indentierungen für mikroskopische Untersuchungen

Für die TEM-Präparation wurden die Proben mit Kräften von 0,02 N bis 0,1 N und Abständen von 40 μm bis 100 μm indentiert. Anschließend wurde mit einem Ultraschallbohrer KLN 512/106 eine Scheibe mit 3 mm Durchmesser herausgebohrt, die danach im Ultraschallbad 5 Minuten lang in Aceton und Ethanol gereinigt wurde. Die Probe wurde mit einem Buehler Minimet Polisher von der Rückseite mechanisch auf etwa 150 μm Dicke abgeschliffen und anschließend mit dem Gatan Dimple Grinder Model 656 gedimpelt, so dass die Probe in der Mitte eine Materialstärke von 20 μm bis 40 μm aufwies. Danach wurde die Probe mit dem Gatan Precision Ion Polishing System Model 691 (PIPS) soweit abgedünnt, bis in der Mitte der Probe ein Loch entstand und die Indentierungen etwa 20 μm vom Rand des Lochs entfernt waren. Mit Hilfe eines Rotfilters war es möglich, im Lichtmikroskop die Materialstärke der Probe in der Umgebung der Indentierung durch Auszählen der Interferenzstreifen zu bestimmen. Für eine Beschleunigungsspannung von 400 kV erwies sich eine Materialstärke von etwa 700 nm bis 800 nm als geeignet.

4 Entstehung und Ausbreitung von Versetzungen

Die plastische Deformation von GaAs und GaN durch Indentierungen geht mit der Bildung von Versetzungen einher. Dabei entsteht in der Umgebung von Indentierungen eine charakteristische Anordnung von Versetzungen, die als Versetzungsrosette bezeichnet wird. In Halbleitern mit Zinkblendestruktur, zu denen auch GaAs gehört, liegen bereits detaillierte Modelle zur Anordnung von Versetzungen an Indentierungen vor. Dagegen existieren im Fall von GaN Modelle für einzelne Versetzungen sowie experimentelle Beschreibungen von Versetzungsrosetten, doch ein umfassendes Modell der Versetzungsausbreitung liegt nicht vor. In der vorliegenden Arbeit wurden Versetzungen mittels KL und TEM abgebildet. In GaAs werden Versetzungen an Indentierungen untersucht und mit den allgemeinen Modellen der Versetzungsausbreitung der Zinkblendestruktur verglichen, wobei auch der Einfluss von der Kristallorientierung diskutiert wird. In GaN wird zunächst die Versetzungsanordnung an Indentierungen untersucht und auf dieser Grundlage wird ein räumliches Modell für die Anordnung von Versetzungen erstellt. Ausgehend von diesem Modell werden die Ausbreitung von Versetzungen sowie der Einfluss Indenterform und Indenterorientierung beschrieben.

4.1 Versetzungen in (001)-GaAs, (110)-GaAs und (111)-GaAs

Versetzungen an Vickers-Indentierungen in (001)-GaAs

Die Versetzungsanordnung in GaAs wird ausgehend von (001)-GaAs beschrieben. Die Versetzungsrosetten bestehen aus vier Versetzungsarmen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen parallel zur Oberfläche und vier Armen in den $\langle 10\bar{1} \rangle$ -Richtungen, die in den Kristall gerichtet sind, wobei die acht Versetzungsarme aus jeweils zwei Zweigen bestehen (Abb. 4.1.1, vgl. Abb. 2.2.5, vgl. [Hör01, Kou00, Rat08]). In den oberflächenparallelen Armen gehen die Versetzungen von der Indentierung aus und enden an der Oberfläche oder wieder an der Indentierung. Der Burgers-Vektor von Versetzungen wurde mit der Methode des minimalen Versetzungscontrastes im TEM bestimmt. Zum Vergleich der Versetzungscontrastes einer Versetzungsrosette (Abb. 4.1.1) werden Ausschnitte an drei Positionen mit vier Abbildungsvektoren gegenübergestellt (Abb. 4.1.2).

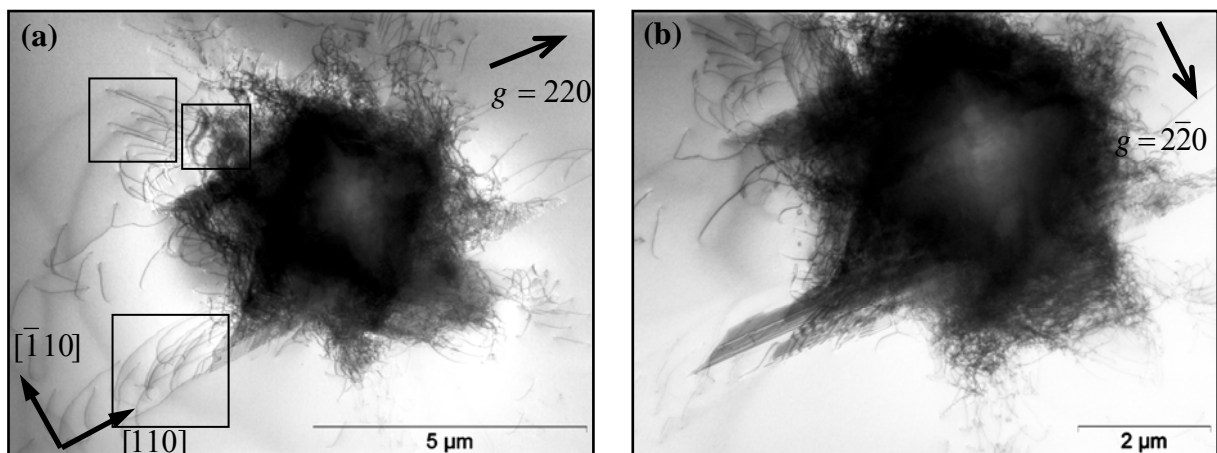


Abb. 4.1.1. TEM-Hellfeldbilder einer Vickers-Indentierung in Kohlenstoff-dotiertem GaAs mit einer Prüfkraft von 40 mN im Zweistrahlfall mit einem Abbildungsvektor (a) von $g = 220$ sowie (b) von $g = \bar{2}20$.

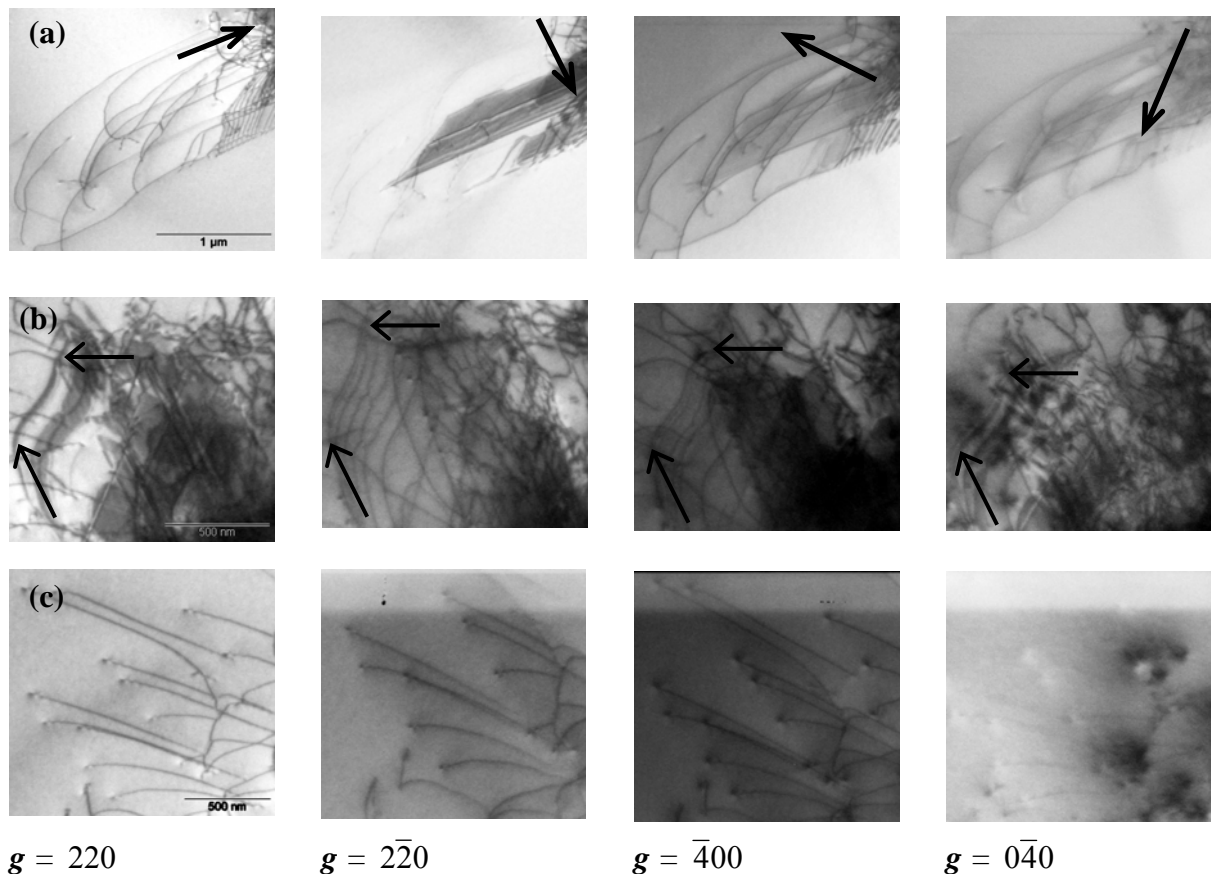


Abb. 4.1.2. Bestimmung von Burgers-Vektoren mit der Methode des minimalen Kontrastes, TEM-Hellfeldabbildungen mit vier verschiedenen Abbildungsvektoren, die vorherrschenden Burgers-Vektoren sind (Zeile a) $\mathbf{b} = \frac{a}{2}[110]$, (Zeile b) $\mathbf{b} = \frac{a}{2}[1\bar{1}0]$ und (Zeile c) $\mathbf{b} = \frac{a}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$.

In GaAs treten im Wesentlichen vollständige Versetzungen mit einem Burgers-Vektor von $\frac{a}{2}[110]$ sowie deren aufgespaltene Versetzungen auf. Mit diesem Ansatz kann der Burgers-Vektor bestimmt werden, auch wenn der Kontrast nur in einem Fall minimal ist.

Die Versetzungen in der ersten Zeile von Abbildung 4.1.2 sind Teil eines oberflächenparallelen Versetzungsarms in $[110]$ -Richtung. Die Versetzungsschleifen bestehen aus lang gestreckten Linienkontrasten in $[110]$ -Richtung sowie gebogenen führenden Segmenten. Sie zeigen bei einem Abbildungsvektor von $2\bar{2}0$ minimalen Kontrast und weisen daher einen Burgers-Vektor von $\frac{a}{2}[110]$ auf. Somit gehen sie als Schraubenversetzung von der Indentierung aus und gehen im führenden Segment in eine 60° -Versetzung über. Der Streifenkontrast bei einem Abbildungsvektor von $2\bar{2}0$ weist auf einen Stapelfehler hin, der von Partialversetzungen begrenzt wird. Die TEM-Untersuchungen zeigen, dass sich die Versetzungen sowohl im vollständigen als auch im aufgespalteten Zustand ausbreiten können.

Die Versetzungsschleifen in Abbildung 4.1.2.b gehören zu einem Versetzungsarm in $[1\bar{1}0]$ -Richtung. Sie zeigen bei einem Abbildungsvektor von 220 minimalen Kontrast und besitzen daher einen Burgers-Vektor von $\frac{a}{2}[1\bar{1}0]$. Auch bei diesem Abbildungsvektor sind Stapelfehler sichtbar, deren von Versetzungen begrenzte Flächen jedoch wesentlich geringer sind (vgl. Abb. 4.1.2.a und 4.1.2.b).

Die Versetzungen in Abbildung 4.1.2.c gehören zu einem Versetzungsarm des Volumengleitsystems in $[\bar{1}0\bar{1}]$ -Richtung. Im Gegensatz zu den oberflächenparallelen Versetzungsarmen wurden in dieser Richtung isolierte Versetzungen beobachtet und keine

Versetzungsschleifen. Die Ursache hierfür liegt im rückseitigen Abdünnen der Probe, wodurch ein Teil der Versetzungen abgetragen wurde. Die Versetzungen zeigen bei einem Abbildungsvektor von $0\bar{4}0$ minimalen Kontrast und weisen daher einen Burgers-Vektor von $\frac{a}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$ auf. In den TEM-Untersuchungen konnte das Gleitprismenmodell nach [War84] und [Hör01] experimentell bestätigt werden.

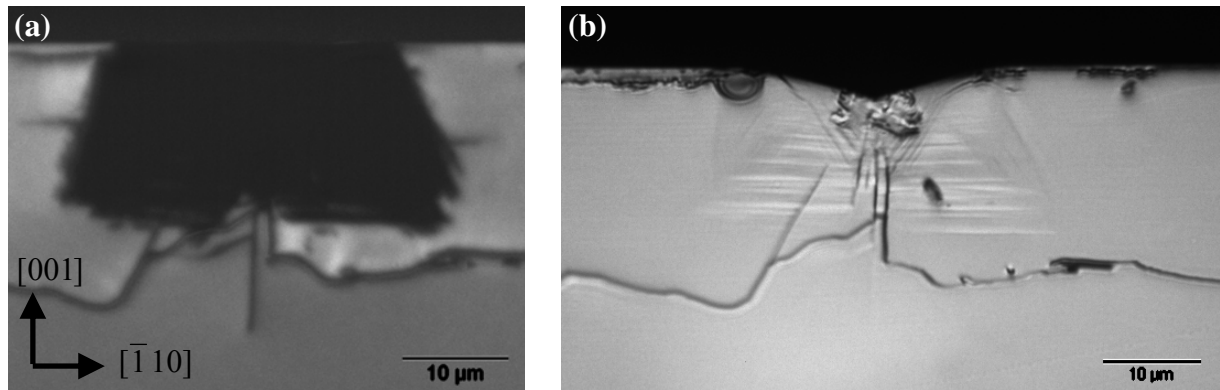


Abb. 4.1.3. Untersuchung einer Vickers-Indentierungen im Querschnitt (a) LM-Bild und (b) KL-Bild

Ausgewählte Vickers-Indentierungen in (001)-GaAs wurden im Querschnitt präpariert und mittels KL und LM abgebildet. In der KL-Querschnittsaufnahme einer Vickers-Indentierung ist die Versetzungsausbreitung unter der Oberfläche deutlich sichtbar (Abb. 4.1.3.a). Es sind zwei Versetzungsarme erkennbar, die in den Kristall gerichtet sind und deren Breite und Tiefe jeweils etwa $15\ \mu\text{m}$ betragen. Ein Vergleich mit einer LM-Aufnahme zeigt drei verschiedene Arten von Gleitlinien im Bereich der Indentierung, die beim Spalten entstanden sind. An der Indentierung liegen Gleitlinien, die um 60° gegenüber der Oberfläche geneigt sind und unterhalb des Zentrums der Indentierung aufeinander zulaufen. Der größte Teil der Gleitlinien verläuft parallel zur Oberfläche. Diese Bänder werden in den Außenbereichen von einer dritten Art von Gleitlinien im Winkel von 60° zur Oberfläche begrenzt.

Ausbreitung von Versetzungen durch Elektronenbestrahlung und Erwärmung

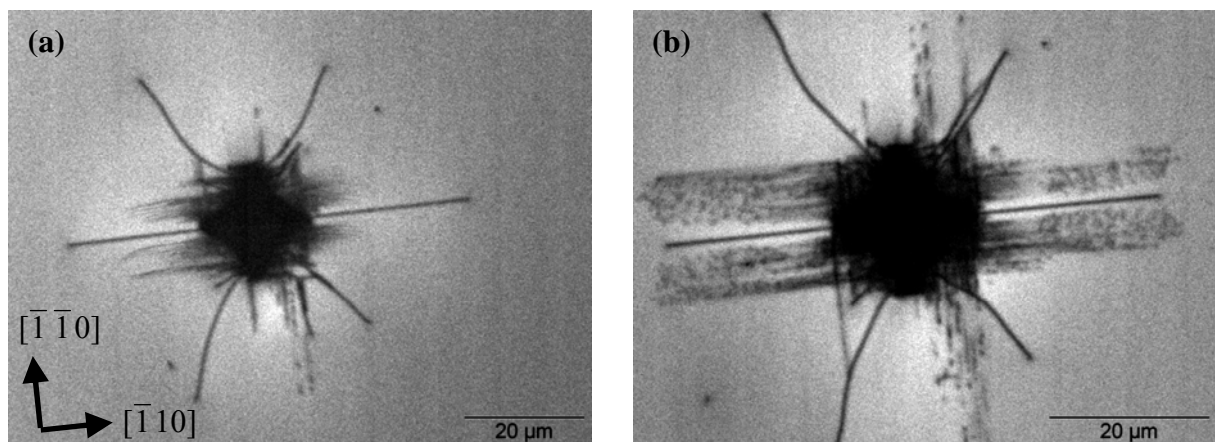


Abb. 4.1.4. Untersuchung der Versetzungsbewegung durch Elektronenbestrahlung mittels KL, (a) 1. Bildaufnahme, $I_s = 1,25\ \text{nA}$, (b) 3. Bildaufnahme $I_s = 20,3$.

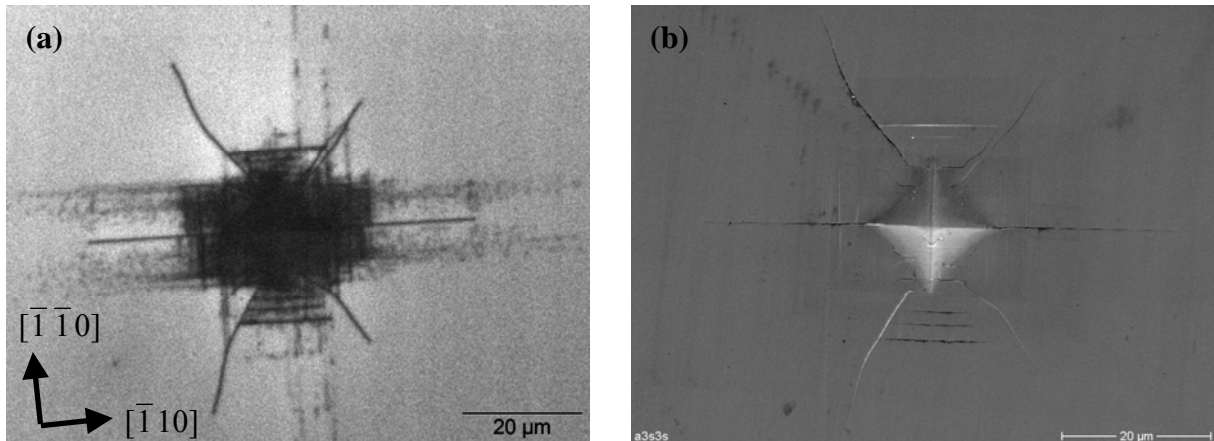


Abb. 4.1.5. Untersuchung der Versetzungsbewegung durch und Erwärmung bei 300°C für 60 Minuten (a) KL-Aufnahme und (b) SE-Bild.

Die KL-Messungen an (001)-GaAs zeigten einer starke Versetzungsbewegung durch Elektronenbestrahlung während der Bildaufnahme [vgl. Mae83]. Zu Beginn der Bildaufnahme befanden sich die Versetzungen nahe der Indentierung (Abb. 4.1.4.a). Nach mehrfacher Bildaufnahme erreichten die Versetzungen schließlich die gleiche Entfernung von der Indentierung wie die Radialrisse (Abb. 4.1.4.b). Weitere Bildaufnahmen führten nicht mehr zu einer weiteren Versetzungsbewegung. Demnach reicht die Schubspannung des Restspannungsfeldes bei Raumtemperatur für keine weitere Bewegung aus. Die Probe wurde anschließend in einem Rohrofen mit 30 K/min auf 300°C erwärmt, und die Temperatur wurde eine Stunde lang gehalten. Danach wurde die Probe zusammen mit dem Ofen abgekühlt, um mechanische Spannungen aufgrund großer Temperaturunterschiede zu vermeiden. Das KL-Bild in Abbildung 4.1.5.a zeigt wie die Versetzungen nach der thermischen Behandlung über die Risse hinausgehen. In den SE-Bildern und KL-Bildern waren nach dem Heizen Linien um den Eindruck sichtbar, die senkrecht zu den Indenterdiagonalen verlaufen. Untersuchungen mittels Rasterkraftmikroskopie haben gezeigt, dass es sich dabei um hohe Stufenkanten handelt [Rat08]. Nach der Indentierung ist das Material noch verspannt. Durch das Erwärmen kann jedoch ein Teil der Verspannung durch Gleiten von Versetzungen abgebaut werden.

Versetzungen an Vickers-Indentierungen in (110)-GaAs

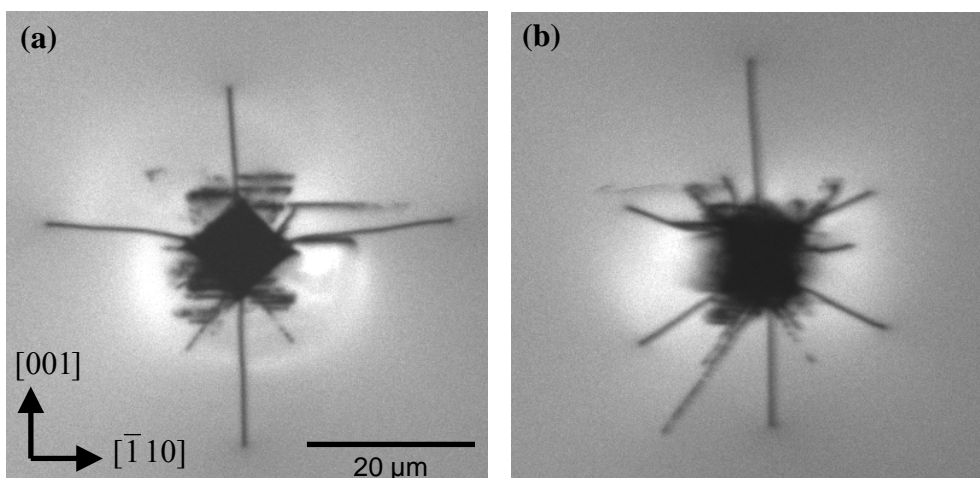


Abb. 4.1.6. Versetzungen an einer Vickers-Indentierung in (110)-GaAs (a) 0°-Orientierung, (b) 45°-Orientierung.

Zur Untersuchung von (110)-GaAs wurden Teile eines (001)-GaAs-Wafers gespalten, wobei weitestgehend ebene Spaltflächen entstanden. Die Spaltflächen wurden indentiert und mittels KL untersucht. Die Versetzungsrosetten an Indentierungen in (110)-GaAs bestehen aus vier Versetzungsarmen, die einen Winkel von 71° bzw. 109° einschließen und gegenüber der Oberfläche um einen geringen Winkel geneigt sind (Abb. 4.1.6). Während diese Arme in der 45° -Serie klar erkennbar sind, treten sie in der 0° -Serie nur in einem geringen Maße in Erscheinung. Die oberflächenparallelen Versetzungsarme entlang der $\pm [1\bar{1}0]$ -Richtungen treten nur ansatzweise auf. Damit wurde das Gleitprismenmodell gemäß [Hör01] auch für Indentierungen in (110)-GaAs experimentell bestätigt.

Versetzungen an Vickers-Indentierungen in (111) GaAs

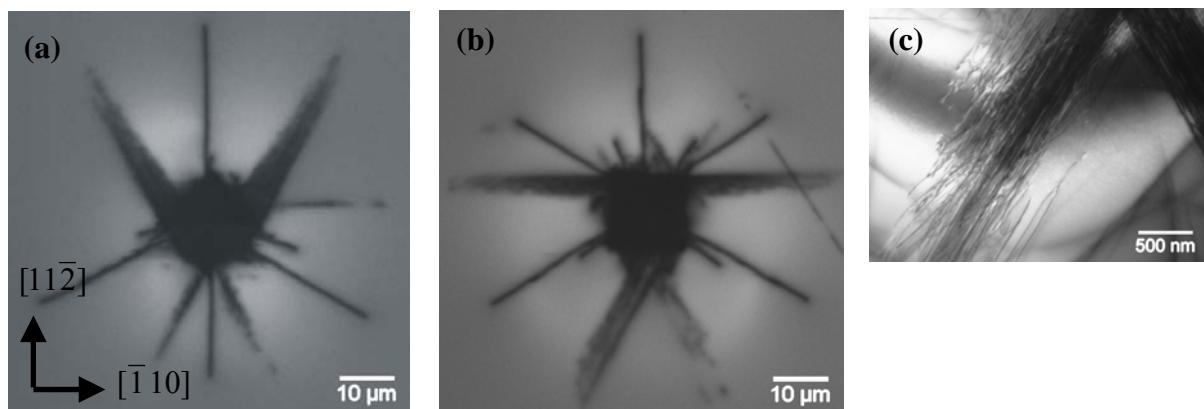


Abb. 4.1.7. Versetzungen an einer Vickers-Indentierung in $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs (a) 0° -Orientierung, (b) 45° -Orientierung, (c) TEM-Aufnahme von einem Versetzungsarm.

An Indentierungen in $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs treten sechs Versetzungsarme auf [vgl. Fuj88, Hör01], wie ein Vergleich der KL-Aufnahmen von Vickers-Indentierungen der 0° -Serie und der 45° -Serie zeigt (Abb. 4.1.7, [Rat11a]). In der 0° -Serie erscheinen an der Oberfläche Versetzungen vorwiegend in den Armen in $[01\bar{1}]$ -Richtung und $[10\bar{1}]$ -Richtung. In der 45° -Serie sind Versetzungen in den $\pm [1\bar{1}0]$ -Richtungen sowie in der $[0\bar{1}1]$ -Richtung und $[\bar{1}01]$ -Richtung erkennbar. In den Versetzungsarmen ist, wie im Fall von (110)-GaAs, jeweils nur ein Versetzungsarm erkennbar. Eine mögliche Ursache für die deutlichen Unterschiede ist die unterschiedliche Beweglichkeit von α - und β -Versetzungen. Zudem könnte die Ausbreitung von Versetzungen durch Risse begrenzt worden sein.

4.2 Versetzungen in (0001)-GaN und (1100)-GaN

Entstehung von Versetzungen in GaN beim Kristallwachstum

In kristallinen Materialien können Versetzungen während des Kristallwachstums (eingewachsene Versetzungen) bzw. durch mechanische Deformation entstehen. In diesem Abschnitt wird die Ausbreitung von eingewachsenen Versetzungen beschrieben, gefolgt von mechanisch erzeugten Versetzungen durch Indentierungen.

Das häufigste Substrat für die Züchtung von GaN ist Saphir, doch der große Unterschied der Gitterkonstanten führt zu Versetzungen [Amb98], die von der Grenzfläche GaN/Saphir ausgehen und die anschließend miteinander reagieren oder an der Oberfläche enden [Dro96, Fuj12, Men11, Sak97]. In optoelektronischen Bauelementen können Versetzungen als Zentren nicht-strahlender Rekombination wirken und deren Effizienz verringern. Zudem können Versetzungen zu einer stärkeren Erwärmung von Bauelementen führen und so deren Lebensdauer verringern. Ein wesentliches Ziel in der Züchtung von GaN-Kristallen besteht daher in der Reduktion der Versetzungsdichte. Im Fall der Züchtung von massiven Kristallen mit GaN-Schichtdicken von einigen 100 μm oder mehreren Millimetern erfolgt die Reduktion der Versetzungsdichte über Versetzungsreaktionen während des Kristallwachstums [Men11]. Ein GaN-Kristall wurde für Querschnittsuntersuchungen mittels TEM präpariert. In Abbildung 4.2.1 sind TEM-Hellfeldabbildungen von Versetzungen im Beugungskontrast dargestellt.

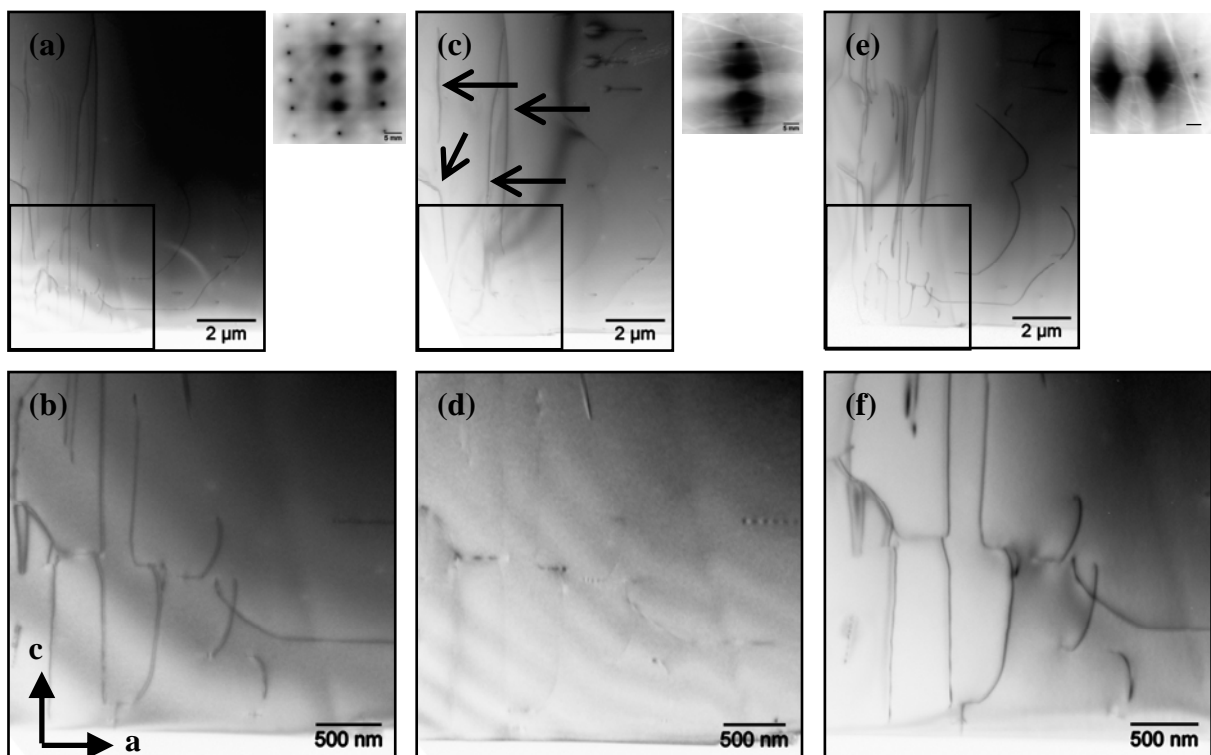


Abb. 4.2.1. TEM-Hellfeldaufnahmen von eingewachsenen Versetzungen an der Rückseite eines GaN-Kristalls im Querschnitt.

Von der Rückseite der Probe gehen Versetzungen aus (Abb. 4.2.1). Die meisten Versetzungen verlaufen in [0001]-Richtung und nur eine geringere Anzahl von Versetzungen verläuft parallel oder geneigt zur Rückseite (Abb. 4.1.2.a, b). Die Versetzungen in [0001]-Richtung verlaufen überwiegend geradlinig. Versetzungen, die Segmente parallel oder geneigt zur

Rückseite aufweisen, verlaufen in vielen Fällen nicht geradlinig. Diese Ergebnisse sind in Übereinstimmung mit [Men11]. Bei einem Abbildungsvektor \mathbf{g}_1 in \mathbf{c} -Richtung weisen alle bis auf vier Versetzungen minimalen Kontrast auf (Abb. 4.2.1.c, d). Die Versetzungen mit minimalem Kontrast haben daher einen \mathbf{a} -Typ Burgers-Vektor. Bei einem Abbildungsvektor \mathbf{g}_2 in \mathbf{a} -Richtung sind wie im Vielstrahlfall alle Versetzungen sichtbar (Abb. 4.2.1.e - f). Daher treten in dem untersuchten Bereich keine Versetzungen mit einem reinen \mathbf{c} -Typ auf. Bei den vier Versetzungen mit maximalem Kontrast in 4.2.1.c handelt es sich demnach um Versetzungen mit einem Burgers-Vektor vom Typ $\mathbf{a}+\mathbf{c}$.

Generation von Versetzungen durch Berkovich-Indentierungen in (0001)-GaN

Die Generation von Versetzungen durch mechanische Deformation wurde mittels Nanoindentierungen untersucht. Für geringste Prüfkraft ist die Deformation elastisch, so dass keine bleibenden Eindrücke entstehen und die Kraft-Eindringtiefe-Kurve für Belastung und Entlastung identisch sind. Der Beginn der plastischen Deformation in GaN und GaAs ist durch eine sprunghafte Zunahme der Eindringtiefe bei annähernd konstanter Kraft gekennzeichnet, der als pop-in bezeichnet wird [Bra04, Hua12, Kuc00, Jia08a, Lor01, Zec02]. Ein GaN-Kristall wurde mit einem Berkovich-Indenter in einem Hysitron Ubi-1 TriboLab deformiert. Es wurden Indentierungen mit Prüfkraften von 0,1 mN, 1 mN und 10 mN in 0°- und 90°-Orientierung mit jeweils sechs Indentierungen durchgeführt. Die Abbildung der Indentierungen erfolgte mittels KL und im SE-Kontrast. Die Ergebnisse der mikroskopischen Untersuchungen wurden mit den Last-Eindringtiefe-Kurven verglichen.

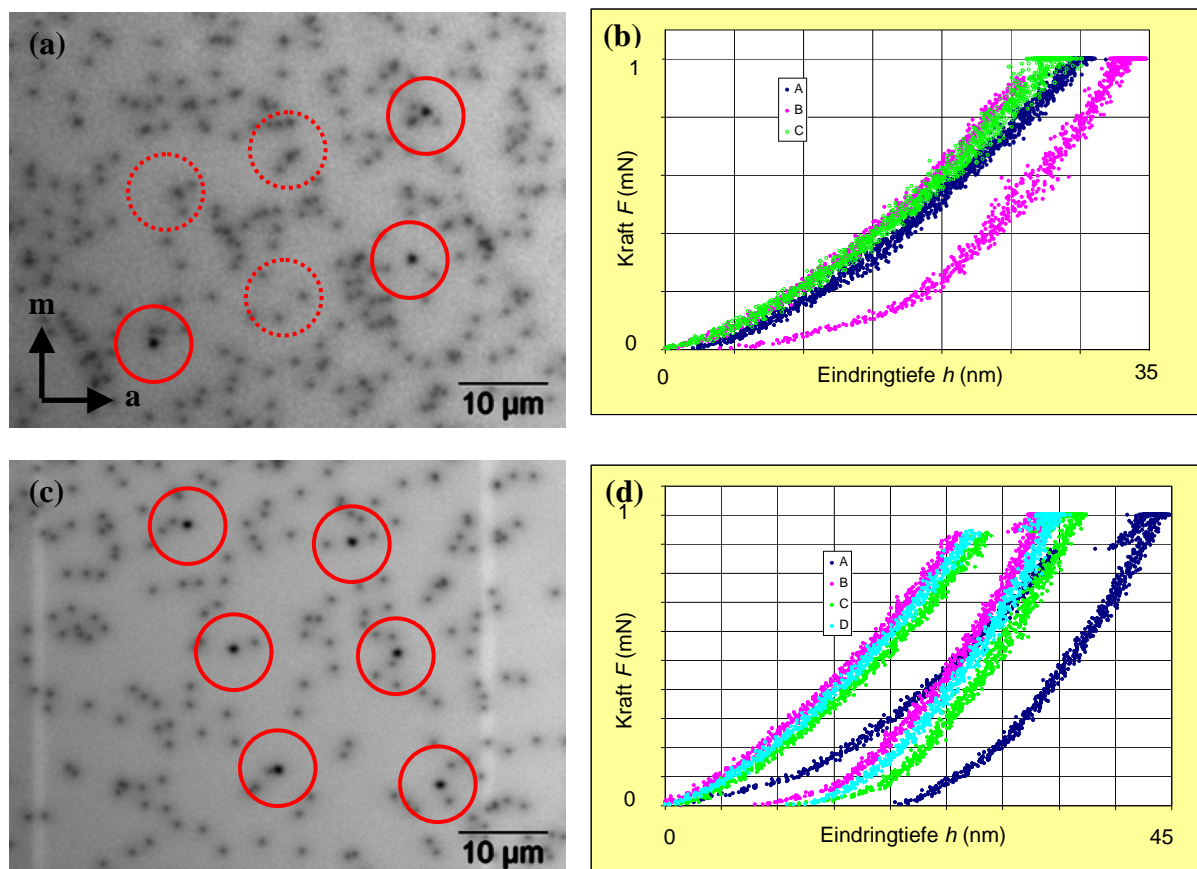


Abb. 4.2.2. KL-Aufnahmen von Indentierungen (rote Kreise) und Last-Eindringtiefe-Kurven (a, b) der 0° Serie sowie (c, d) der 90° Serie.

Die Last-Eindringtiefe-Kurven zeigen bei einer Last von 0,1 mN eine Überlagerung der Kurven für Belastung und Entlastung. Demnach trat bei dieser Kraft eine rein elastische Deformation auf. In den KL-Untersuchungen dieser Serien konnten keine mechanisch erzeugten Versetzungen nachgewiesen werden.

Die Prüfkraft von 1 mN lag im Übergangsbereich zwischen rein elastischer und elastisch-plastischer Deformation. Abbildung 4.2.2 zeigt typische Last-Eindringtiefe-Kurven sowie KL-Aufnahmen der Indentierungsserien. Die Versetzungsrosetten erscheinen als dunkle, kreisförmige Kontraste und können durch ihre Anordnung mit regelmäßigen Abständen von den statistisch verteilten, eingewachsenen Versetzungen unterschieden werden. In der 90°-Serie sind sechs Versetzungsrosetten erkennbar, wohingegen in der 0°-Serie nur in drei Fällen Versetzungsrosetten auftreten. Die fehlenden Versetzungsrosetten sind in Übereinstimmung mit der rein elastischen Deformation der zugehörigen Last-Eindringtiefe-Kurven.

Räumliche Anordnung von Versetzungen an Indentierungen in (0001) GaN

Modelle von individuellen Versetzungen in der Wurtzit-Struktur wurden bereits in [Osi69] beschrieben. Nach Fortschritten in der Herstellung von GaN-Schichten auf Fremdsubstraten und freistehenden GaN-Kristallen wurden auch experimentelle Untersuchungen an Versetzungen durchgeführt. Die Anordnung von Versetzungen an Indentierungen in (0001)-GaN wurde bereits vielfach an der Oberfläche und mehrfach im Querschnitt untersucht.⁷ Ein umfassendes Gleitprismenmodell für indentierungs-bedingte Versetzungen in GaN wurde in der Literatur bisher nicht aufgefunden.

An Indentierungen in (0001)-GaN sind die Versetzungen in Form einer Rosette bestehend aus sechs Armen entlang der verschiedenen **a**-Richtungen angeordnet, wobei jeder Arm aus jeweils zwei Zweigen besteht (Abb. 4.2.3a, vgl. Fn. 7)]. Von der Indentierung gehen lange, geradlinige Linienkontraste in **a**-Richtung aus, wohingegen in den äußersten Bereichen der Rosettenarme Punktkontraste dominieren [vgl. Alb02]. Die konstante KL-Intensität entlang der Linienkontraste deutet auf Versetzungssegmente hin, die parallel zur Oberfläche verlaufen. Bei den Punktkontrasten handelt es sich um Durchstoßpunkte von Versetzungen, die senkrecht bzw. geneigt zur Oberfläche orientiert sind (vgl. Ätzexperimente in [Wey01]).

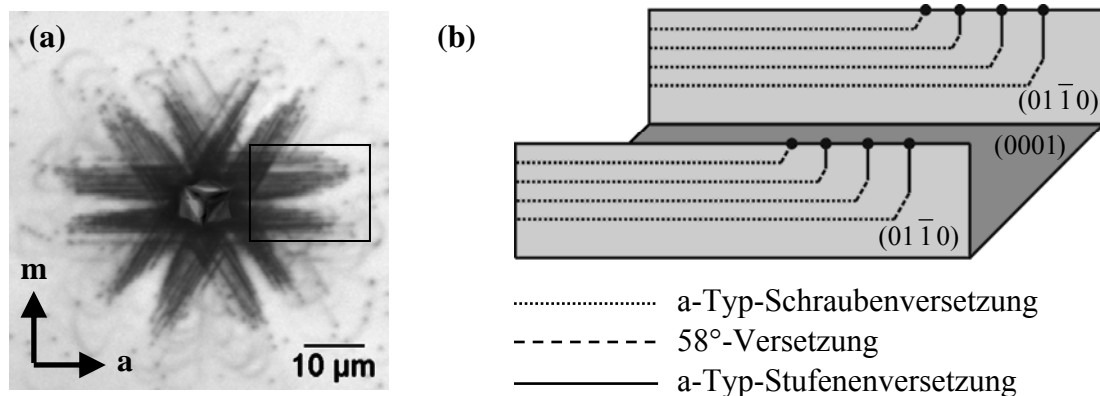


Abb. 4.2.3. (a) Überlagerung von KL- und SE-Aufnahme einer Cube-Corner-Indentierung in (0001)-GaN [Rat13], (b) Gleitprismenmodell für einen Versetzungsarm (Orientierung wie Rechteck in (a) [Rat11b]).

⁷ Oberfläche: [Alb02, Bra01, Bra02a, Bra02b, Bra04, Hua11, Hua12, Jia08b, Jah02, Kuc00, Lei01, Lei02, Wey01, Zal98,], Querschnitt: [Hua12, Jia08a, Jia08b, Chi07, Bra04, Bra02a, Bra02b]

Die Anordnung und Ausbreitung von Versetzungen kann mit Hilfe eines Gleitprismenmodells beschrieben werden (Abb. 4.2.3.b, [Rat11b]). Die Achsen der Prismen verlaufen entlang der Ausbreitungsrichtung der Versetzungen und die Seitenflächen werden durch die Gleitebenen gebildet werden, auf denen dann die Versetzungen liegen. Die Versetzungsanordnung an Indentierungen in (0001)-GaN parallel zur Oberfläche entspricht weitestgehend den Modellen der Gleitprismen für Zinkoxid in [Vas04].

Abbildung 4.2.3.b zeigt ein Gleitprismenmodell für einen Versetzungsarm. In dieser Darstellung breiten sich Versetzungen von dem Bereich der Indentierung aus und enden im rechten Bildbereich an der Oberfläche. Mit diesem Modell können die Beobachtungen der KL-Untersuchungen erklärt werden (lange oberflächenparallele Segmente und Durchstoßpunkte). TEM-Untersuchungen lassen für die Versetzungen in einem Rosettenarm auf einen **a**-Typ-Burgers-Vektor in Richtung des Arms schließen (siehe Abb. 4.2.7 und Erläuterung im Text, vgl. [Alb02]). Die Versetzungen beginnen daher als **a**-Typ-Schraubenversetzungen nahe der Indentierung und enden als 58°-Versetzung oder **a**-Typ-Stufenversetzung an der Probenoberfläche (vgl. Tab. 2.3.2, Abb. 2.3.2).

Zur Untersuchung von Versetzungen unter der Probenoberfläche wurden Vickers-Indentierungen im Querschnitt präpariert. In Voruntersuchungen wurden Indentierungen zunächst mittels LM und KL abgebildet (Abb. 4.2.4). Anschließend wurden mittels fokussierter Ionenstrahltechniken (FIB) Lamellen aus Bereichen entnommen, in denen mehrere Versetzungsarme erwartet wurden. Die erste FIB-Lamelle wurde am Rand einer Indentierung der 45°-Serie entlang einer *m*-Ebene entnommen. Die zweite Lamelle wurde entlang einer *a*-Ebene präpariert, die durch das Zentrum eines Eindrucks der 45°-Serie verläuft.

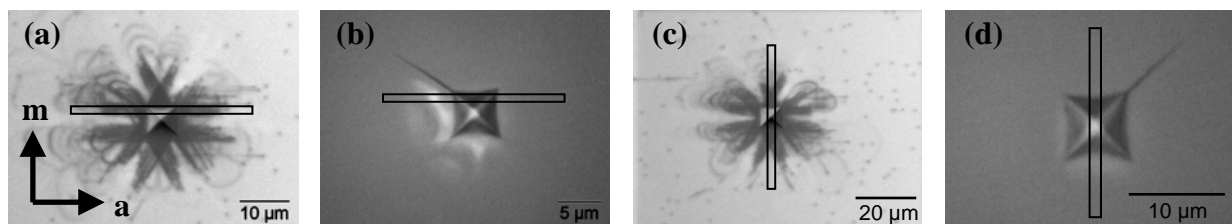


Abb. 4.2.4. Voruntersuchungen von Vickers-Indentierungen mittels KL und LM und Orientierung der FIB-Lamellen (Markierung in Bildern), (a) und (b) Lamelle in einer *m*-Ebene, (c) und (d) Lamelle in einer *a*-Ebene.

Die TEM-Aufnahmen der FIB-Lamellen zeigen die Umgebung der Indentierungen unterhalb der (0001)-Oberfläche (Abb. 4.2.5). In der Lamelle entlang der *m*-Ebene sind drei Arten von Versetzungsbändern sichtbar: Bänder parallel zur Oberfläche sowie im Winkel von 58° und 38° (Abb. 4.2.5.a). Die Versetzungen der Bänder a_1 (0°) und n_1 (58°) liegen in der Bildebene, da ihre Projektionen als Linien erscheinen. Die Bänder $n_{2,3}$ (38°) sind zur Bildebene geneigt, so dass dort nur kurze Versetzungssegmente auftreten. Die Bezeichnung der Bänder erfolgt entsprechend der **a**- bzw. **n**-Richtung (Tab. 2.3.1).

Die zweite Lamelle wurde entlang einer *a*-Ebene präpariert. Auch dort sind drei verschiedene Versetzungsbänder sichtbar: Die Bänder $a_{2,3}$ und n_1 , die parallel zur Oberfläche verlaufen sowie die Bänder $n_{2,3}$, die um 54° gegenüber der Oberfläche geneigt sind. Die Bänder $a_{1,2,3}$ entsprechen den sechs Versetzungsarmen in den KL-Aufnahmen (Abb. 4.2.3) und die Bänder $n_{1,2,3}$ dem Volumengleitsystem. Die gemessenen Winkel deuten darauf hin, dass sich die Versetzungen entlang der **n**-Richtungen in den Kristall hinein ausbreiten.

Gemäß den TEM-Aufnahmen breiten sich Versetzungen entlang der **a**-Richtungen und der **n**-Richtungen aus. Auf dieser Grundlage wurde ein Gleitprismenmodell für die Anordnung von Versetzungen nach Indentierung der (0001)-Oberfläche erstellt.

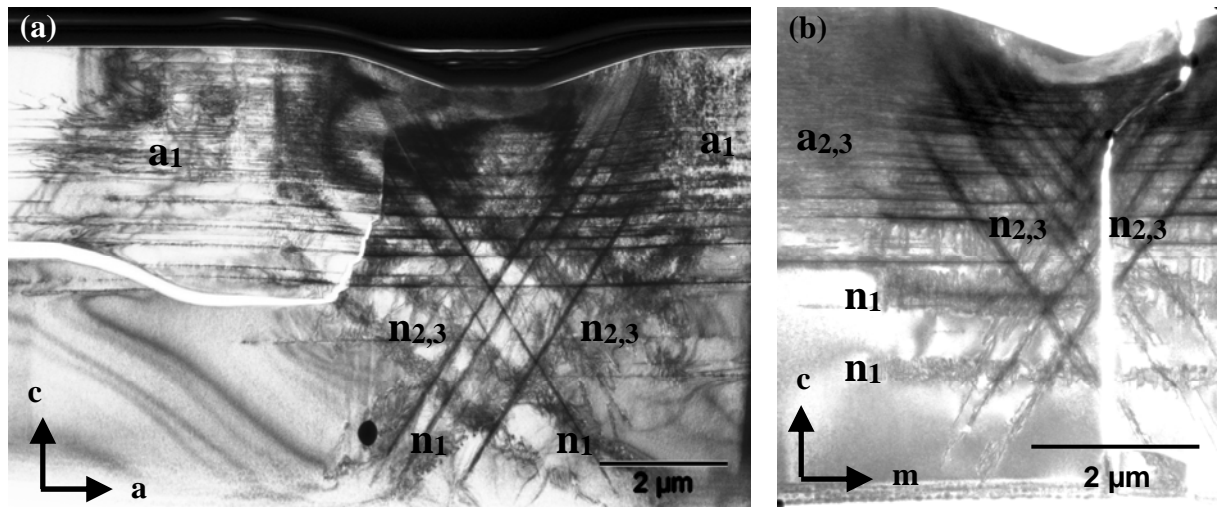


Abb. 4.2.5 TEM-Hellfeld-Aufnahmen im Vielstrahlfall von FIB-Lamellen (a) in einer *m*-Ebene und (b) in einer *a*-Ebene, Probenorientierung senkrecht zum einfallenden Strahl.

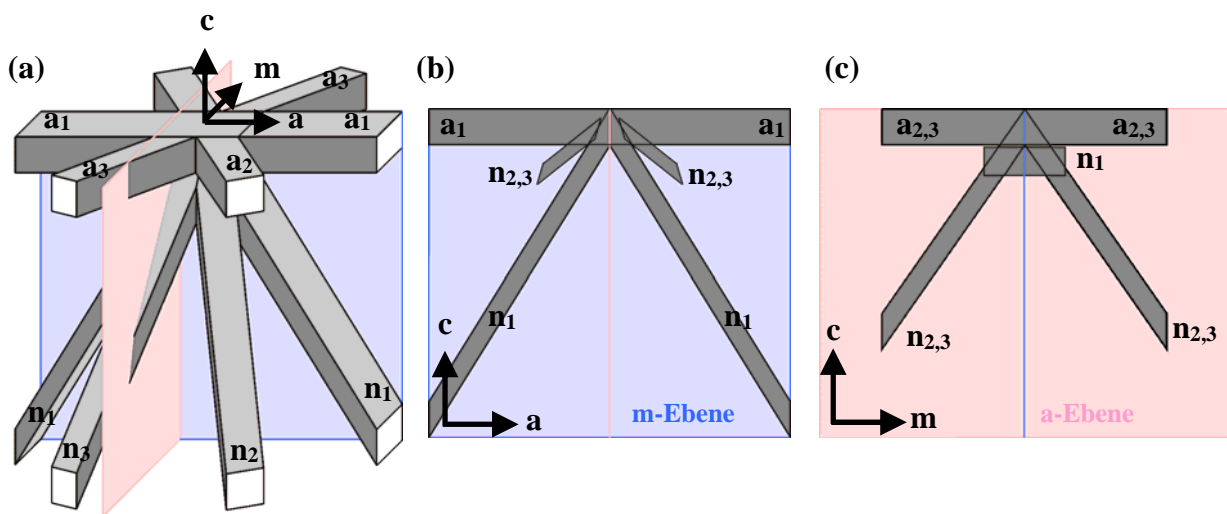


Abb. 4.2.6. Gleitprismenmodell für die Indentierung einer *c*-Ebene: (a) Räumliches Modell, (b) Schnitt entlang einer *m*-Ebene, (c) Schnitt entlang einer *a*-Ebene.

Abbildung 4.2.6.a zeigt ein Gleitprismenmodell, das aus sechs Armen entlang der **a**-Richtungen sowie sechs Armen entlang der **n**-Richtungen besteht. Die **n**-Richtungen liegen direkt unterhalb der **a**-Richtungen, so dass ihre Projektionen auf die **c**-Ebene aufeinander fallen. Zum Vergleich des Gleitprismenmodells (Abb. 4.2.6.a) mit den TEM-Aufnahmen sind in dem Modell eine *m*-Ebene (blau) und eine *a*-Ebene (rosa) eingezeichnet, wobei in (b) und (c) der Schnitt dieser Ebenen mit den Gleitprismen dargestellt ist.

Zwei Prismen **a**₁ verlaufen parallel zur *m*-Ebene und vier Prismen **a**_{2,3} sind um 60° gegenüber der *m*-Ebene geneigt. Wie die TEM-Aufnahme zeigt (Abb. 4.2.5.a), liegen die Versetzungen der Arme **a**₁ bevorzugt auf den Seitenflächen der Prismen. Die Prismen **a**_{2,3} treten in den

TEM-Aufnahmen nicht deutlich in Erscheinung. Außerdem verlaufen zwei Prismen n_1 parallel zur m -Ebene. Der Winkel dieser Versetzungsbänder zur Oberfläche (58°) stimmt gut mit dem aus den Gittervektoren berechneten Winkel überein. Die Erscheinung der Bänder n_1 in dem TEM-Bild deutet auf eine Ausbreitung der Versetzungen auf den Deckflächen der Prismen hin. Die anderen vier Prismen $n_{2,3}$ sind gegenüber der m -Ebene geneigt, so dass im TEM-Bild einzelne Versetzungssegmente sichtbar sind. Die Berechnungen für die Projektion auf die m -Ebene ergeben einen Winkel von 39° gegenüber der Oberfläche für die gesamten Versetzungsbänder $n_{2,3}$ und einen Winkel von 72° für die einzelnen Versetzungssegmente, aus denen sie gebildet werden.

Die Prismen a_1 sind senkrecht zur a -Ebene orientiert und die vier Prismen $a_{2,3}$ sind um 30° gegenüber der a -Ebene geneigt. In der TEM-Aufnahme dieser Ebene (Abb. 4.2.5.b) sind oberflächenparallele Versetzungen der Prismen $a_{2,3}$ sichtbar, aber es kommen nur kurze Segmente vor, da die Versetzungen die Probenebene schon nach einer kurzen Strecke verlassen. Versetzungen der Bänder a_1 sind im TEM-Bild nicht sichtbar. Die Prismen n_1 durchstoßen die a -Ebene so, dass oberflächenparallele Versetzungsbänder entstehen (0°). Diese Bänder liegen unterhalb der Indentierungen und die einzelnen Versetzungssegmente erscheinen senkrecht. Aus dieser Anordnung konnte eine Ausbreitung der Versetzungen entlang der n -Richtung ermittelt werden. Die Prismen $n_{2,3}$ sind in einem geringen Winkel gegenüber der a -Ebene geneigt, so dass in dem TEM-Bild längere Versetzungssegmente sichtbar sind. In der Projektion auf die a -Ebene beträgt der Winkel der gesamten Versetzungsbänder gegenüber der Oberfläche 54° und für die einzelnen Versetzungssegmente beträgt er 72° .

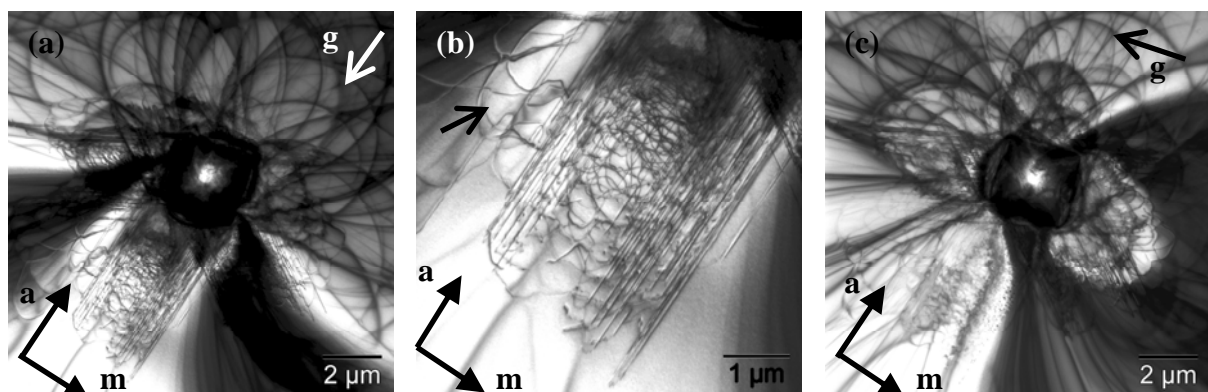


Abb. 4.2.7. Vickers-Indentierung in (0001)-GaN, TEM-Hellfeld-Aufnahmen in (0001)-Orientierung (a), (b) mit einem Abbildungsvektor g in a -Richtung und (c) in m -Richtung.

Der Versetzungsarm im unteren Bildbereich von Abbildung 4.2.7.a besitzt bei einem Abbildungsvektor in a -Richtung einen maximalen Kontrast (Abb. 4.2.7.b), wogegen der Kontrast dieser Versetzungen bei einem Abbildungsvektor in m -Richtung minimal ist (Abb. 4.2.7.c). Nach dem $g \cdot b$ -Kriterium haben die Versetzungen einen a -Typ Burgers-Vektor in Richtung des Versetzungsarms. Die Versetzungen breiten sich daher als a -Typ-Schraubenversetzungen von der Indentierung aus. Die Mehrheit der Versetzungen stößt als Stufenversetzung oder Versetzung mit einem großen Stufenanteil (z.B. 58° -Versetzung) an die Oberfläche, wobei die Versetzungsschleifen auf den m -Ebenen liegen. Daher erscheinen die Projektionen dieser Schleifen auf die c -Ebene als gerade Linien. Zwischen den beiden Zweigen des Versetzungsarms liegen gebogene Versetzungsschleifen.

Außerdem treten in den äußeren Bereichen der Rosetten gebogene Versetzungen zwischen verschiedenen Versetzungsästen auf (Pfeil in Abb. 4.2.7.b). Anhand der TEM-Aufnahmen müssen sich diese Versetzungen weitestgehend in einer (0001)-Ebene ausbreiten, da die Größe der Versetzungsschleifen mehrere Mikrometer beträgt, die Probendicke jedoch nur einige 100 nm. Andernfalls müssten kurze Versetzungssegmente verbunden mit Durchstoßpunkten an der Rückseite der TEM-Proben sichtbar sein. Auch KL-Aufnahmen zeigen solche Versetzungen nahe der Oberfläche (Abb. 4.2.7.a).

Ausbreitung von Versetzungen an Berkovich-Indentierungen in (0001)-GaN

Die Ausbreitung von Versetzungen an Berkovich-Indentierungen in (0001)-GaN wurde mit dem Nanoindenter 2 in den Orientierungen 0° und 90° bei Prüfkraften von 5 mN, 50 mN und 500 mN untersucht. Die Deformationskurven zeigen einen pop-in-Sprung bei einer Kraft um 0,45 mN.

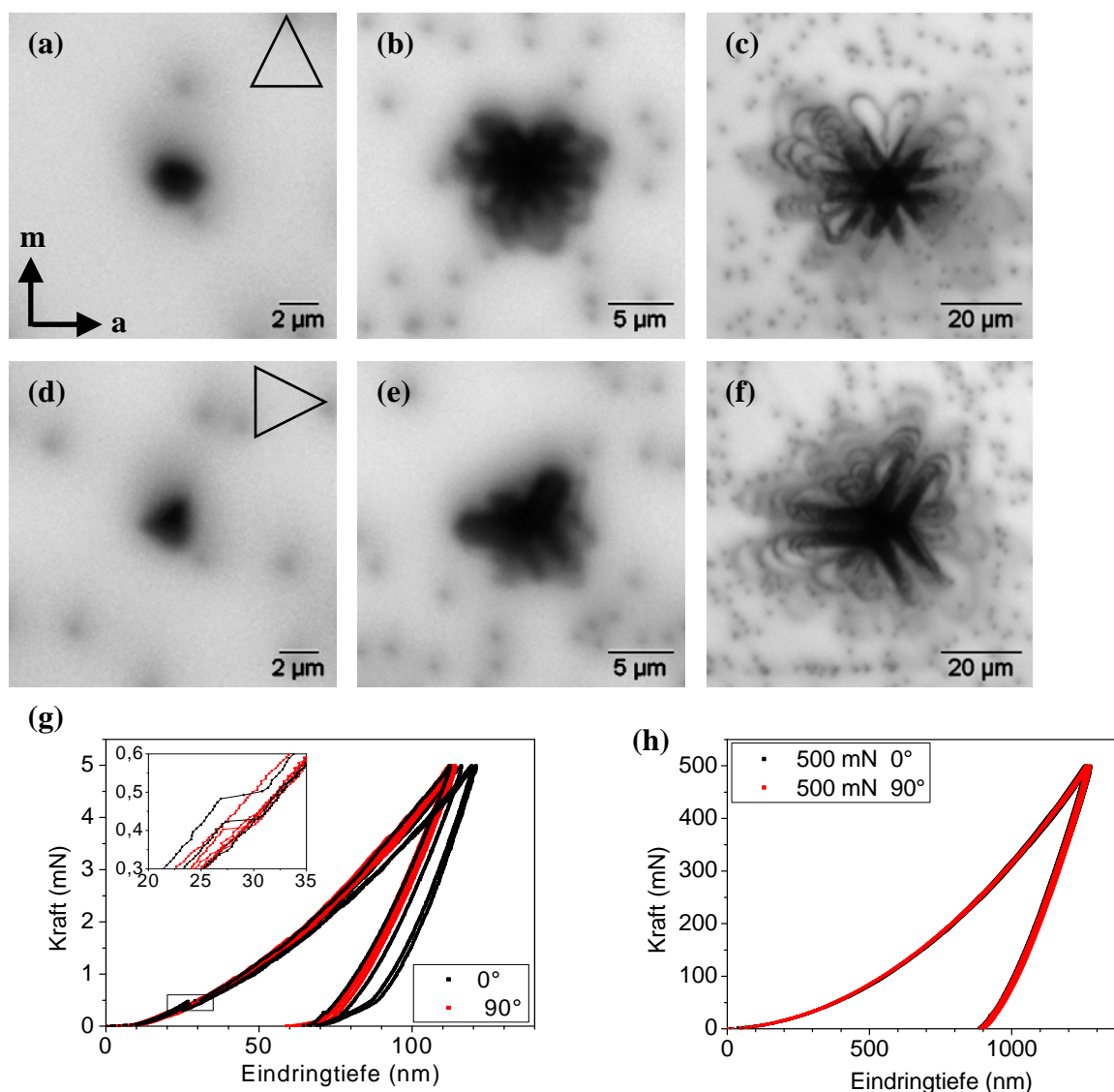


Abb. 4.2.8. Berkovich-Indentierungen in (0001)-GaN (a - c) in 0° -Orientierungen und (d - f) in 45° -Orientierung bei einer Prüfkraft von (a, d) 5 mN, (b, e) 50 mN und (c, f) 500 mN sowie Last-Eindringtiefe-Kurven (g) bei 5 mN und (h) bei 500 mN.

Die Versetzungen an Berkovich-Indentierungen mit einer Prüfkraft von 5 mN erscheinen in KL-Aufnahmen nahezu kreisförmig und besitzen einen Durchmesser von etwa 2 μm . Bei einer Prüfkraft von 50 mN ist die hexagonale Anordnung der Versetzungen bereits im Ansatz erkennbar. Die größte Kraft von 500 mN führt zu Versetzungsrosetten mit sechs Armen entlang der **a**-Richtungen, die jeweils aus zwei Zweigen bestehen. An Indentierungen in 0°-Orientierung haben die Versetzungsarme eine vergleichbare Ausdehnung. In 90°-Orientierung sind die Versetzungsarme an der Kante der Indentierung wesentlich länger und breiter als in der entgegengesetzten Richtung an der Ecke.

Ausbreitung von Versetzungen durch Elektronenbestrahlung und Erwärmung

Die Versetzungen an Indentierungen in GaN können sich während der KL-Messungen durch Elektronenbestrahlung im Restspannungsfeld der Indentierung bewegen (Abb. 4.2.9, vgl. [Mae99]). Versetzungen, die sich während der Bildaufnahme weiter ausgebreitet haben, sind grün markiert (Abb. 4.2.9.c, d) Die Bewegung der Versetzungen findet vorwiegend in Richtung der Versetzungsarme statt, aber in einigen Fällen bilden sich neue Versetzungsbänder parallel zu den bestehenden Versetzungsarmen. Die Bewegung von Versetzungen in **a**-Richtung entlang der Versetzungsarme erfolgt durch Gleiten. Die Bildung von neuen Versetzungsbändern wird auf doppeltes Quergleiten zurückgeführt. Die Segmente der Schraubenversetzungen würden demnach von der **m**-Ebene auf die **c**-Ebene ausweichen und anschließend auf die **m**-Ebene zurückkehren. Die führenden **a**-Typ Stufenversetzungen müssten klettern um dieser Bewegung zu folgen. Dieser Prozess läuft langsamer ab und ist energetisch ungünstiger als Gleiten, so dass das Stufensegment hinter der Bewegung des Schraubensegments zurückbleibt. Erreicht der führende Teil des Schraubensegments die Oberfläche, so entsteht ein neuer Durchstoßpunkt der Versetzung an der Oberfläche. Das doppelte Quergleiten vergrößert die Gesamtlänge der Versetzungslinien im Kristall und kann zudem zu einer Multiplikation von Punktkontrasten an der Oberfläche führen (Abb. 4.2.9.c, d). Die Versetzungsbewegung durch Elektronenbestrahlung zeigt in (0001)-GaN einen deutlich geringeren Effekt als in (001)-GaAs.

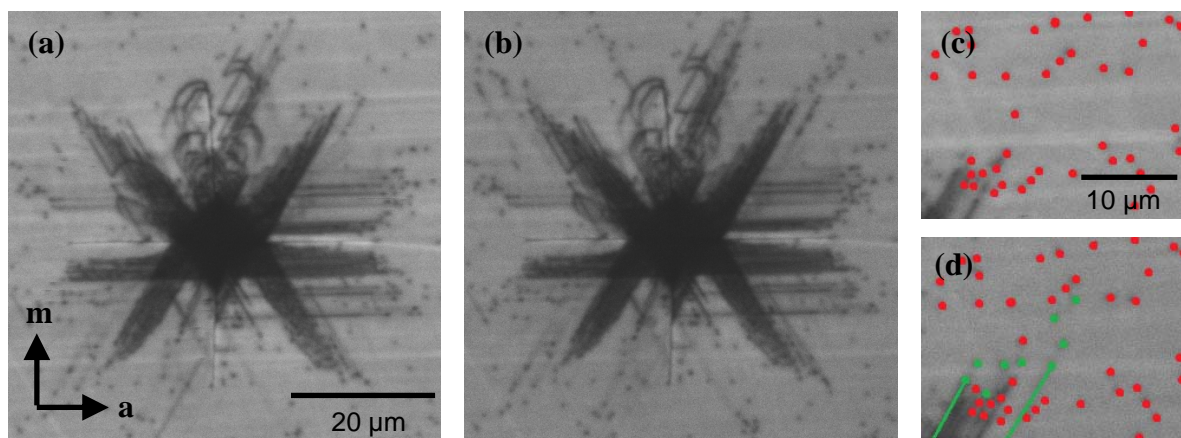


Abb. 4.2.9. Versetzungsbewegung durch Elektronenbestrahlung während der KL-Messungen, Vickers-Indentierung in (0001) GaN in 0°-Orientierung bei 1,0 N (a) nach der 1. Bildaufnahme und (b) nach 3. Bildaufnahme sowie (c, d) Vergleich von zwei Bildausschnitten .

An einem GaN-Kristall wurden Untersuchungen zur Versetzungsbewegung in (0001)-GaN nach Heizschritten durchgeführt [vgl. Hua11]. Eine Probe dieses Kristalls wurde mit dem

Härteprüfgerät MHP 100 mit sechs Prüfkräften (0,05 N, 0,1 N, 0,25 N, 0,5 N und 1,0 N) in zwei Orientierungen (0°-Serie und 45°-Serie) und sechs Indentierungen je Kraft und Orientierung indentierte. Anschließend wurden die Indentierungen mittels LM, KL sowie im SE-Kontrast abgebildet. In den nachfolgenden Schritten wurde die Probe jeweils erwärmt und die Indentierungen wurden nach dem Abkühlen der Probe erneut mittels KL abgebildet. Es wurden Heizschritte mit den Temperaturstufen 200°C, 300°C, 400°C, 500°C und 600°C an Luft sowie 800°C unter Schutzgasatmosphäre durchgeführt, wobei eine Heizrate von 20°C pro Minute und ein Haltesegment von 60 Minuten verwendet wurden (Abb. 4.2.10). Die Bewegung von Versetzungen wurde mittels Temperaturbehandlung von indentierten GaN-Proben und KL-Abbildung untersucht. Abbildung 4.2.10 zeigt die Bewegung von Versetzungen im Restspannungsfeld einer Indentierung in 0°-Orientierung bei einer Prüfkraft von 0,1 N.

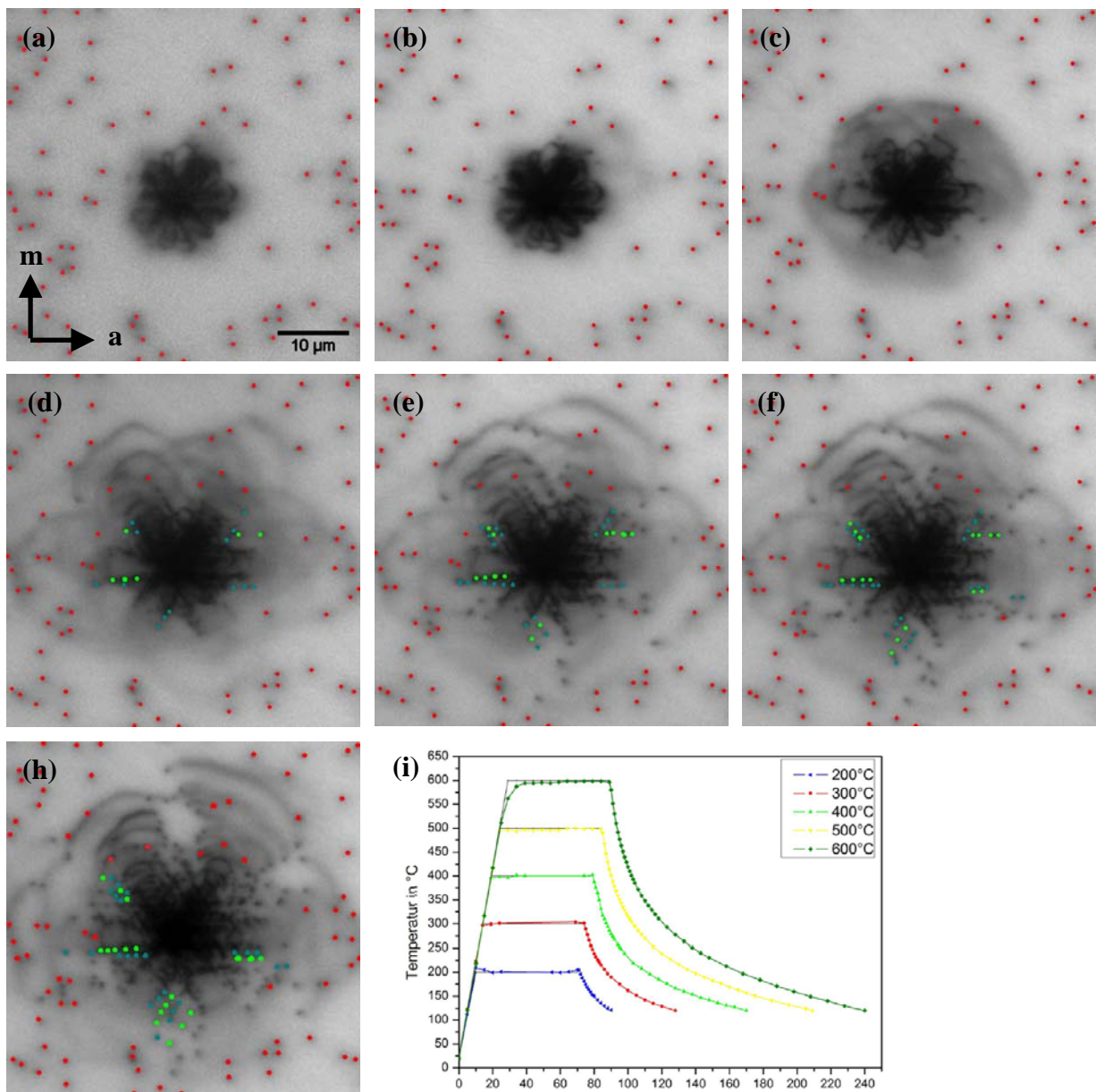


Abb. 4.2.10. Versetzungsbewegung in (0001)-GaN durch Erwärmung einer Probe in einem Rohrfen, KL-Abbildung, (a) vor dem Erwärmen und nach den Heizschritten (b) 200°C, (c) 300°C, (d) 400°C, (e) 500°C, (f) 600°C und (h) 800°C sowie (i) Temperaturverlauf der Heizschritte.

Durchstoßpunkte von eingewachsenen Versetzungen an die Oberfläche sind rot markiert und Versetzungen in den Rosettenarmen grün (Abb. 4.2.10). Bis zu einer Temperatur von 200°C bleibt die Versetzungsrosette nahezu unverändert. Nach dem folgenden Heizschritt bei 300°C kommt es zu einer kreisförmigen Ausbreitung von Versetzungen nahe der Indentierung. Die breiten Versetzungskontraste deuten auf eine Ausbreitung unterhalb der Probenoberfläche hin. Nach dem Heizschritt von 400°C bilden sich Versetzungsarme bestehend aus Punktkontrasten aus. Zudem erscheinen in den äußeren Bereichen der Versetzungsrosetten gebogene Linienkontraste. Dabei handelt es sich um Versetzungssegmente parallel zur Oberfläche, die an den beiden äußeren Enden jeweils durch Durchstoßpunkte an die Oberfläche begrenzt werden. Die Heizschritte von 500 °C, 600 °C und 800 °C bewirken eine weitere Ausbreitung von Versetzungen. Die Versetzungsarme werden durch das Auftreten von weiteren Versetzungen in **a**-Richtung verlängert. Durch die Bildung weiterer Versetzungsbänder werden die Versetzungsarme verbreitert. Die Verlängerung der Versetzungsarme erfolgt durch Gleiten und die Verbreiterung wird doppeltem Quergleiten zugeordnet. Außerhalb der Versetzungsrosette treten eingewachsene Versetzungen auf, die senkrecht zur Oberfläche verlaufen und statistisch verteilt sind. Ein Vergleich der KL-Aufnahmen zeigt, dass die eingewachsenen Versetzungen in fast allen Fällen unbeweglich sind. Dieses Ergebnis ist bedeutend für die Züchtung von GaN-Kristallen, denn selbst bei den hohen mechanischen Spannungen in der Umgebung von Indentierungen tritt bei Temperaturen bis 800°C keine Versetzungsbewegung auf. Daher können mechanische Spannungen in GaN-Kristallen bei diesen Temperaturen nicht durch Versetzungsbewegung reduziert werden.

Die KL-Kontraste von beweglichen und unbeweglichen Versetzungen wurden quantitativ untersucht, um mögliche Unterschiede zu bestimmen. Dazu wurde eine KL-Aufnahme nach dem 600°C-Heizschritt mit einer Aufnahme vor den Heizschritten verglichen (Abb. 4.2.11). Die Versetzungsanordnung wurde verglichen, um bewegliche und unbewegliche Versetzungen zu identifizieren. Unbewegliche, eingewachsene Versetzungen sind mit a-e markiert, und bewegliche Versetzungen mit 1-4.

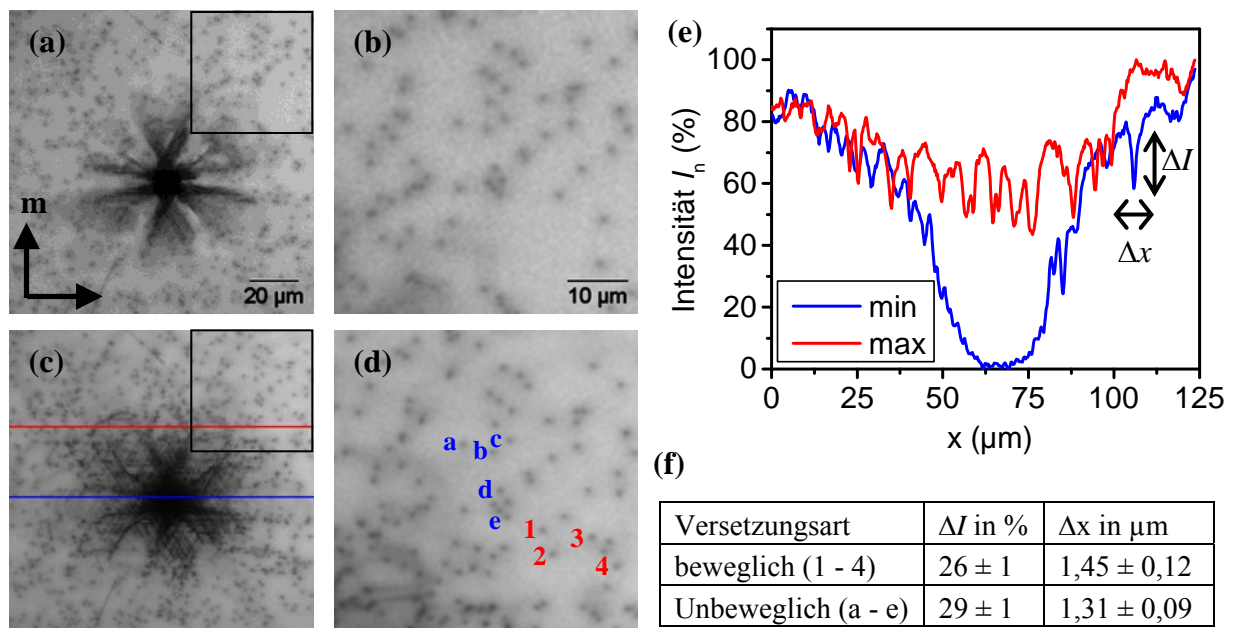


Abb. 4.2.11. KL-Kontrast von Versetzungen, Vickers-Indentierung (a, b) vor den Heizschritten, (c, d) nach dem 600°C-Heizschritt, (e) normierte KL-Intensität und (f) Intensitätsunterschied ΔI und Kontrastbreite Δx von Versetzungen.

Die KL-Intensität wurde so normiert, dass sie zwischen 0 und 1 liegt. Der dunkelste Bereich im Zentrum der Indentierung entspricht einer Intensität von 0 (blaue Linie) und der hellste, ungestörte Bereich einer Intensität von 1 (rote Linie). Für Versetzungen wurden der Intensitätsunterschied zur Umgebung ΔI und die Kontrastbreite Δx bestimmt (Tabelle in Abb. 4.2.11). Bewegliche und unbewegliche Versetzungen zeigen keine signifikanten Unterschiede von ΔI und Δx . Trotz der unterschiedlichen Beweglichkeit sind in den KL-Aufnahmen bei Raumtemperatur keine Kontrastunterschiede dieser Versetzungen erkennbar.

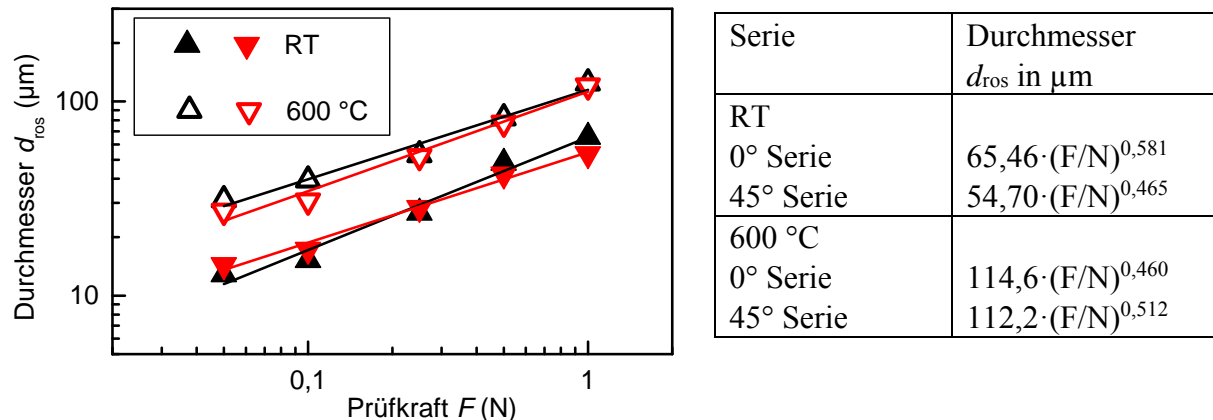


Abb. 4.2.12. Numerische Auswertung der Versetzungsbewegung, Durchmesser von Versetzungsrosetten in Abhängigkeit von der Prüfkraft bei Raumtemperatur (RT) und nach dem Heizschritt bei 600°C.

In den KL-Aufnahmen wurde der Durchmesser von Versetzungsrosetten entlang der drei **a**-Richtungen gemessen (Abb. 4.2.12). Die Indenterorientierung hat nur einen geringen Einfluss auf die Größe der Versetzungsrosetten. Der Durchmesser der Versetzungsrosetten d_{ros} in Abhängigkeit von der Prüfkraft F folgt einem Potenzgesetz mit einem Exponenten nahe 0,5. Damit weist $d_{ros}(F)$ denselben mathematischen Zusammenhang auf wie die Indenterdiagonale d in Abhängigkeit von der Prüfkraft. Die Ausdehnung der Versetzungsrosetten entspricht der Reichweite der mechanischen Spannung, die zur Bewegung von Versetzungen notwendig ist. Die mechanischen Spannungen nehmen daher im gleichen Maß zu wie die Größe der Indentierungen.

Versetzungen an Indentierungen in (1100) GaN

An einem GaN-Kristall wurden Messungen auf einer m-Ebene durchgeführt. Die Spaltflächen dieses Kristalls wiesen eine hohe Rauigkeit auf, so dass nur wenig ebene Bereiche ausreichender Größe für Indentierungen zur Verfügung standen. Zur Indentierung wurde ein etwa 1 mm breiter Bereich an der Bruchkante mit einer Drahtsäge abgetrennt und von der Rückseite geschliffen. Es wurden Vickers-Indentierungen mit einer Prüfkraft (1,0 N) und zwei Orientierungen (0° und 45°) durchgeführt. Die Spaltfläche sowie die Indentierungen wurden mikroskopisch untersucht (LM, KL, SE). Die Versetzungsrosetten von Indentierungen auf einer m-Ebene bestehen aus nur zwei Armen entlang der a-Richtungen, wobei jeder Arm aus zwei Zweigen zusammengesetzt ist (Abb. 4.1.13, [vgl. Hua12]). Die unterschiedlichen Eigenschaften von m-Ebene und c-Ebene zeigen sich auch in der Ausbreitung von Versetzungen. Messungen an Indentierungen zeigen qualitativ keine Unterschiede zwischen oberflächennahen und rückseitennahen Bereichen.

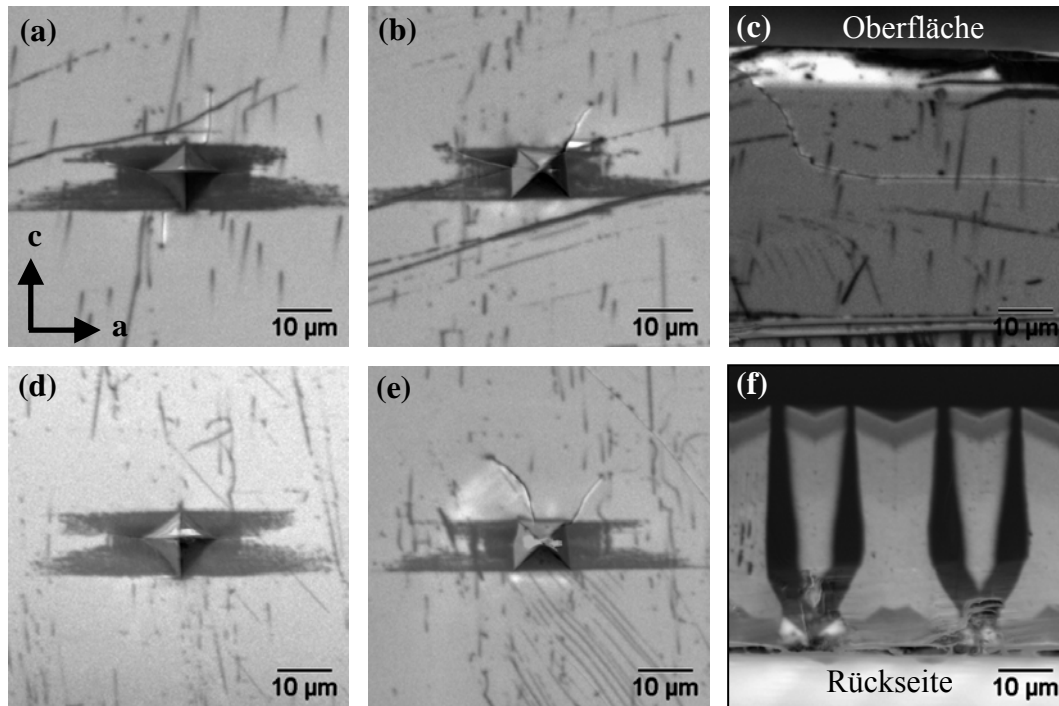


Abb. 4.2.13. KL-Untersuchungen an $(1\bar{1}00)$ -GaN (a - c) nahe der Oberfläche und (d - f) nahe der Rückseite, Vickers-Indentierungen (a, d) in 0° -Orientierung, (b, e) in 45° -Orientierung sowie Kristall (c) gewachsene Kristalloberfläche und (f) Strukturierung an der Rückseite.

Der Bereich unmittelbar an der Rückseite zeigt bis zu einem Abstand von etwa $40\ \mu\text{m}$ einen sehr starken KL-Kontrast [vgl. Tom02]. Insgesamt lassen sich fünf Schichten mit verschiedenem KL-Kontrast unterscheiden. Die Schichten werden ausgehend von der Rückseite von langen, dunklen Kontrasten durchzogen. Die Strukturen wiederholen sich periodisch entsprechend der Strukturen auf der Rückseite der Kristalle [Tom02]. An der Oberfläche tritt in einem Bereich von $10\ \mu\text{m}$ eine höhere KL-Intensität auf, die auf eine gekippte Probe zurückgeführt wird.

5 Rissbildung und mechanische Eigenschaften

GaAs und GaN verhalten sich bei Raumtemperatur spröde, so dass der Bruch eines Kristalls ohne erkennbare plastische Deformation eintritt. Die Untersuchung von Rissbildung, Rissausbreitung und mechanischen Eigenschaften erfolgt über die Indentierung der Oberfläche von Kristallproben. Indentierungen mit geringen Prüfkraften führen zu plastischen Eindrücken und zur Bildung von Versetzungsrosetten. Bei höheren Prüfkraften entstehen Risse an Indentierungen. In diesem Kapitel wird die Bildung und Ausbreitung von Rissen an Indentierungen beschrieben, wobei der Einfluss von Indenterform, Indentierorientierung und Prüfkraft auf die Rissbildung untersucht wird. Aus Messungen an Indentierungen werden mechanische Eigenschaften der Proben bestimmt.

5.1 Untersuchung von (001)-GaAs, (110)-GaAs und (111)-GaAs

Vickers-Indentierungen in (001)-GaAs

Den Ausgangspunkt für die Untersuchung der Rissbildung bilden Messungen an Vickers-Indentierungen in (001)-GaAs. Das Rissystem an Indentierungen in (001)-GaAs in 0°-Orientierung (Abb. 5.1.1.a) weist in Übereinstimmung mit [Ber01] und [Ber07] folgende charakteristische Merkmale auf: Radialrisse treten in $\pm [110]$ -Richtung (A-Risse) und in $\pm [\bar{1}10]$ Richtungen (B-Risse) auf. Unterhalb der Radialrisse ist das Material entlang der $\{110\}$ -Ebene senkrecht zur Probenoberfläche gespalten (Abb. 5.1.1.c). Die Bezeichnung der Risse in den entsprechenden Richtungen erfolgt gemäß den oberflächenparallelen Versetzungsarmen (A-Risse: α -Versetzungen, B-Risse: β -Versetzungen). Zusätzlich treten an den Kanten der Indentierungen deutlich kürzere Risse auf, die kristallographisch nicht streng orientiert sind. Sie werden als E-Risse bezeichnet [Rat09], da sie in dieser Orientierung überwiegend von den Kanten (engl. edge) der Indentierungen ausgehen. Treten an einem Eindruck zwei A-Risse und zwei B-Risse auf, so verlaufen die E-Risse annähernd in $\pm [100]$ -Richtung bzw. $\pm [010]$ -Richtung (Abb. 5.1.b.b). Fehlt ein A-Riss oder ein B-Riss, so sind die E-Risse wesentlich länger und zu dem fehlenden Riss hin geneigt ([Ber07], vgl. Abb. 5.1.1.b). Die Risshäufigkeit nimmt mit der Prüfkraft zu und geht für höhere Kräfte gegen eins. In der 45°-Serie gehen A-Risse und B-Risse von den Kanten und E-Risse von den Ecken der Indentierungen aus (Abb. 5.1.1.b, Abb. 5.1.2.c).

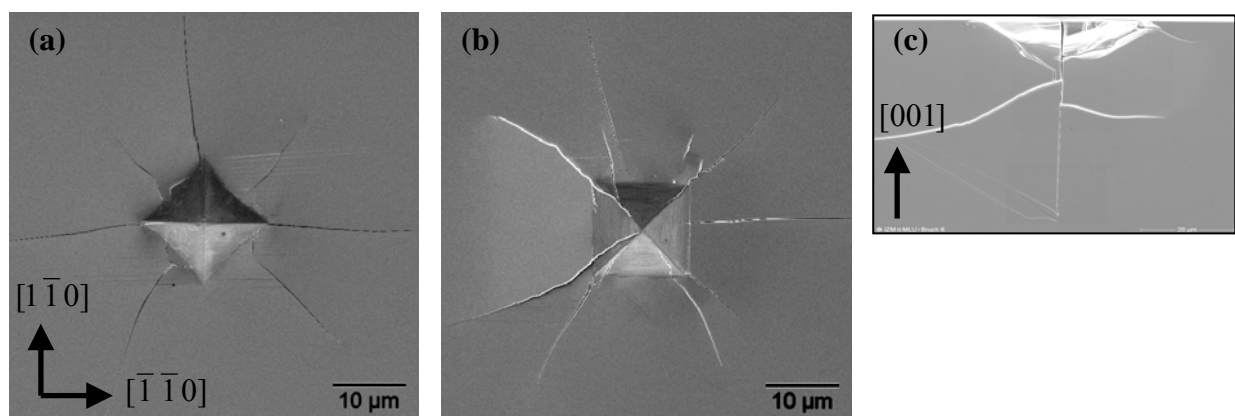


Abb. 5.1.1. SE-Bilder von Vickers-Indentierungen in (001)-GaAs (a) in 0°-Orientierung, (b) in 45°-Orientierung sowie (c) im Querschnitt.

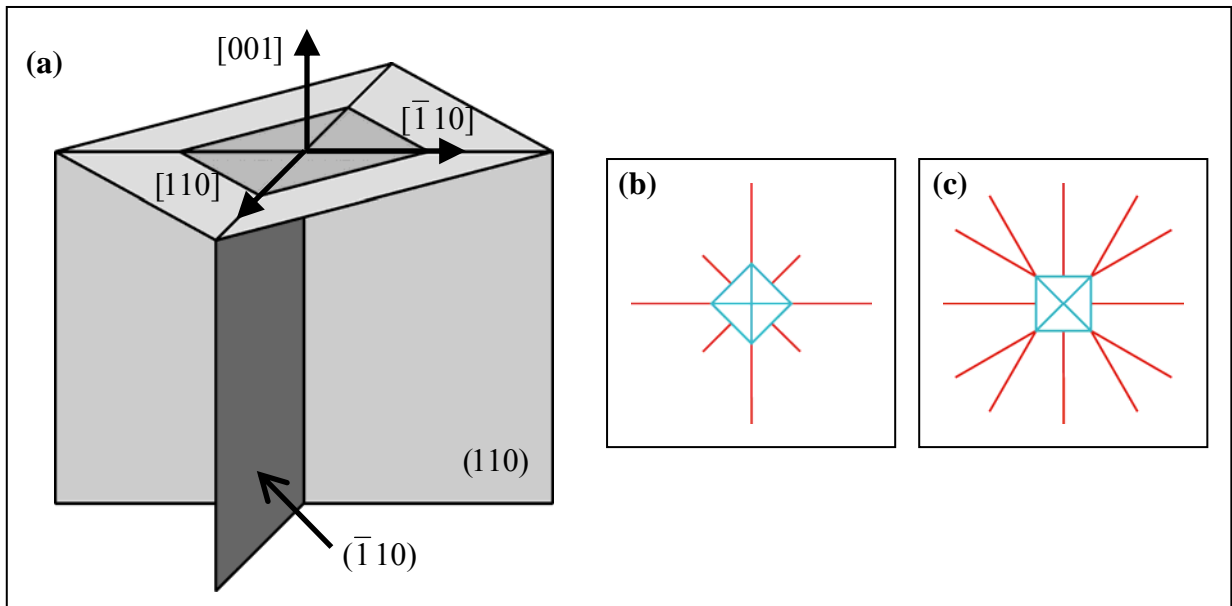


Abb. 5.1.2. (a) Räumliche Darstellung der Spaltebenen senkrecht zur (001)-Oberfläche sowie schematische Darstellung des Rissystems an einer Vickers-Indentierung (b) in 0°-Orientierung und (c) in 45°-Orientierung.

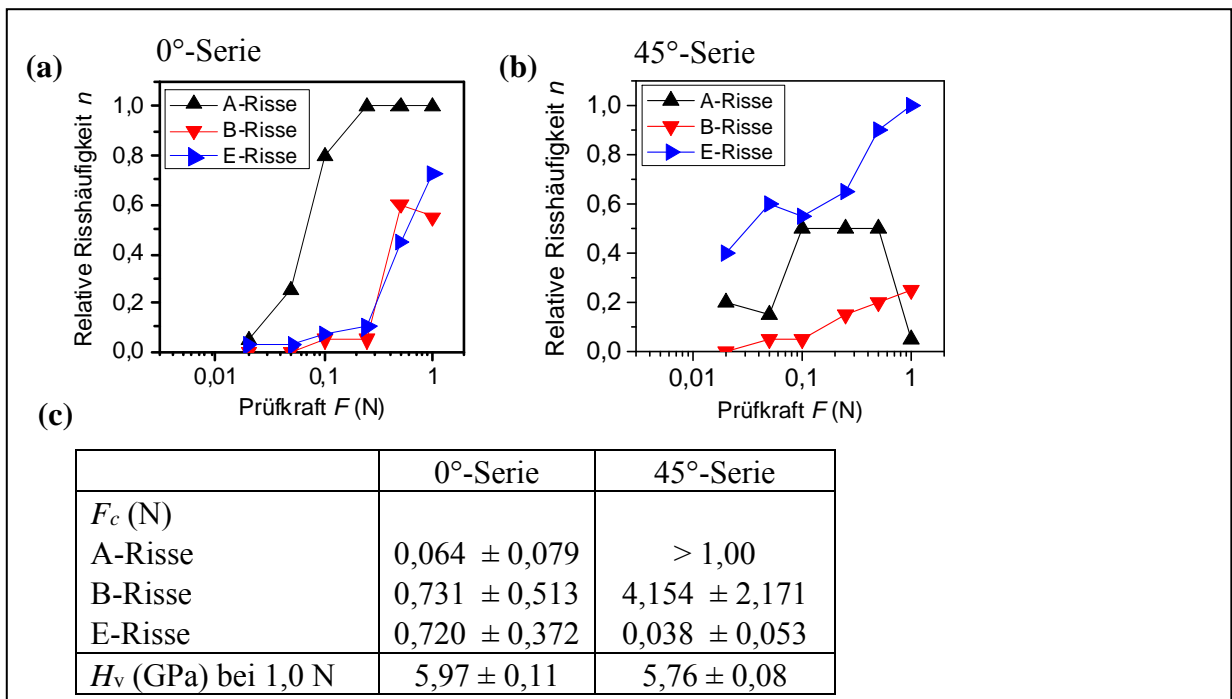


Abb. 5.1.3. Numerische Auswertung von Vickers-Indentierungen in (001)-GaAs.

Die Spaltebenen senkrecht zur (001)-Oberfläche sind in Abbildung 5.1.2.a räumlich dargestellt. Die anderen Spaltebenen sind im Winkel von 45° zur (001)-Oberfläche orientiert mit Spuren entlang der [100]-Richtung und der [010]-Richtung. Im Fall von Vickers-Indentierungen in 0°-Orientierung breiten sich Radialrisse häufiger entlang der Spaltebenen senkrecht zur (001)-Oberfläche aus. In 45°-Orientierung treten dagegen häufiger zur (001)-Oberfläche geneigte Risse auf. Benachbarte Risse können in Verbindung treten und so in einigen Fällen zu Materialausbrüchen führen (vgl. Abb. 5.1.4).

Zunächst wurde die Rissbildung in Abhängigkeit von der Prüfkraft untersucht [Rat08, Rat09]. In Abbildung 5.1.3. sind die Ergebnisse für Kohlenstoff-dotiertes GaAs (Tab. 3.1.1, Nr. 4) dargestellt. In der 0° -Serie sind die Risshäufigkeiten bei der kleinsten Prüfkraft von 0,02 N annähernd 0. Die Häufigkeit der A-Risse n_A zeigt im Bereich von 0,05 N bis 0,1 N einen deutlichen Anstieg und im Bereich von 0,25 N bis 1,0 N ist $n_A = 1$. Die Risshäufigkeiten n_B und n_E sind für Kräfte kleiner als 0,5 N annähernd 0 und erreichen Werte von 0,6 bzw. 0,7 bei 1 N. Demnach besteht eine ausgeprägte Anisotropie zwischen A-Rissen und B-Rissen, und im Bereich von 0,1 N bis 0,25 N treten fast ausschließlich A-Risse auf. In der 0° -Serie beträgt der Rissbildungswiderstand F_C für A-Risse ($0,064 \pm 0,079$) N, für B-Risse, ($0,731 \text{ N} \pm 0,513$) N sowie für E-Risse ($0,720 \text{ N} \pm 0,372 \text{ N}$) und beträgt damit für A-Risse weniger als 10 % im Vergleich zu den anderen Rissarten. Die relative Risshäufigkeit weicht in einigen Fällen stärker von einer integrierten Gaußverteilung ab, so dass der statistische Fehler im Vergleich zu dem Wert von F_C relativ groß ist. In der 45° -Serie weicht die Risshäufigkeit von A-Rissen so stark von einer Gaußverteilung ab, dass kein aussagekräftiger Wert für F_C bestimmt werden konnte. Der Rissbildungswiderstand für B-Risse beträgt ($4,154 \pm 2,171$) N und für E-Risse ($0,038 \pm 0,053$) N. Die Indenterorientierung in Kohlenstoff-dotiertem GaAs hat einen entscheidenden Einfluss auf das Erscheinungsbild des Rissystems sowie die Risshäufigkeiten (0° -Serie: $n_A < n_B$, $n_B \approx n_E$, 45° -Serie: $n_E < n_B$). Die Vickers-Härte H_V bei einer Prüfkraft von 1,0 N beträgt ($5,97 \pm 0,11$) GPa in der 0° -Serie und ($5,76 \pm 0,08$) GPa in der 45° -Serie, so dass die Abweichung der Härte von 0,21 GPa nur geringfügig größer als die Summe der Messunsicherheiten von 0,19 GPa ist. In Silicium-dotiertem GaAs sind die Unterschiede zwischen A- und B-Rissen deutlich geringer [Rat08, Rat09]. Die Messungen stehen in Übereinstimmung mit undotiertem sowie siliciumdotiertem GaAs in [Ber07]. Die Ergebnisse deuten auf einen Einfluss der Dotierung auf die Riskeimbildung hin (siehe Kapitel 6.1).

Vergleichsmessungen an (001)-GaP

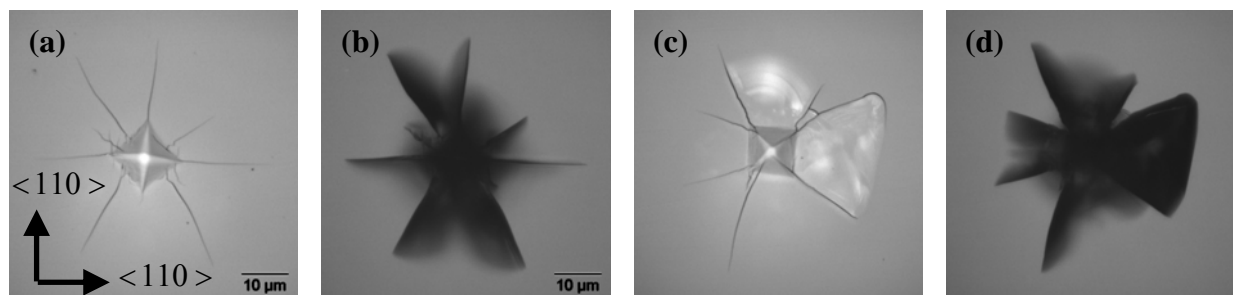


Abb. 5.1.4. Vergleichsmessungen an (001)-GaP, Vickers-Indentierungen (a, b) in 0° Orientierung sowie (b, c) in 45° -Orientierung, LM-Aufnahmen (a, c) in Reflexion und (b,d) in Transmission.

Galliumphosphid (GaP) kristallisiert in der Zinkblende-Struktur und ist durch die Bandlücke von 2,25 eV für einen Teil des sichtbaren Lichts transparent. Diese Eigenschaften ermöglichen die Beobachtung von Rissen unter der Probenoberfläche mittels LM. Durch die vergleichbare Struktur lassen sich diese Ergebnisse auf (001)-GaAs übertragen. In LM-Aufnahmen in Reflexion sind Risse an der Oberfläche sichtbar, die entweder von den Ecken oder den Kanten der Vickers-Indentierungen ausgehen (Abb. 5.1.4.a, c). In Transmission ist der Verlauf der Risse im Material sichtbar (Abb. 5.1.4.b, c). Eckrisse liefern einen schmalen, scharfen Kontrast, der eine Ausbreitung senkrecht zur Oberfläche anzeigt. Kantenrisse zeigen einen breiten Kontrast, dessen Schärfe ausgehend von dem Riss an der Oberfläche abnimmt,

woraus auf Risse geneigt zur Oberfläche geschlossen werden kann. Im unteren Bildbereich von Abbildung 5.1.4.b laufen zwei Kantenrisse unter der Oberfläche aufeinander zu. In einigen Fällen verbinden sich solche Risse miteinander und können so zu Materialausbrüchen führen (Abb. 5.1.4.d).

Vickers-Indentierungen in (110)-GaAs

An Indentierungen in (110)-GaAs treten an der Oberfläche bis zu sechs Radialrisse auf (Abb. 5.1.5). Die Radialrisse in [001]-Richtung verlaufen entlang einer Spaltebene senkrecht zur (110)-Oberfläche (Abb. 5.1.6.d). In der 0°-Serie gehen sie von den Ecken der Indentierung aus und werden als C-Risse bezeichnet (von engl. corner), da sie keinem bestimmten Versetzungstyp zugeordnet werden können (Abb. 5.1.5.a). Die vier weiteren Radialrisse sind gegenüber der Oberfläche geneigt und werden als E-Risse bezeichnet, da sie vom Rand der Indentierung ausgehen. In der 45°-Serie gehen C-Risse vom Rand und E-Risse von der Ecke der Indentierung aus (Abb. 5.1.5.b).

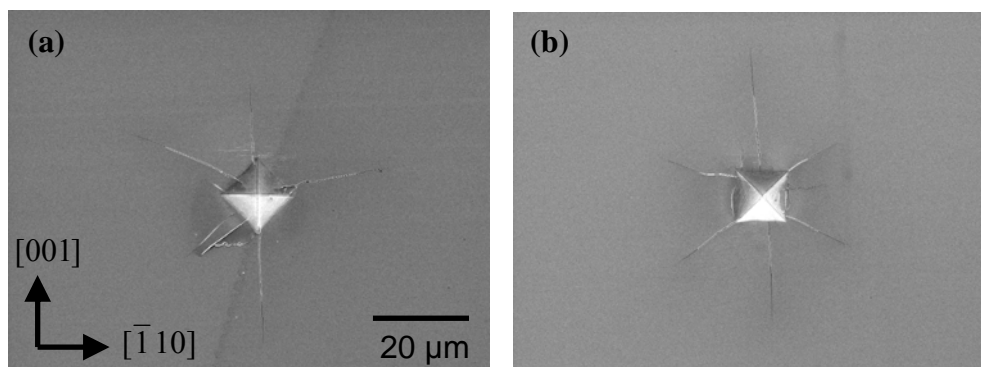


Abb. 5.1.5. SE-Bilder Vickers-Indentierungen in (110)-GaAs (a) in 0°-Orientierung und (b) in 45°-Orientierung sowie (c) räumliche Darstellung der Spaltebene senkrecht zur Oberfläche.

In Abbildung 5.1.6. sind die Ergebnisse für Silicium-dotiertes GaAs (Tab. 3.1.1, Nr. 2) dargestellt. In der 0°-Serie ist die relative Risshäufigkeit (Abb. 5.1.6) bereits bei der geringsten Prüfkraft deutlich größer als 0 (0,02 N: $n_C = 0,8$, $n_E = 0,25$). Mit zunehmender Prüfkraft erreicht n_C ab 0,1 N einen Wert von 1, während n_E bei annähernd 0,55 liegt. Der Verlauf der Risshäufigkeit weicht stark von einer Normalverteilung ab und der Rissbildungswiderstand beträgt $(0,048 \pm 0,249)$ N für E-Risse sowie $F_C < 0,05$ N für C-Risse. Die hohe Risshäufigkeit sowie der geringe Rissbildungswiderstand werden auf die Orientierung einer Indenterdiagonale entlang der Spaltebene zurückgeführt. In der 45°-Serie ist die relative Risshäufigkeit bei der geringsten Prüfkraft annähernd 0 und erreicht bei der höchsten Prüfkraft annähernd 1. Der Rissbildungswiderstand beträgt $(0,238 \pm 0,174)$ N (C-Risse) sowie $(0,070 \pm 0,076)$ N (E-Risse). Die stark verringerte Häufigkeit von C-Rissen gegenüber der 0°-Serie wird auf die Indenterorientierung zurückgeführt, wobei Rissausbreitung durch die Orientierung der Indenterdiagonalen gegenüber der Rissebene im Winkel von 45° erschwert wird. Der Rissbildungswiderstand der E-Risse stimmt im Rahmen des statistischen Fehlers für die 0°-Serie und die 45°-Serie überein. Die Vickers-Härte bei einer Prüfkraft von 1,0 N beträgt in der 0°-Serie $(6,21 \pm 0,09)$ GPa sowie in der 45°-Serie $(6,33 \pm 0,10)$ GPa und weist daher keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von der Indenterorientierung auf.

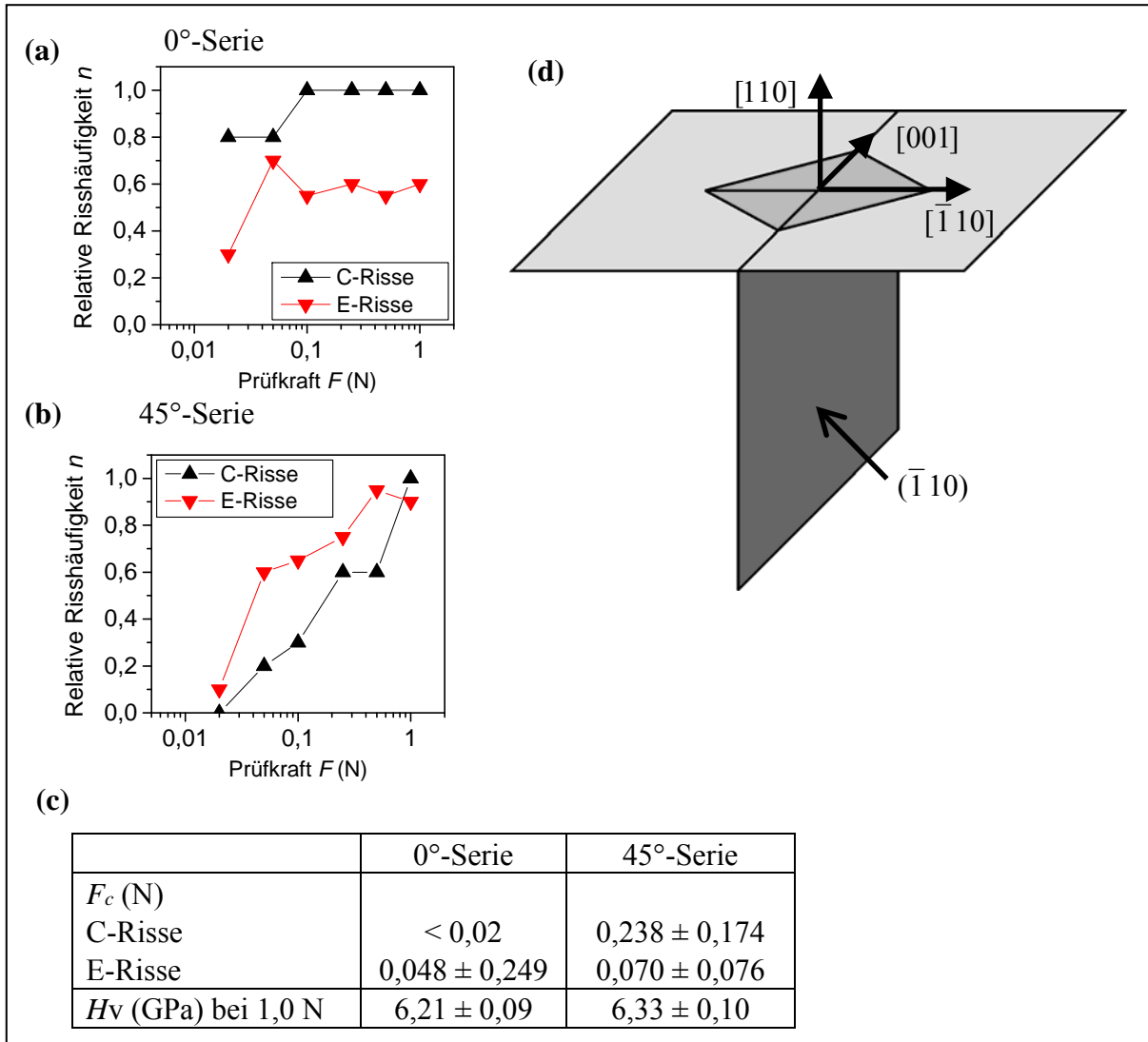


Abb. 5.1.6. (a - c) Numerische Auswertung von Vickers-Indentierungen in (110)-GaAs sowie (d) Räumliche Darstellung der Spaltebenen senkrecht zur Oberfläche.

Vickers-Indentierungen in (111)-GaAs

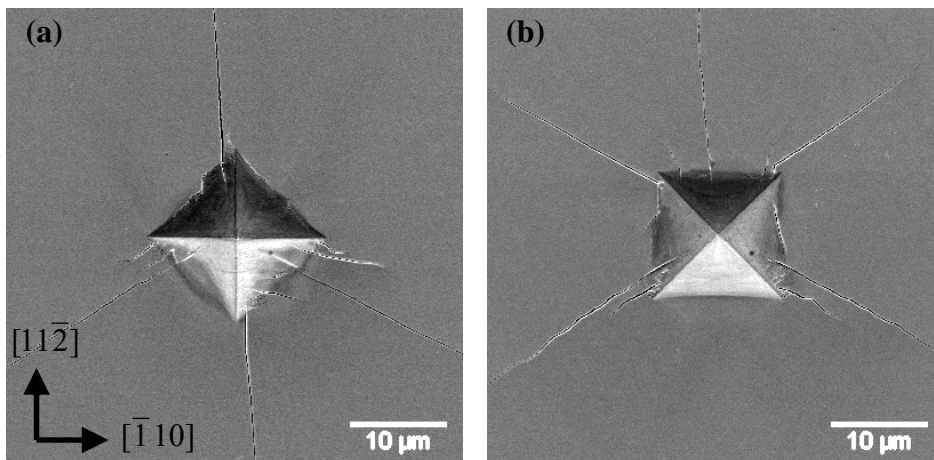


Abb. 5.1.7 SE-Bilder von Vickers-Indentierungen in $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs (a) in 0°-Orientierung und (b) in 45°-Orientierung.

Das Rissystem an Vickers-Indentierungen in $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs wird durch sechs Radialrisse bestimmt (Abb. 5.1.7, [Rat11a]). Diese Risse sind an der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche entlang der $\pm \langle \bar{2}11 \rangle$ -Richtungen orientiert, so dass die Rissausbreitung entlang der $\{110\}$ -Spaltebenen senkrecht zur Oberfläche stattfindet. An den Ecken der Indentierungen können zusätzlich noch weitere kurze Risse auftreten. Die Risshäufigkeit in den $\langle 2\bar{1}\bar{1} \rangle$ -Richtungen ist deutlich größer als in den $\langle \bar{2}11 \rangle$ -Richtungen. Daher unterscheidet sich die Risshäufigkeit in derselben Spaltebene in entgegengesetzten Richtungen. Dieser Effekt wurde in [Fuj88] der unterschiedlichen Beweglichkeit von α - und β -Versetzungen zugeschrieben, denen verschiedene Risse zugeordnet wurden (As-Seite von GaAs: Ga-1-Risse, As-1-Risse).

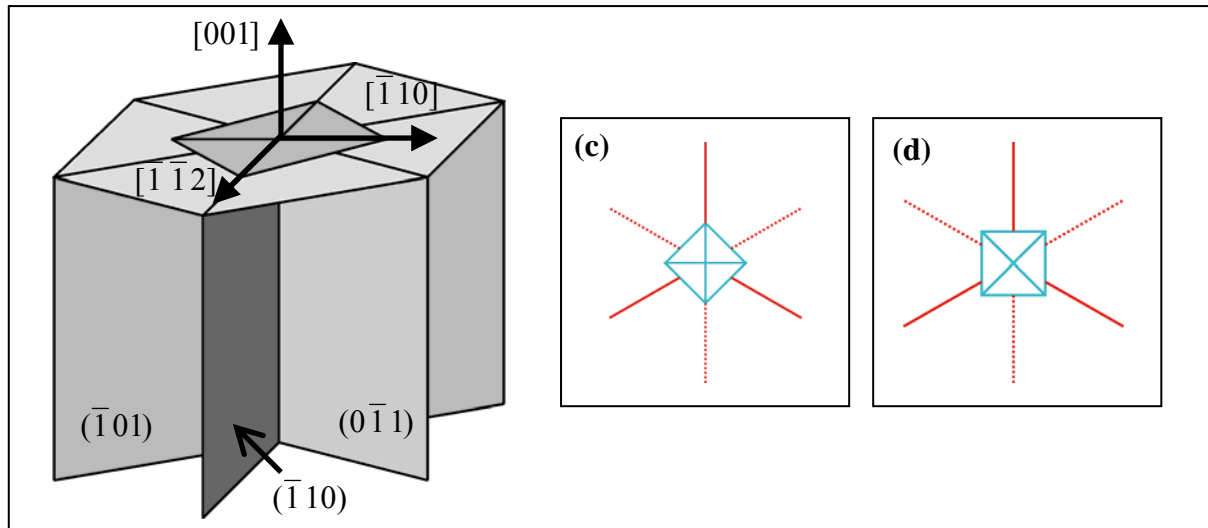


Abb. 5.1.8. (a) Räumliche Darstellung der Spaltebenen senkrecht zur $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche sowie schematische Darstellung des Rissystems an einer Vickers-Indentierung (b) in 0° -Orientierung und (c) in einer 45° -Orientierung.

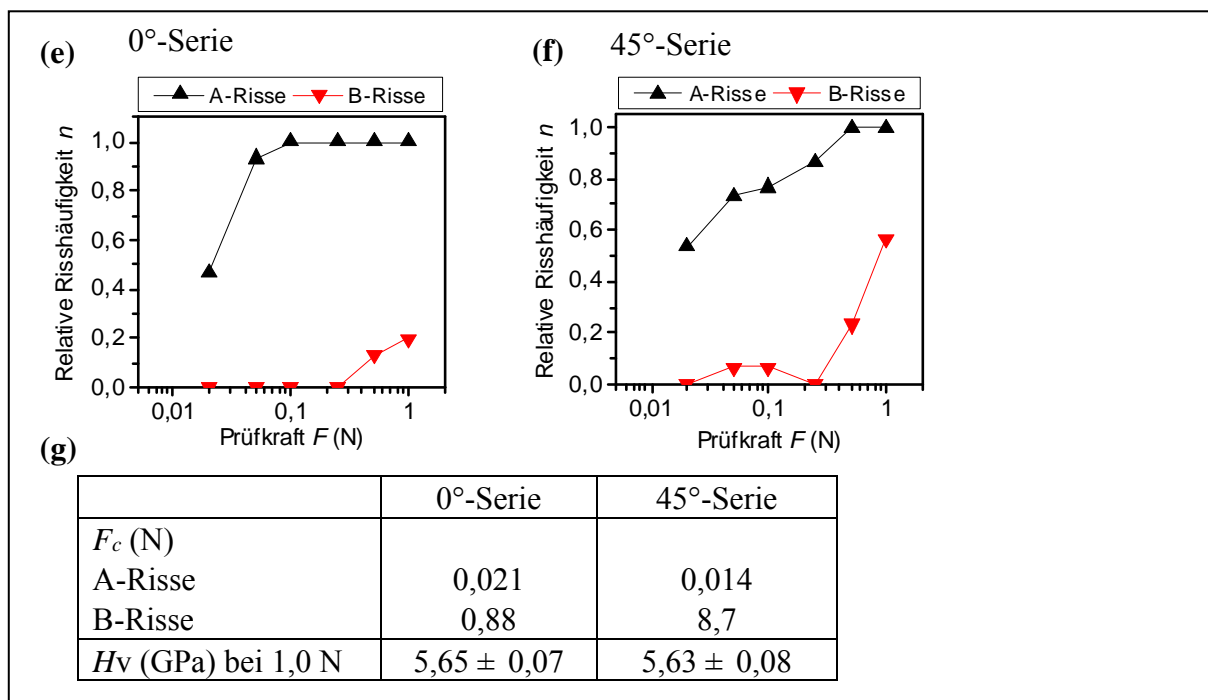


Abb. 5.1.9. Numerische Auswertung von Vickers-Indentierungen in $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs.

Gemäß der Systematik in (001)-GaAs werden Radialrisse in den $\langle 2\bar{1}\bar{1} \rangle$ -Richtungen als A-Risse und in den $\langle \bar{2}11 \rangle$ -Richtungen als B-Risse bezeichnet, sowie Risse entlang anderer Richtungen als E-Risse. In $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs sind die Risse charakteristisch für die Kristallsymmetrie. Die Rissausbreitung wurde für zwei Indenterorientierungen (0° -Serie, 45° -Serie, Abb. 5.1.9) in Abhängigkeit von der Kraft untersucht (Tab. 3.1.1, Nr. 5) dargestellt. A-Risse entstehen sowohl in der 0° -Serie als auch in der 45° -Serie bereits bei den geringsten Prüfkraften. B-Risse entstehen bei 0,5 N in der 0° -Serie und 0,05 N in der 45° -Serie. Die Risshäufigkeiten nehmen, mit Ausnahme von B-Rissen in der 45° -Serie, mit der Kraft zu. Der Rissbildungswiderstand beträgt für A-Risse 0,021 N (0° -Serie) bzw. 0,014 N (45° -Serie) und für B-Risse 0,88 N (0° -Serie) bzw. 8,7 N (45° -Serie). Die Vickers-Härte H_v bei einer Prüfkraft von 1,0 N beträgt in der 0° -Serie ($5,65 \pm 0,07$) GPa und in der 45° -Serie ($5,63 \pm 0,08$) GPa und weist daher keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von der Indenterorientierung auf.

Cube-Corner-Indentierungen in (111)-GaAs

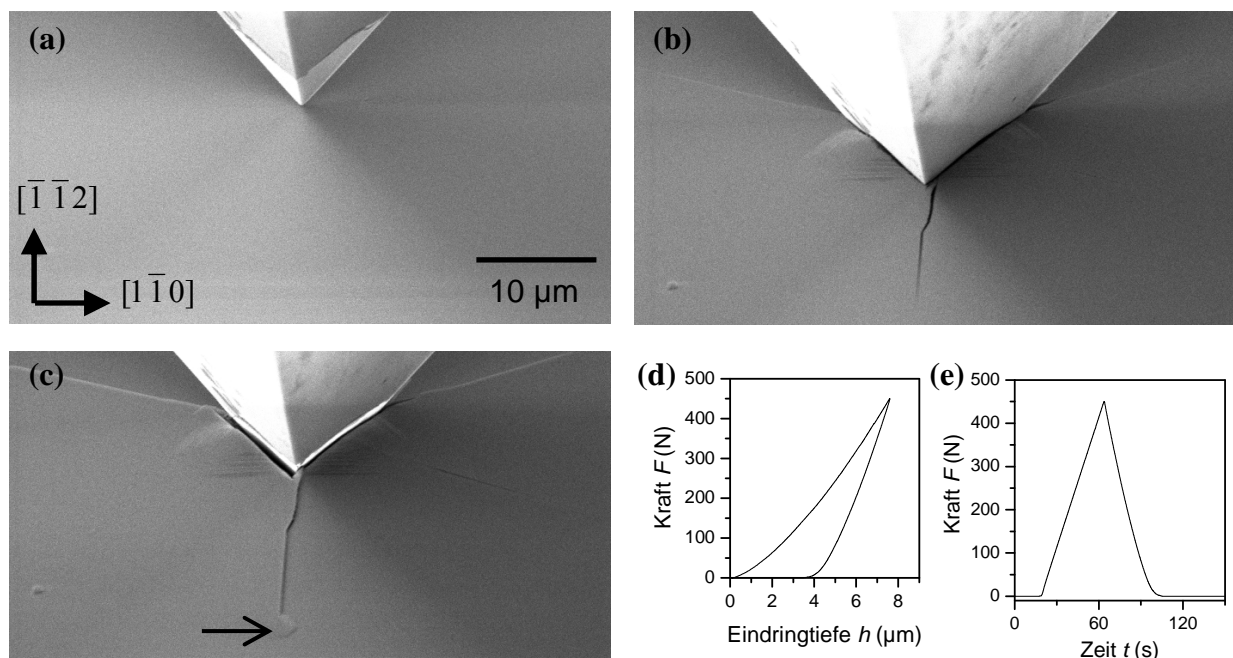


Abb. 5.1.10 Indentierung von $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs mit einem Cube-Corner-Indenter in einem Rasterelektronenmikroskop, in-situ-Beobachtung eines Indentierungsvorgangs mit einer Maximallast von 450 mN, (a) Kontakt des Indenters mit der Probe, (b) Rissssystem an dem Indenter bei Maximallast, (c) Rissssystem nach der Entlastung und Ablenkung eines Radialrisses (Pfeil), (d) Last-Eindringtiefe-Kurve, (e) Zeitverlauf des Indentierungsvorgangs.

Von den verwendeten Indenterformen besitzt der Cube-Corner-Indenter den geringsten äquivalenten Konuswinkel (Tab. 3.2.1). Die spitze Indenterform erleichtert die Beobachtung der Probenoberfläche in in-situ Indentierungsexperimenten. In Experimenten mit einer anschließenden mikroskopischen Untersuchung von Indentierungen werden meist andere Indenterformen, wie der Berkovich-Indenter für Nano-Indentierungen oder der Vickers-Indenter zur Bestimmung der Mikrohärt, eingesetzt.

Die Cube-corner-Indentierungen in $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs wurden in einem Rasterelektronenmikroskop durchgeführt und in-situ während der Deformation beobachtet. Diese Experimente

wurden an der EMPA in Thun durchgeführt. Abbildung 5.1.10 zeigt SE-Aufnahmen während eines Indentierungsprozesses mit einer Maximallast von 450 mN (Tab. 3.1.1, Nr. 6). Während der Belastung entstehen an den Kanten des Indenters Radialrisse (Abb. 5.1.10.b). Mit zunehmender Kraft breiten sich die Radialrisse weiter aus. An den Flächen des Indenters kommt es durch Materialerhebung zur Bildung eines Walls, in dem Stufen sichtbar sind. Bei der Entlastung ist die Länge der bestehenden Radialrisse annähernd konstant (Abb. 5.1.10.c). Während der Entlastung wird ein Radialriss abgelenkt, was auf die Bildung eines Lateralrisses hindeutet (Pfeil in Abb. 5.1.10.c). Die in-situ Abbildung von Rissen während des Indentierungs-vorgangs bestätigt eindrucksvoll die Entstehung und Ausbreitung von Radialrissen während der Belastungsphase.

5.2 Untersuchung von (0001)-GaN und (1100)-GaN

Cube-Corner-Indentierungen in (0001)-GaN

Die Cube-Corner-Indentierungen in (0001)-GaN wurden in einem Rasterelektronenmikroskop durchgeführt und während der Deformation beobachtet [Rat13]. Es wurden zwei Prüfkraften (50 mN, 450 mN) in zwei verschiedenen Orientierungen (0° -Serie, 90° -Serie) untersucht (Tab. 3.1.2, Nr. 3). In der 0° -Serie ist eine Kante des Indenters in einer **m**-Richtung orientiert und in der 90° -Serie entlang einer **a**-Richtung. Während der Deformation waren keine Risse an der Oberfläche sichtbar (Abb. 5.2.1.a, b). Auch in nachfolgenden Untersuchungen sind in den SE-Bildern außerhalb der Indentierungen keine Risse an der Oberfläche sichtbar, aber innerhalb der Indentierungen treten Risse an den Kanten auf (Abb. 5.2.1.c, e). LM-Bilder zeigen eine kreisförmige Aufhellung in der Umgebung der Indentierungen. Wie Untersuchungen an Vickers-Indentierungen zeigen, handelt es sich dabei um Lateralrisse (siehe Abb. 5.2.4). Bei einer Prüfkraft von 50 mN sind keine Risse sichtbar, aber bei 450 mN treten an allen Indentierungen Lateralrisse unter der Probenoberfläche und Risse an den Kanten innerhalb der Indentierungen auf [Rat13].

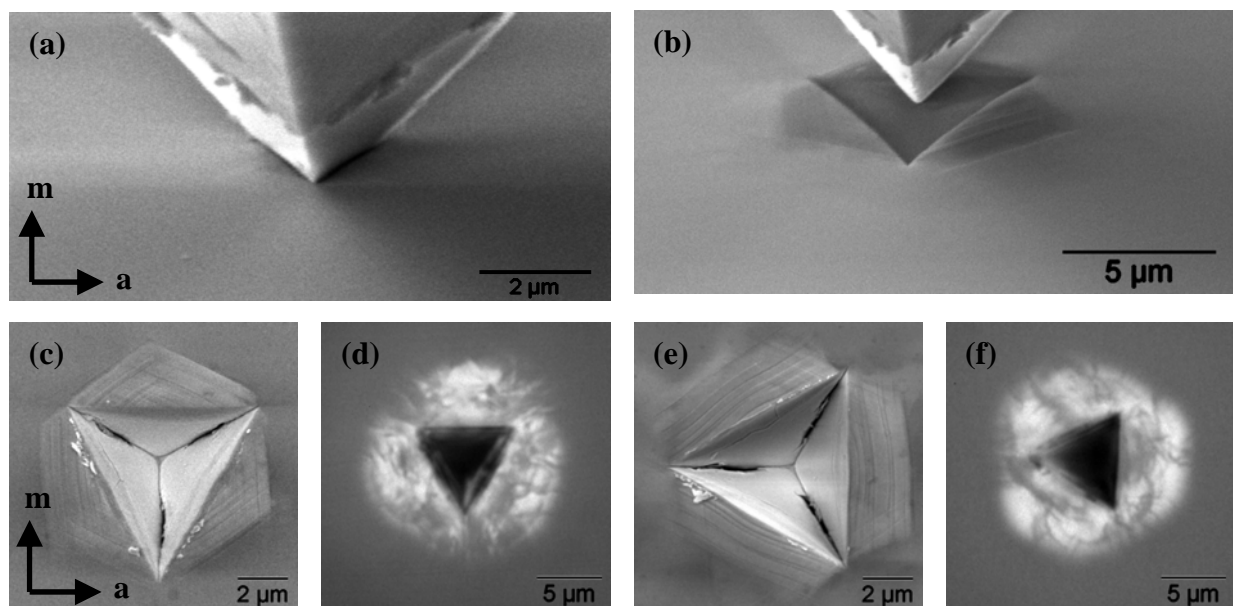


Abb. 5.2.1. Cube-Corner-Indentierungen in (0001) GaN, Beobachtung der Deformation (a) bei einer Prüfkraft von 50 mN unter Maximallast und (b) bei einer Prüfkraft von 450 mN nach Entlastung sowie (c) und (e) SE-Bilder und (d) und (f) LM-Bilder bei 450 mN.

Berkovich-Indentierungen in (0001)-GaN

Der Berkovich-Indenter hat wie der Cube-Corner-Indenter die Form einer dreiseitigen Pyramide, aber er besitzt einen größeren äquivalenten Konuswinkel (Berkovich: $70,3^\circ$, Cube-Corner: $42,3^\circ$). Diese Indenterform wird insbesondere für Nano-Indentierungen eingesetzt. Die Berkovich-Indentierungen wurden bei drei Prüfkraften (5 mN, 50 mN, 500 mN) in jeweils zwei Orientierungen (0° -Serie, 90° -Serie) durchgeführt (Tab. 3.1.2, Nr. 4, vgl. [Rat13]). Bei den verwendeten Prüfkraften traten keine Lateralrisse auf und Radialrisse kamen nur bei der höchsten Prüfkraft von 500 mN vor. Die Häufigkeit von Radialrisse n_{Rad} ist in der 0° -Serie ($n_{\text{Rad}} = 0,2$) geringer als in der 90° -Serie ($n_{\text{Rad}} = 1$). Die schematischen Darstellungen in Abbildung 5.2.2 zeigen eine Indentierung und die Spuren der Spaltebenen in der 0° -Serie und in der 90° -Serie. In der 90° -Serie verlaufen die Kanten des Indenters entlang der Spuren der Spaltebenen, aber in der 0° -Serie weicht die Richtung der Kanten von den Spaltebenen ab. Die Orientierung einer Indenterkante entlang der Spur einer Spaltebene erklärt die höhere Risshäufigkeit in der 90° -Serie im Vergleich zur 0° -Serie [Rat13].

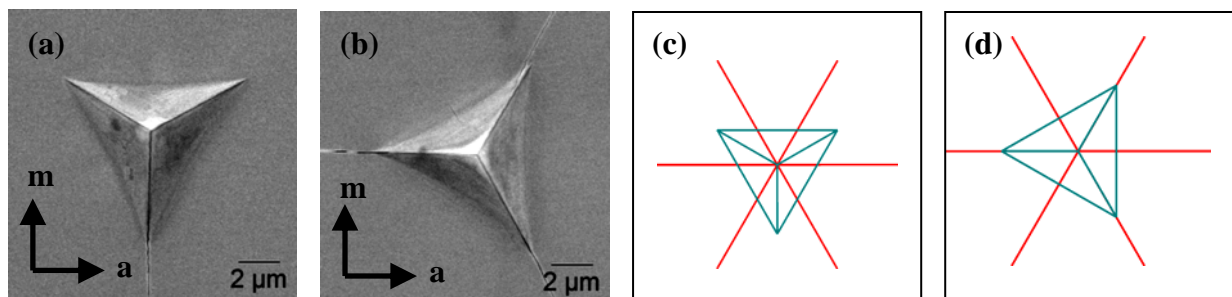


Abb. 5.2.2. SE-Bilder von Berkovich-Indentierungen in (0001) GaN bei einer Prüfkraft von 500 mN (a) in 0° -Orientierung und (b) in 90° -Orientierung sowie schematische Darstellungen von Indentierungen (blau) und Spaltebenen (rot) in (c) 0° -Orientierung und (d) 45° -Orientierung.

Vickers-Indentierungen in (0001)-GaN

Die Rissbildung wurde mittels Vickers-Indentierungen in einem großen Lastbereich von 0,02 N bis 4,90 N mit zwei verschiedenen Indenterorientierungen (0° , 45°) untersucht (Abb. 5.2.3, (Tab. 3.1.2, Nr. 4), vgl. [Rat12]). Bis zu einer Kraft von 1,0 N wurden die Indentierungen an einem Mikrohärtprüfgerät MHP 100 durchgeführt und für höhere Kräfte wurde ein Härteprüfgerät Zwick 3202 verwendet. Die Indentierungen und Risse wurden wie in [Dro96, Yon00, Yon01] vermessen. Darüber hinaus wurde die Rissbildung in Abhängigkeit von der Prüfkraft und der Orientierung des Indenters detailliert untersucht. Radialrisse gehen in Übereinstimmung mit [Dro96, Yon00, Yon01] von den Ecken der Indentierungen aus (Abb. 5.2.3.a, b). Zusätzlich ist eine Aufhellung in der Umgebung der Indentierungen erkennbar, die Lateralrisse unter der Probenoberfläche zugeordnet wird (Abb. 5.2.3.c, d, vgl. [Kav07]). Der Vergleich von 0° -Serie und 45° -Serie zeigt, dass das System der Radialrisse durch die Form und die Orientierung des Indenters bestimmt wird (Abb. 5.2.3.). Mit einer Drehung des Indenters gegenüber der Probe ändert sich auch das Rissystem dementsprechend. In diesem Zusammenhang wurde die Länge der Radialrisse in Abhängigkeit von der Orientierung grafisch dargestellt (Abb. 5.2.3.e, f). Zur Veranschaulichung der Symmetrie sind die Punkte mit einer gestrichelten Linie verbunden und die Spuren der Spaltebenen sind blau dargestellt. In der 0° -Serie breiten sich Radialrisse in **a**-Richtung entlang der Spaltebenen und in **m**-Richtung außerhalb der Spaltebenen aus. In

der 45°-Serie sind die Risse im Allgemeinen kristallografisch nicht streng orientiert und breiten sich außerhalb der Spaltebenen aus. Es konnte kein systematischer Einfluss der Orientierung auf die Risslänge nachgewiesen werden [Rat12].

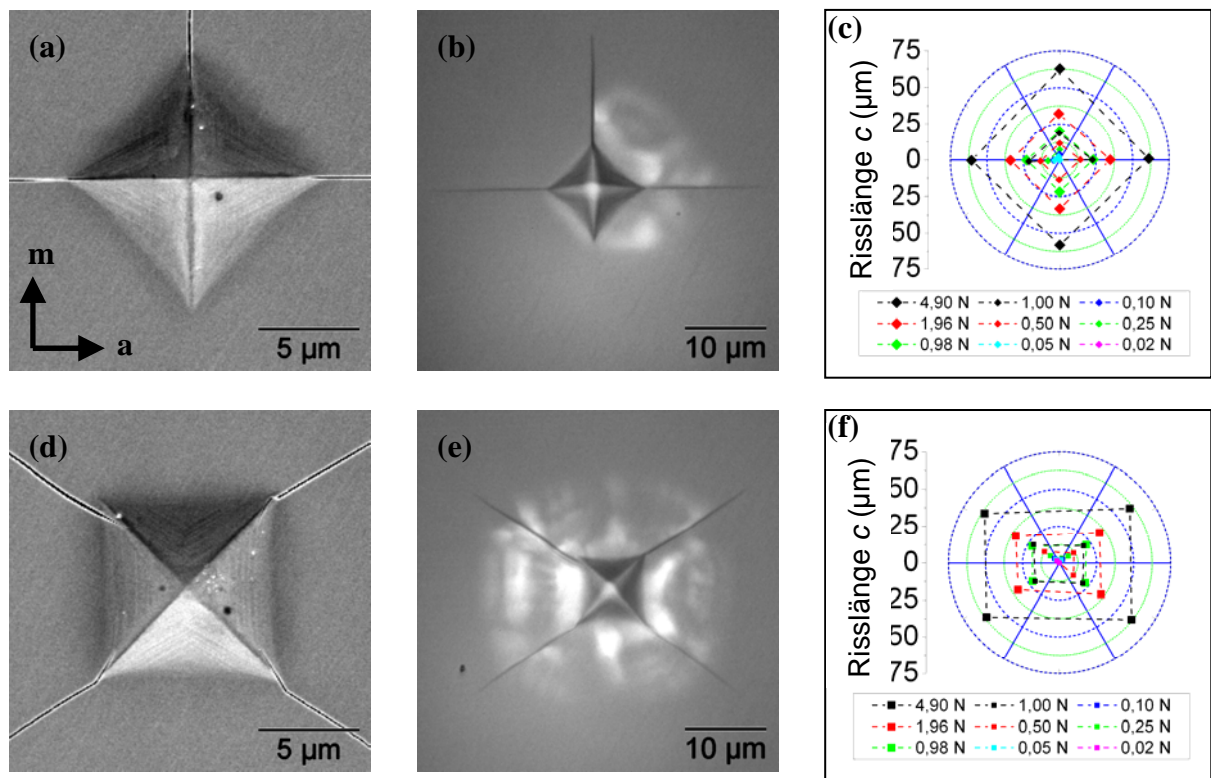


Abb. 5.2.3. Vickers-Indentierungen in (0001) GaN, (a) - (c) der 0°-Serie und (d) - (f) der 45°-Serie: (a, d) SE-Bilder, (b, e) LM-Bilder sowie (c, f) Risslängen in Abhängigkeit von Orientierung. (g)

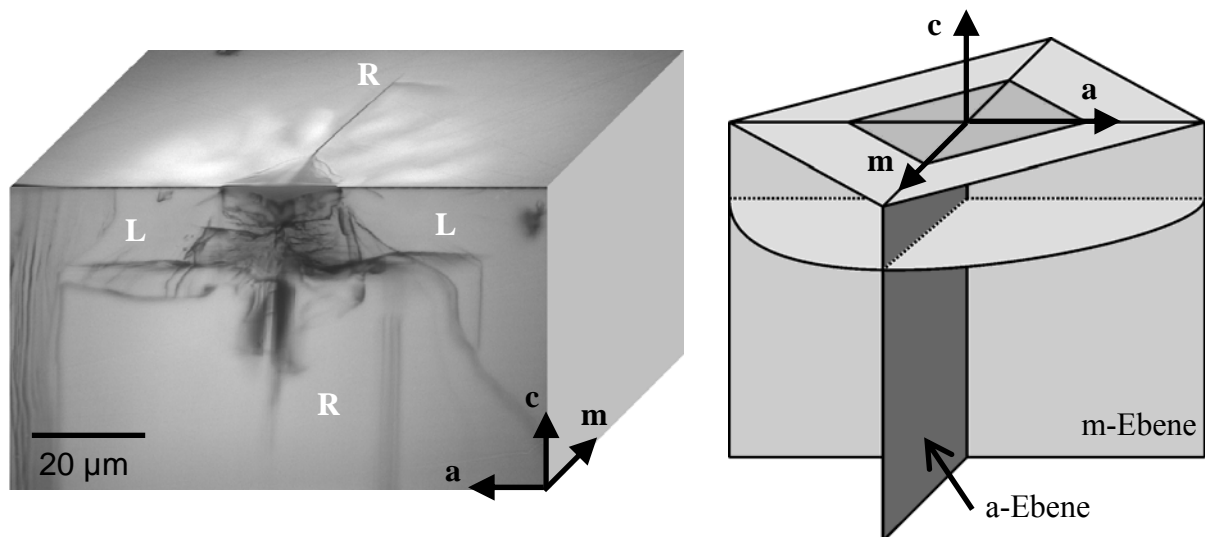


Abb. 5.2.4. Perspektivische Darstellung einer Vickers-Indentierung in (0001) GaN bestehend aus einer LM-Aufnahme der Oberfläche sowie im Querschnitt, Ausbreitung von Radialrissen R senkrecht zur Probenoberfläche und von Lateralrissen L annähernd parallel zur Oberfläche.

Zur räumlichen Beschreibung des Rissystems wurden mehrere Vickers-Indentierungen im Querschnitt präpariert. Dazu wurden Indentierungen in Reihen entlang der Spuren der Spaltebene angeordnet. Anschließend wurde die Probe entlang der Spaltebene gebrochen. Abbildung 5.2.4 zeigt eine perspektivische Darstellung des Rissystems, bestehend aus einem Querschnitt und einer oberflächenparallelen Aufnahme. Der Lateralriss breitet sich annähernd parallel zur Oberfläche unterhalb der Indentierung aus (Abb. 5.2.4. L). Die seitliche Ausdehnung des Lateralrisses in der Querschnittsaufnahme entspricht dem Durchmesser der Aushellung, die von der Probenoberfläche aus sichtbar ist. Der Radialriss ist senkrecht zur Oberfläche orientiert, wobei die maximale Tiefe unter der Oberfläche dem maximalen seitlichen Abstand zur Indentierung entspricht (Abb. 5.2.4. R). Die Ausbreitung von Radialrissen senkrecht zur Oberfläche wird auch an den schmalen Kontrasten dieser Risse in LM-Aufnahmen in Transmission deutlich.

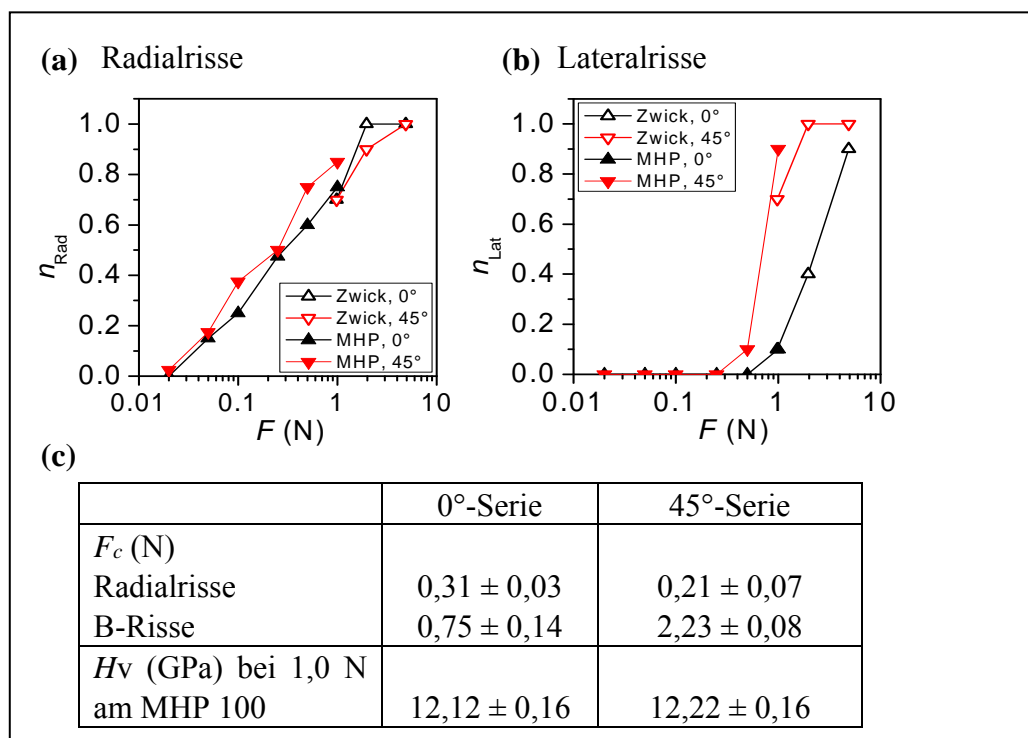


Abb. 5.2.5. Numerische Auswertungen von Vickers-Indentierungen in (0001) GaN.

An Vickers-Indentierungen in (0001)-GaN entstehen Radialrisse ab einer Kraft von 0,05 N (0°-Serie) und 0,02 N (45°-Serie, siehe Abb. 5.2.5.a, [Rat12]). Der Rissbildungswiderstand beträgt $(0,31 \pm 0,03)$ N in der 0°-Serie und $(0,21 \pm 0,07)$ N in der 45°-Serie und zeigt daher keine signifikante Orientierungsabhängigkeit. Ab einer Prüfkraft von 1,96 N in der 0°-Serie und 4,9 N in der 45°-Serie beträgt die Risshäufigkeit 1, d.h. von allen Ecken der Indentierungen gehen Radialrisse aus. Die Risslänge c folgt einem Potenzgesetz von $20,53 \mu\text{m} \cdot (F/F_0)^{0,694}$ in der 0°-Serie und $20,69 \mu\text{m} \cdot (F/F_0)^{0,719}$ in der 45°-Serie, wobei $F_0 = 1$ N ist. Der Exponent liegt nahe dem Wert von $2/3$, der für eine konstante Risszähigkeit erwartet wird (Gl. 3.2.5). Lateralrisse treten ab einer Kraft von 0,98 N (0°-Serie) bzw. 0,5 N (45°-Serie) auf (Abb. 5.2.4.b). Der Rissbildungswiderstand ist in der 0°-Serie mit $(2,23 \pm 0,08)$ deutlich größer als in der 45°-Serie mit $(0,75 \pm 0,14)$. Damit hat die Orientierung des Indenters einen entscheidenden Einfluss auf die Bildung von Lateralrissen. Der Radius der Lateralrisse r folgt einem Potenzgesetz von $15,22 \mu\text{m} \cdot (F/F_0)^{0,782}$ in der 0°-Serie und $15,24 \mu\text{m} \cdot (F/F_0)^{0,778}$ in der 45°-Serie. Der Exponent ist größer als im Fall der

Radialrisse. Der Radius r ist geringer als die Risslänge c , so dass sich die Radialrisse über die Lateralrisse hinaus ausbreiten. Die Vickers-Härte H_V bei einer Prüfkraft von 1,0 N am MHP 100 beträgt in der 0° -Serie ($12,12 \pm 0,16$) GPa und in der 45° -Serie ($12,22 \pm 0,16$) GPa und weist daher keine signifikanten Unterschiede in Abhängigkeit von der Indenterorientierung auf [Rat12].

Die mechanische Deformation in der Umgebung von Vickers-Indentierungen in (0001)-GaN wurde mittels Raman-Spektroskopie an der Technischen Universität Bergakademie Freiberg untersucht. An je einer Indentierungen der 0° -Serie und der 45° -Serie (0,98 N) wurden Raman-Spektren entlang von Linienprofilen in **a**-Richtung und in **m**-Richtung aufgenommen, die durch das Zentrum der Indentierung verlaufen (Abb. 5.2.6.a). Entlang jeder dieser vier Linienprofile wurden 101 Spektren im Abstand von $1,5 \mu\text{m}$ aufgenommen und hinsichtlich der Lage, Intensität und Halbwertsbreite der $E_2(\text{high})$ -Phonons ausgewertet.

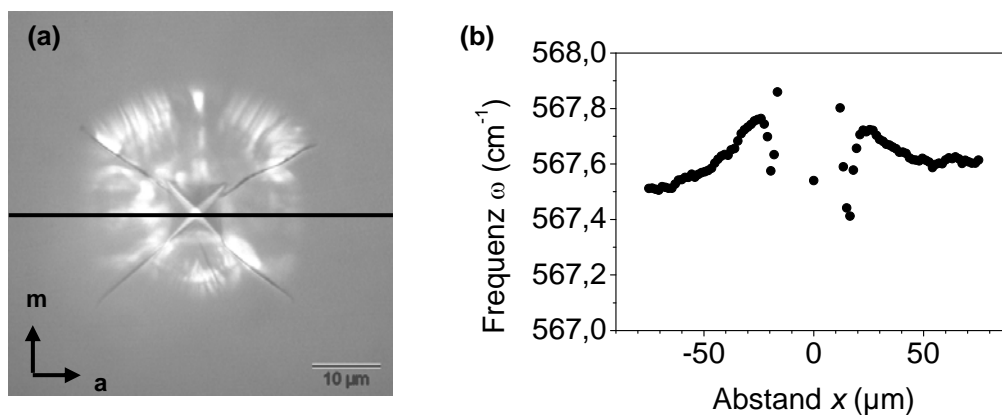


Abb. 5.2.6. Messung der mechanischen Deformation mittels Raman-Spektroskopie in der Umgebung einer Vickers-Indentierung in (0001)-GaN (45° -Serie, 0,98 N).

In Abbildung 5.2.6.b ist die Lage des $E_2(\text{high})$ -Phonons in Abhängigkeit vom Abstand zum Zentrum der Indentierung dargestellt. Entfernt von der Indentierung entspricht die Frequenz der gemessenen Raman-Mode dem Wert des unverspannten Materials. Bis zu einem Abstand von etwa $20 \mu\text{m}$ vom Zentrum der Indentierung nimmt die Frequenz zu, was auf eine kompressive Deformation hindeutet. Im Bereich der Indentierung selbst sind auf Grund der stark deformierten Oberfläche, verbunden mit einer Störung des Kristallgitters und diffuser Streuung, keine definierten Messungen möglich. Die quantitative Bestimmung mechanischer Eigenschaften erfordert jedoch die Modellierung der Schwingungsspektren des untersuchten Kristallsystems.

Die Raman-Messungen bestätigen die Grundannahmen des Modells der Rissausbreitung nach Lawn [Law80], dass die Ausbreitung von Radialrissen aufgrund der wirksamen Kraft einer plastischen Zone beschreibt (siehe Abb. 2.4.5). Mittels ortsaufgelöster Raman-Spektroskopie kann die Stärke und die Größe der plastischen Zone abgeschätzt werden.

Vickers-Indentierungen in $(1\bar{1}00)$ -GaN

Die Untersuchung von $(1\bar{1}00)$ -GaN hat eine große Bedeutung, da es sich um die Spaltebenen von GaN handelt. Zudem können Untersuchungen der $(1\bar{1}00)$ -Fläche Informationen über das Wachstum von GaN-Kristallen liefern, da GaN-Kristalle vorzugsweise entlang der **c**-Richtung gezüchtet werden.

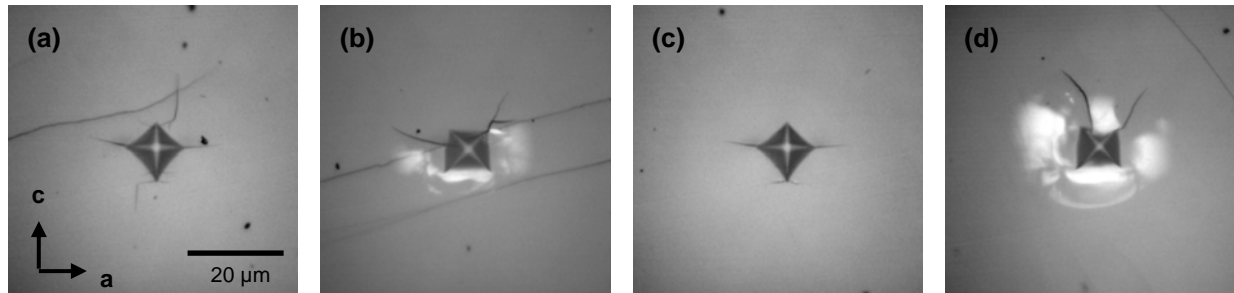


Abb. 5.2.7. Untersuchung einer $(1\bar{1}00)$ -Bruchfläche von GaN. Vickers-Indentierungen bei einer Prüfkraft von 1,0 N in 0° - und 45° -Orientierung (a, b) nahe der Oberfläche sowie (c, d) nahe der Rückseite.

In Abbildung 5.2.7 sind LM-Bilder von Vickers-Indentierungen in $(1\bar{1}00)$ -GaN dargestellt (Tab. 3.1.2, Nr. 4. In der 0° -Serie entstehen Radialrisse bevorzugt an den Ecken der Indentierungen und breiten sich entlang der **a**-Richtung aus. An der Indenterdiagonale entlang der **m**-Richtung zeigen die Radialrisse kein systematisches Rissmuster. In den Untersuchungen mit einer Prüfkraft von 1,0 N traten in der 0° -Serie keine Lateralrisse auf. In der 45° -Serie weisen die Radialrisse kein systematisches Rissmuster auf und bei einer Prüfkraft von 1,0 N treten häufig Lateralrisse auf. Die Vickers-Härte bei einer Prüfkraft von 1,0 N beträgt $(11,19 \pm 0,20)$ GPa nahe der Oberfläche (0° -Serie: $(10,97 \pm 0,30)$ GPa, 45° -Serie: $(11,40 \pm 0,09)$ GPa) sowie $(10,97 \pm 0,24)$ GPa nahe der Rückseite (0° -Serie: $(10,87 \pm 0,33)$ GPa, 45° -Serie: $(11,07 \pm 0,15)$ GPa). Die Härte und das Rissystem weisen keine erkennbaren Unterschiede zwischen oberflächennahen und rückseitennahen Bereichen auf. Die Härte der GaN-Kristalle ist auf der $(1\bar{1}00)$ -Fläche mit einem Wert von $(11,08 \pm 0,22)$ GPa deutlich geringer als auf der (0001) -Oberfläche mit einem Wert von $(12,17 \pm 0,16)$ GPa.

6 Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Rissen

Indentierungsexperimente an GaAs und GaN lassen auf eine Entstehung von Versetzungen während der Belastungsphase schließen. In Deformationsexperimenten in GaAs wurde auch die Bildung von Radialrissen während der Belastung beobachtet. Daher werden zwischen Versetzungen und Rissen Zusammenhänge erwartet. Nachdem Versetzungen (Kapitel 4) und Risse (Kapitel 5) zunächst unabhängig voneinander betrachtet wurden, sollen nun mögliche Wechselwirkungen diskutiert werden. Die Betrachtungen sind entsprechend der Materialien (GaAs, GaN) und Rissarten (Radialrisse, Lateralrisse, zur Oberfläche geneigte Risse bzw. Modus I, Modus II, Modus I + II) gegliedert.

6.1 Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Rissen in GaAs

Radialrisse in (001)-GaAs

Zuerst wird der Zusammenhang von Versetzungen und Radialrissen in (001) GaAs diskutiert. Radialrisse mit einer Rissebene senkrecht zur Probenoberfläche entsprechen der Rissöffnungsart Modus I (vgl. Abb. 2.4.3). Wegen der geringen Häufigkeit dieser Risse bei kleinen Kräften wird bei der Diskussion der TEM-Aufnahmen nicht zwischen A-Rissen und B-Rissen unterschieden.

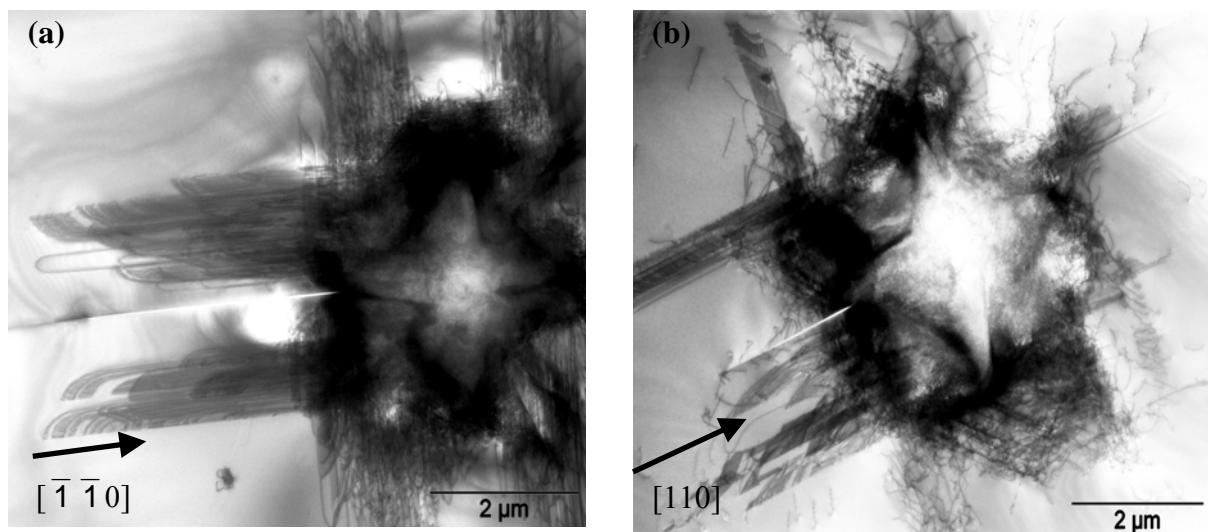


Abb. 6.1.1. TEM-Hellfeld-Aufnahmen im Vielstrahlfall, Vickers-Indentierungen in 0° -Orientierung bei 40 mN (a) in Tellur-dotiertes GaAs und (b) in Kohlenstoff-dotiertes GaAs.

Radialrisse in einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung verlaufen entlang der $\{110\}$ -Spaltebenen senkrecht zur (001)-Probenoberfläche. Im Fall von Vickers-Indentierungen in 0° -Orientierung gehen diese Risse von den Ecken der Indentierungen aus und liegen zwischen zwei oberflächenparallelen Versetzungsarmen.

Der Riss in Abbildung 6.1.1.a verläuft senkrecht zur Probenoberfläche zwischen zwei oberflächenparallelen Versetzungsarmen. Die Versetzungssegmente beginnen in unmittelbarer Nähe der Indentierung als Schraubenversetzungen und enden schließlich als 60° -Versetzungen an der Oberfläche. An diesem Verlauf ist zu erkennen, dass die oberflächenparallelen Versetzungsarme vollständig abgebildet wurden und nicht durch die

Probenpräparation abgetragen wurden. Die oberflächenparallelen Versetzungsarme liegen außerhalb der Rissebene ohne eine räumliche Überlagerung und sind daher nicht an der Entstehung oder Ausbreitung dieses Risses beteiligt. Die Versetzungen der Volumengleitsysteme werden am Ursprungsort des Risses durch die Indentierung verdeckt, so dass deren Einfluss auf die Riskeimbildung in der TEM-Aufnahme nicht direkt beobachtet werden konnte.

Der Radialriss in Abbildung 6.1.1.b entspringt einem stark deformierten Gebiet mit einer hohen Dichte von Versetzungen der Volumengleitsysteme. Diese Versetzungen werden am Ursprungsort des Risses weitestgehend durch die Indentierung verdeckt, so dass die Riskeimbildung auch in dieser TEM-Aufnahme nicht direkt beobachtet werden konnte. Die oberflächenparallelen Versetzungsarme liegen außerhalb der Rissebene und sind daher nicht an der Rissentstehung beteiligt. Von dem Riss gehen Versetzungssegmente mit einer Länge von mehreren 100 nm aus, die an der Probenoberfläche enden. Diese Versetzungen können eine weitere Ausbreitung des Risses begrenzt haben [Fuj88].

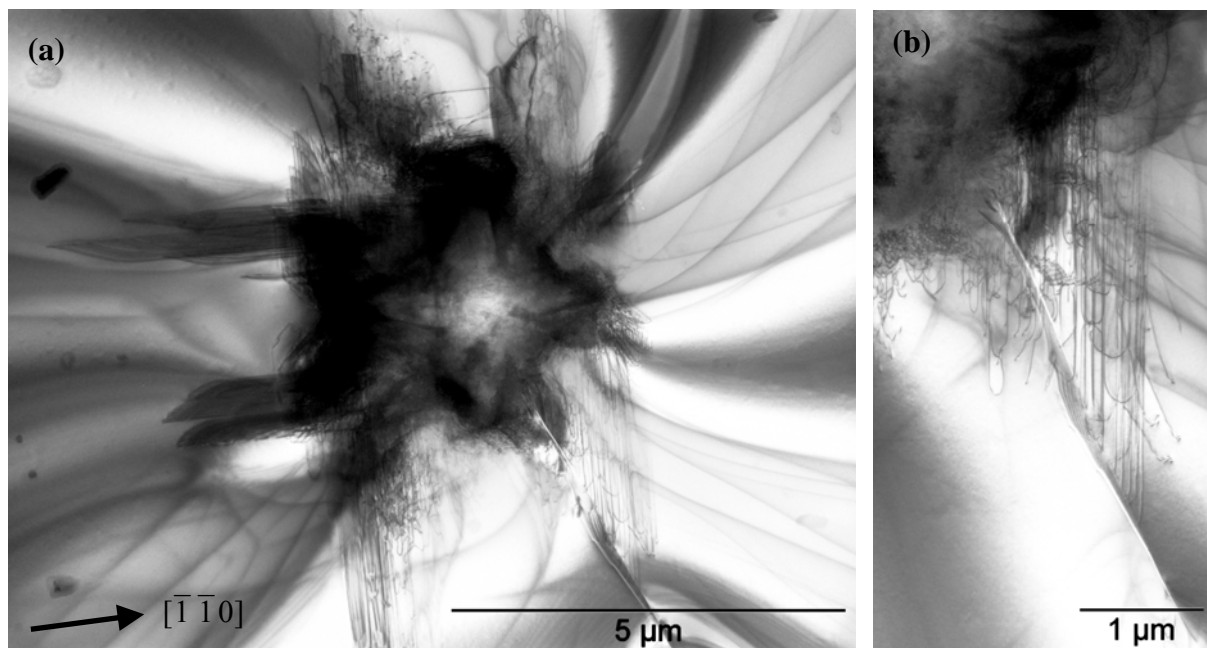


Abb. 6.1.2. Vickers-Indentierung mit einer Prüfkraft von 40 mN in Tellur-dotiertes GaAs, TEM-Hellfeld-Aufnahme (a) im Vielstrahlfall (links) und (b) mit einem Abbildungsvektor von $g = 220$.

Der Riss in Abbildung 6.1.2. ist annähernd senkrecht zur Probenoberfläche orientiert, aber er weicht von den $\{110\}$ -Spaltebenen ab und wird daher den E-Rissen zugeordnet. Dieser Riss entspringt einem Gebiet nahe der Indentierung, in dem sich zwei oberflächenparallele Versetzungsarme überlagern. Entlang des Risses ist nur ein Versetzungsarm in $[1\bar{1}0]$ -Richtung sichtbar, dessen Versetzungen im weiteren Verlauf in die Rissebene eintreten, so dass die Versetzungen an einer weiteren Ausbreitung gehindert werden. Durch die Überlagerung der Versetzungsarme und die hohen mechanischen Spannungen kann ein Riskeim nahe der Indentierung entstehen. Die anschließende Rissausbreitung könnte dann die weitere Ausbreitung des Versetzungsarms in $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung behindert haben.

Zur Oberfläche geneigte Risse in (001)-GaAs

Risse, die gegenüber der Probenoberfläche geneigt sind, entsprechen einer Mischform Modus I + II zwischen Modus I (Spaltrisse, Radialrisse) und Modus II (Längsscherrisse Lateralrisse). In TEM-Aufnahmen zeigen diese Risse einen deutlich geringeren Kontrast als Radialrisse senkrecht zur Oberfläche. Die Mehrheit der E-Risse an Indentierungen in (001)-GaAs kann dieser Rissart zugeordnet werden.

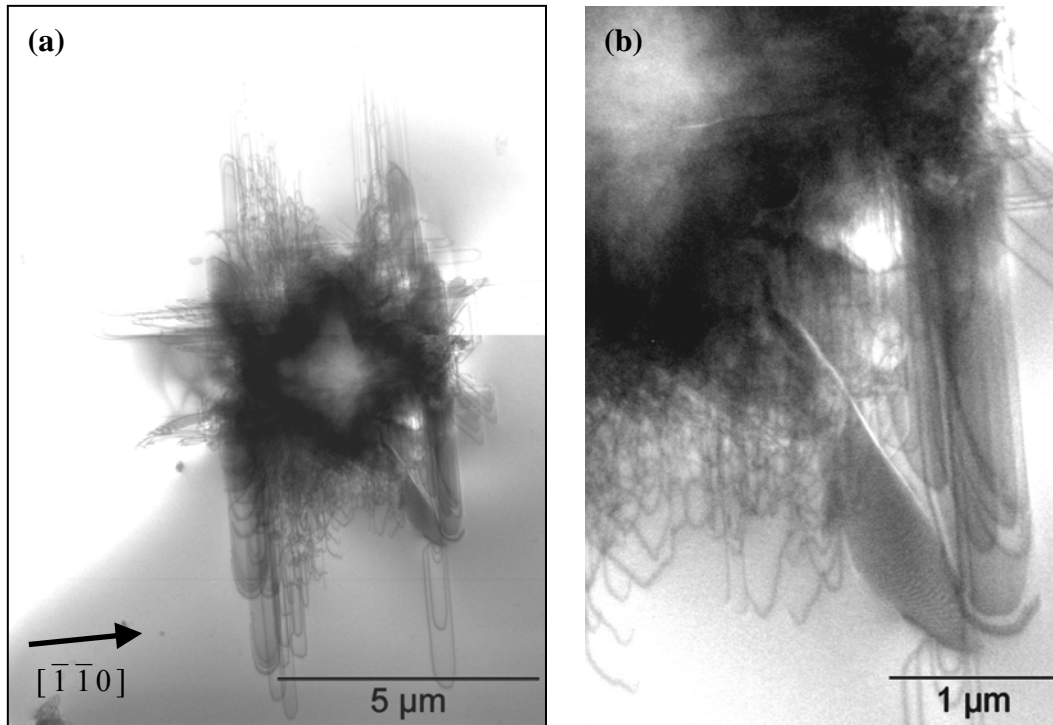


Abb. 6.1.3. Vickers-Indentierung mit einer Prüfkraft von 40 mN in Tellur-dotiertes GaAs, TEM-Hellfeld-Aufnahme im Vielstrahlfall.

Der E-Riss in Abbildung 6.1.3 entspringt einem Gebiet hoher Versetzungsdichte nahe der Indentierung, in dem sich zwei oberflächenparallele Versetzungsarme überlagern. Eine Ausbreitung von Versetzungen über die Rissebene hinaus findet nicht statt, so dass die anliegenden Versetzungsarme verkürzt sind. An der Risspitze treten vier Versetzungsschleifen auf, die eine weitere Ausbreitung des Risses behindern könnten.

Die TEM-Aufnahmen von A-Rissen und B-Rissen deuten auf eine Riskeimbildung aufgrund von Versetzungen des Volumengleitsystems unterhalb der Indentierung hin, wohingegen eine Beteiligung von oberflächenparallelen Versetzungsarmen ausgeschlossen werden kann. Die Bildung von E-Rissen findet an der Indentierung nahe der Oberfläche in einem Bereich statt, in dem sich zwei oberflächenparallele Versetzungsarme unterschiedlichen Typs (α und β) überlagern. In den TEM-Aufnahmen wurden Wechselwirkungen zwischen diesen Versetzungsarmen und zur Oberfläche geneigten Rissen nachgewiesen. Die Riskeimbildung von E-Rissen wird daher Versetzungsprozessen von oberflächenparallelen Versetzungsarmen zugeordnet.

Riskeimbildung in (001)-GaAs

In GaAs kommen vollständige Versetzungen mit einem Burgers-Vektor von $\frac{a}{2} \langle 110 \rangle$ sowie deren aufgespalteten Versetzungen vor. Damit sind Burgers-Vektoren in zwölf verschiedenen Richtungen möglich, von denen im Fall der Deformation von (001)-GaAs acht Richtungen auftreten. Zur Untersuchung der möglichen Versetzungsreaktionen $\mathbf{b}_1 + \mathbf{b}_2 = \mathbf{b}_3$ werden vollständige 60°-Versetzungen betrachtet (Tab. 6.1.1). Die Reaktionen teilen sich in drei Gruppen auf: 1. \mathbf{b}_1 und \mathbf{b}_2 parallel zur Oberfläche, 2. \mathbf{b}_1 parallel und \mathbf{b}_2 geneigt zur Oberfläche sowie 3. \mathbf{b}_1 und \mathbf{b}_2 geneigt zur Oberfläche. Die Auswertung erfolgt gemäß der Energien $E_1(\mathbf{b}_1, \mathbf{b}_2)$ und $E_2(\mathbf{b}_3)$ der betreffenden Versetzungen. Die Fälle $\mathbf{b}_1 = \mathbf{b}_2$ (0°, $E = 2a^2$) sowie $\mathbf{b}_1 = -\mathbf{b}_2$ (180°, $E = 0$) werden in der Tabelle nicht aufgeführt.

Nr.	\mathbf{b}_1 , Typ	\mathbf{b}_2 , Typ	Winkel	\mathbf{b}_3	E_1	E_2
1a	$\frac{a}{2}[110]$, α	$\frac{a}{2}[1\bar{1}0]$, β	90°	$\frac{a}{2}[200]$	a^2	a^2
2a	$\frac{a}{2}[110]$, α	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$, α, β	60°	$\frac{a}{2}[21\bar{1}]$	a^2	$1,5a^2$
2b	$\frac{a}{2}[1\bar{1}0]$, β	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$, α, β	60°	$\frac{a}{2}[2\bar{1}\bar{1}]$	a^2	$1,5a^2$
2c	$\frac{a}{2}[110]$, α	$\frac{a}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$, α, β	120°	$\frac{a}{2}[01\bar{1}]$	a^2	$0,5a^2$
2d	$\frac{a}{2}[1\bar{1}0]$, β	$\frac{a}{2}[\bar{1}0\bar{1}]$, α, β	120°	$\frac{a}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$	a^2	$0,5a^2$
3a	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$, α, β	$\frac{a}{2}[01\bar{1}]a/2$, α, β	60°	$\frac{a}{2}[11\bar{2}]$	a^2	$1,5a^2$
3b	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$, α, β	$\frac{a}{2}[\bar{1}0\bar{1}]a/2$, α, β	90°	$\frac{a}{2}[00\bar{2}]$	a^2	a^2

Tab. 6.1.1. Versetzungsreaktionen an Indentierungen in (001)-GaAs.

Die Reaktion von Versetzungen aus zwei benachbarten und oberflächenparallelen Versetzungsarmen ist unter Nr. 1a aufgeführt (α und β). Diese Reaktion führt zu keiner Energieänderung ($E_1 = E_2$), doch die räumliche Wechselwirkung ist bei Indentierungen in 0°-Orientierung hoch. Wechselwirkungen dieser Versetzungsarme sowie eine anschließende Rissausbreitung wurden mittels TEM abgebildet (Abb. 6.1.2, Abb. 6.1.3).

Die 60°-Versetzungen der zur Oberfläche geneigten Arme weisen je nach ihrer Lage innerhalb eines Versetzungsarms einen α -Typ oder β -Typ auf (Abb. 2.2.5). Diese Versetzungen können mit Versetzungen vom α -Typ (Nr. 2a) oder β -Typ (Nr. 2b) reagieren. Die Reaktionen führen jedoch zu einer Energieerhöhung, so dass die resultierende Versetzung nicht stabil ist und diese Reaktion unwahrscheinlich ist. Auch die Wahrscheinlichkeit der räumlichen Wechselwirkung in Nr. 2a, b ist geringer als in Nr. 1a, da eine 60°-Versetzungen (\mathbf{b}_1) nahe der Oberfläche liegt (oberflächenparalleles Gleitsystem) die andere 60°-Versetzung hingegen deutlich unterhalb der Oberfläche (Volumengleitsystem). Die Reaktionen gemäß Nr. 2c und 2d führen zwar zu einem Energiegewinn, doch die räumliche Überlagerung ist aufgrund des großen Winkels von 120° zwischen \mathbf{b}_1 und \mathbf{b}_2 geringer, so dass diese Reaktionen sehr unwahrscheinlich sind.

Die Burgers-Vektoren der Versetzungen in 3a schließen einen Winkel von 60° ein. Eine räumliche Überlagerung direkt unterhalb einer Indentierung ist wahrscheinlich, doch da die resultierende Versetzung zu einer Energiezunahme führen würde, ist die Wahrscheinlichkeit einer Versetzungsreaktion wie in Nr. 1a gering. Stattdessen würden die Versetzungen einander abstoßen. Im Gegensatz dazu führt die Reaktion in 3b zu keiner Energieänderung, so dass die Reaktion möglich ist, doch die räumliche Überlagerung dieser Versetzungen ist so gering, dass auch diese Reaktion unwahrscheinlich ist.

Die Betrachtung von Versetzungsreaktionen gemäß der Tabelle zeigt, wie die Energie der resultierenden Versetzung mit zunehmendem Winkel zwischen \mathbf{b}_1 und \mathbf{b}_2 abnimmt. Gleichzeitig nimmt aber die räumliche Überlagerung ab, so dass Versetzungsreaktionen mit zunehmendem Winkel unwahrscheinlicher werden. In Hinblick auf die räumliche Überlagerung sind die Reaktionen 1a und 3a am wahrscheinlichsten. Die Reaktion 1a ist wegen der unveränderten Energie im Fall von vollständigen Versetzungen auch aus energetischer Sicht möglich. Die Reaktion 3a führt zu einer Energieerhöhung, so dass die Reaktion selbst unwahrscheinlich ist. Die Abstoßung zwischen diesen Versetzungen kann jedoch zum Aufstauen von weiteren Versetzungen und damit zur Bildung von Risskeimen führen.

Im Fall von aufgespalteten Versetzungen führt die Reaktion 1a zu einem Energiegewinn. Dazu werden zwei Versetzungsschleifen A und B aus zwei benachbarten, oberflächenparallelen Versetzungszweigen in einem Winkel von 90° betrachtet. Die Versetzungen der Schleife A liegen auf einer $(1\bar{1}\bar{1})$ -Ebene mit $\mathbf{b} = \frac{a}{2}[110]$ und die der Schleife B auf einer $(11\bar{1})$ -Ebene mit $\mathbf{b} = \frac{a}{2}[1\bar{1}0]$. Die Segmente der 60° -Versetzungen weisen gemäß dem Modell nach Warren den gleichen Linienvektor von $[101]$ auf. TEM-Untersuchungen haben gezeigt, dass diese Versetzungen auch im aufgespalteten Zustand vorliegen. Die vollständigen 60° -Versetzungen spalten in diesem Fall in eine 30° - und eine 90° -Partialversetzung auf:

$$\frac{a}{2}[110] \rightarrow \frac{a}{6}[211] + \frac{a}{6}[12\bar{1}] \quad \text{und} \quad \frac{a}{2}[1\bar{1}0] \rightarrow \frac{a}{6}[2\bar{1}1] + \frac{a}{6}[1\bar{2}\bar{1}]. \quad (6.1.1)$$

Die beiden 90° -Partialversetzungen können dann zu einer weiteren Versetzung reagieren:

$$\frac{a}{6}[12\bar{1}] + \frac{a}{6}[1\bar{2}\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{3}[10\bar{1}]. \quad (6.1.2)$$

Die resultierende Versetzung ist demnach eine Stufenversetzung mit einem Linienvektor $[101]$, einem unvollständigen Burgers-Vektor $\frac{a}{6}[20\bar{2}]$ und einer Gleitebene (010) . Die energetische Betrachtung in Tabelle 6.1.2 zeigt die Energieänderung aufgrund dieser Versetzungsreaktionen.

Nr.	\mathbf{b}	E_1	E_{ges}
1	$\frac{a}{2}[110], \frac{a}{2}[1\bar{1}0]$	$2 \cdot \frac{1}{2} a^2$	a^2
2	$\frac{a}{6}[211], \frac{a}{6}[12\bar{1}], \frac{a}{6}[2\bar{1}1], \frac{a}{6}[1\bar{2}\bar{1}]$	$4 \cdot \frac{1}{6} a^2$	$\frac{2}{3} a^2$
3	$\frac{a}{6}[211], \frac{a}{6}[2\bar{1}1], \frac{a}{3}[10\bar{1}]$	$2 \cdot \frac{1}{6} a^2 + \frac{2}{9} a^2$	$\frac{5}{9} a^2$

Tab. 6.1.2. Energieänderung durch die Versetzungsreaktionen (vgl. Tab. 6.1.1, Nr. 1a).

Die beiden vollständigen 60° -Versetzungen haben zusammen eine Energie $E_1 = a^2$. Nach der Aufspaltung beträgt die Energie der vier Partialversetzungen $E_2 = \frac{2}{3} a^2$. Die Reaktion der beiden 90° -Partialversetzungen führt zu einer Energieabsenkung der resultierenden Versetzungen auf $\frac{5}{9} a^2$. Diese Versetzungsreaktionen weisen aus energetischer Sicht eine hohe Wahrscheinlichkeit auf, da durch diese Prozesse die Energie der beteiligten Versetzungen nahezu halbiert wird. Die Versetzung mit dem Burgers-Vektor von $\frac{a}{6}[20\bar{2}]$ ist auf keiner der beiden ursprünglichen Gleitebenen beweglich. Außerdem bindet diese Versetzung die Stapelfehler zwischen den Partialversetzungen und stellt damit ein Hindernis für die Ausbreitung von weiteren Versetzungen dar. Ein weiteres Auflaufen von Versetzungen würde dann zur Bildung eines Risskeims nach dem Cottrell-Modell führen. Durch den Ort der Versetzungsreaktionen in der Überlagerung von zwei oberflächenparallelen Versetzungs-

armen sind diese Risskeime den E-Rissen zuzuordnen. Auf die Risskeimbildung durch Versetzungsreaktionen würde dann die Rissausbreitung aufgrund mechanische Spannungen folgen.

Der Prozess 3a aus Tabelle 6.1.1 weist eine hohe Wahrscheinlichkeit für eine räumliche Überlagerung der beteiligten Versetzungen auf, doch die Reaktion von vollständigen 60° -Versetzungen würde zu einer Energiezunahme führen ($E_1 = a^2$, $E_2 = 1,5 a^2$). Daher wird auch für diesen Fall eine energetische Betrachtung der aufgespalteten Versetzungen durchgeführt (Versetzung 1: $\mathbf{b} = \frac{a}{2}[10\bar{1}]$, $\mathbf{l} = [110]$, Gleitebene: $(1\bar{1}1)$, Versetzung 2: $\mathbf{b} = \frac{a}{2}[01\bar{1}]$, $\mathbf{l} = [110]$, Gleitebene: $(\bar{1}11)$).

Nr.	\mathbf{b}	E_1	E_{ges}
1	$\frac{a}{2}[10\bar{1}], \frac{a}{2}[01\bar{1}]$	$2 \cdot \frac{1}{2} a^2$	a^2
2	$\frac{a}{6}[21\bar{1}], \frac{a}{6}[1\bar{1}\bar{2}], \frac{a}{6}[12\bar{1}], \frac{a}{6}[\bar{1}1\bar{2}]$	$4 \cdot \frac{1}{6} a^2$	$\frac{2}{3} a^2$
3	$\frac{a}{6}[21\bar{1}], \frac{a}{6}[12\bar{1}], \frac{a}{6}[00\bar{4}]$	$2 \cdot \frac{1}{6} a^2 + \frac{4}{9} a^2$	$\frac{7}{9} a^2$

Tab. 6.1.3. Energieänderung durch die Versetzungsreaktionen (vgl. Tab. 6.1.1 Nr. 3a).

Die Aufspaltung in Partialversetzungen führt wie bei der Reaktion 1a zu einer Verringerung der Energie von $E_1 = a^2$ zu $E_2 = \frac{2}{3} a^2$. Die beiden 90° -Partialversetzungen mit $\mathbf{b}_4 = \frac{a}{6}[1\bar{1}\bar{2}]$ und $\mathbf{b}_6 = \frac{a}{6}[\bar{1}1\bar{2}]$ würden zu einer Versetzung mit $\mathbf{b}_7 = \frac{a}{6}[00\bar{4}]$ reagieren, doch durch die damit verbundene Energieerhöhung ist diese Reaktion unwahrscheinlich. Stattdessen würden sich die Versetzungen gegenseitig abstoßen und dadurch ein Hindernis für die weitere Ausbreitung darstellen. Laufen weitere Versetzungen auf das Hindernis auf, könnte dies zur Entstehung von Risskeimen durch die gegenseitige Abstoßung von Versetzungen führen.

Nach der Diskussion der Energie von Versetzungsreaktionen soll nun die räumliche Lage der Versetzungen und Risskeime an Indentierungen betrachtet werden. Zunächst wird die Reaktion von zwei 60° -Versetzungen aus zwei oberflächenparallelen Versetzungsarmen betrachtet, die zur Bildung einer Lomer-Cottrell-Versetzung führt. Versetzungen können sich auf verschiedenen Gleitebenen aufeinander zu bewegen und miteinander reagieren (Abb. 6.1.4). Die Reaktion von aufgespalteten Versetzungen führt zu einer Verringerung der Energie, wohingegen im Fall von vollständigen Versetzungen keine Energieänderung auftritt (Tab. 6.1.2).

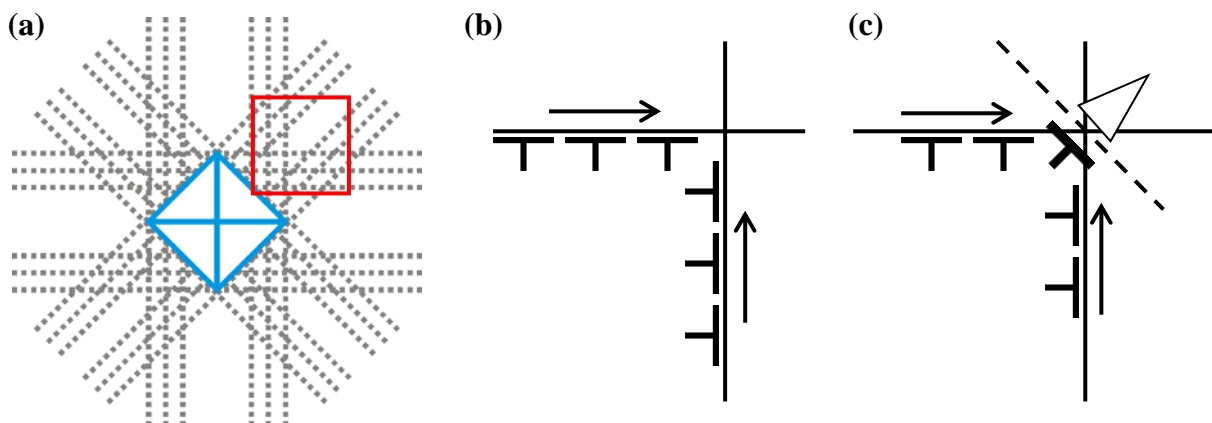


Abb. 6.1.4. Reaktionen von Versetzungen an einer Indentierung in (001) GaAs, (a) Schnittprozesse zwischen zwei oberflächenparallelen Versetzungsarmen in (110) -Richtung und $(1\bar{1}0)$ -Richtung (rotes Quadrat), (b) Bewegung von 60° -Versetzungen auf zwei verschiedenen Gleitebenen (Ansicht der Stufenanteile), (c) Reaktion von zwei Versetzungen zu einer unbeweglichen Lomer-Cottrell-Versetzung und Bildung eines Risskeims.

In beiden Fällen ist die Reaktion zu einer Lomer-Cottrell-Versetzung möglich, die auf keiner der ursprünglichen Gleitebenen beweglich ist (Abb. 6.1.4.b). Durch das Auflaufen von weiteren Versetzungen auf dieses Hindernis kann ein Risskeim dort entstehen, wo die Gitterebenen entlang der Versetzungslinie enden (Abb. 6.1.4.c). Aufgrund der hohen kompressiven Spannung nahe der Indentierung findet die anschließende Rissausbreitung bevorzugt an diesen Risskeimen statt. Die so entstehenden Risse sind aufgrund ihrer räumlichen Lage zwischen zwei oberflächenparallelen Versetzungsarmen den E-Rissen zuzuordnen.

Unterhalb der Indentierung überschneiden sich Versetzungsarme der Volumengleitsysteme (Abb. 6.1.5.a). Am größten ist die räumliche Überlagerung bei Versetzungsschleifen, die einen Winkel von 60° einschließen und auf verschiedenen Gleitebenen liegen. Die führenden 60° -Versetzungen sind in diesem Fall in einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung parallel zur (001)-Oberfläche orientiert. Die möglichen Versetzungsreaktionen würden zu einer Energieerhöhung führen, so dass eine Reaktion unwahrscheinlich ist (Tab. 6.1.3). Stattdessen würden sich die Versetzungen gegenseitig abstoßen und aus diesem Grund ein Hindernis für die weitere Ausbreitung darstellen (Abb. 6.1.5.b). Das Aufstauen von Versetzungen an diesem Hindernis kann durch die Abstoßung zwischen den Versetzungen zur Bildung eines Risskeims führen (Abb. 6.1.5.c). Die Gleitebenen der Versetzungen weisen die gleiche Polarität auf, so dass jeweils Versetzungen vom gleichen Typ (α bzw. β) aufeinander treffen. In undotiertem und n-dotiertem GaAs ist die Beweglichkeit von α -Versetzungen in $\pm [110]$ -Richtung höher als die von β -Versetzungen in $\pm [1\bar{1}0]$ -Richtung, so dass zunächst Risskeime durch α -Versetzungen und anschließend durch β -Versetzungen entstehen würden. Durch die spiegelbildliche Symmetrie der Versetzungsanordnung entstehen Risskeime dieser Art bevorzugt unterhalb der Indentierung entlang einer $(1\bar{1}0)$ -Ebene (α -Versetzungen, A-Risse) oder einer (110)-Ebene (β -Versetzungen, B-Risse).

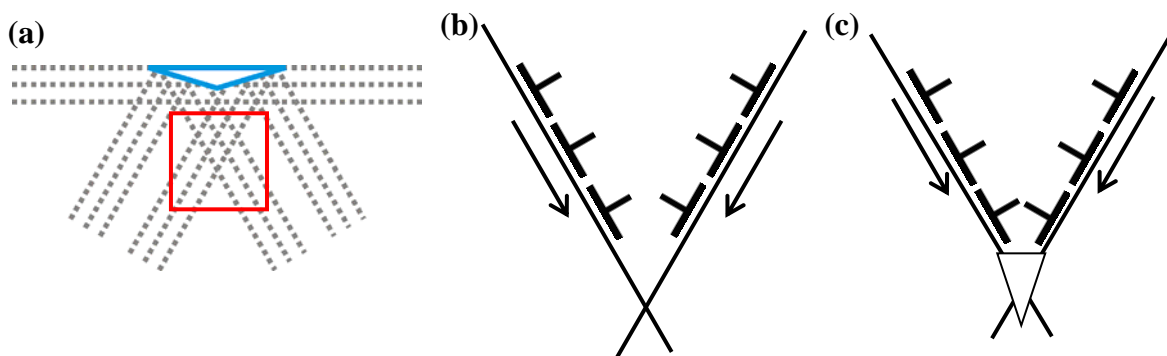


Abb. 6.1.5. Wechselwirkungen von Versetzungen an einer Indentierung in (001)-GaAs, Schematische Darstellung im Querschnitt, (a) Schnittprozesse zwischen zwei Versetzungsarmen der Volumengleitsysteme in $(10\bar{1})$ -Richtung und $(01\bar{1})$ -Richtung (rotes Quadrat), (b) Bewegung von 60° -Versetzungen auf zwei verschiedenen Gleitebenen (Ansicht der der Stufenanteile), Bildung eines Risskeims durch Abstoßung von Versetzungen.

Die unterschiedlichen Rissarten an Indentierungen in (001)-GaAs können verschiedenen Versetzungen und deren Wechselwirkungen zugeordnet werden. A-Risse werden Reaktionen von α -Versetzungen des Volumengleitsystems zugeordnet und B-Risse Reaktionen von β -Versetzungen. Die höhere Beweglichkeit von α -Versetzungen führt nach diesen Modellen zu einer höheren Häufigkeit von A-Rissen im Vergleich zu B-Rissen. E-Rissen werden der Reaktion von α -Versetzungen und β -Versetzungen aus oberflächenparallelen Versetzungsarmen zugeordnet.

6.2 Wechselwirkungen zwischen Versetzungen und Rissen in GaN

Risskeimbildung in (0001)-GaN

Versetzungen können während ihrer Ausbreitung miteinander in Wechselwirkung treten, [Boh95]. Zwischen Versetzungen auf benachbarten Versetzungsarmen mit einem **a**-Typ Burgers-Vektor sind drei Arten von Wechselwirkungen möglich: 1. Der Schnitt von zwei Schraubenversetzungen, 2. Der Schnitt von einer Schraubenversetzung und einer Stufenversetzung und 3. Die Wechselwirkung zwischen zwei Stufenversetzungen (Abb. 6.2.1, vgl. [Hul84, Rat11b]).

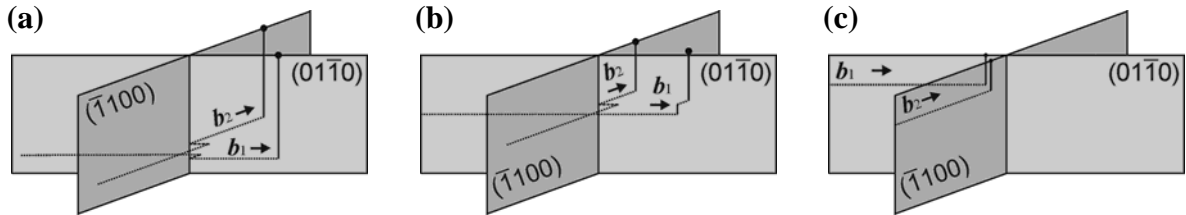


Abb. 6.2.1. Wechselwirkungen zwischen **a**-Typ-Versetzungen in benachbarten Versetzungsarmen an einer Vickers-Indentierung in (0001)-GaN, (a) zwei Schraubenversetzungen, (b) Schraubenversetzungen und Stufenversetzung und (c) zwei Stufenversetzungen.

Der Schnitt von zwei **a**-Typ-Schraubenversetzungen führt zu Stufen auf beiden Versetzungen, die einen 60° -Charakter aufweisen (Abb. 6.2.1.a, [Boh95, Rat11b]). Die führenden Stufensegmente sind davon nicht betroffen. Der Schnitt von einzelnen Versetzungen ergibt elementare Stufen, wogegen der Schnitt von Versetzungsbändern Stufen mit einer Höhe von mehreren Burgers-Vektoren erzeugt. Diese Stufen können sich entlang der Schraubenversetzungen bewegen, aber eine Bewegung in **c**-Richtung ist nur durch Klettern möglich. Bewegen sich die Schraubenversetzungen in **c**-Richtung, bleiben die Stufen zurück und können im weiteren Verlauf Defekte erzeugen. Elementare Stufen führen zu Punktdefekten, und größere Stufen können prismatische Ringe erzeugen. Die führenden Stufensegmente können sich jedoch weiter ungehindert entlang der **a**-Richtungen auf den **m**-Gleitebenen ausbreiten.

Der Schnitt einer Stufenversetzung und einer Schraubenversetzung führt auf beiden Versetzungen zu Stufen mit einem 60° -Charakter (Abb. 6.2.1.b). Das Verhalten einer Stufe auf einer Schraubenversetzung wurde bereits beschrieben (vgl. Abb. 6.2.1.a). Die Stufe im Verlauf der Stufenversetzung ist in **a**-Richtung leicht beweglich, breitet sich in **c**-Richtung aber lediglich durch Klettern aus. Auch in diesem Fall sind die führenden Stufensegmente weiterhin beweglich.

Die Burgers-Vektoren von **a**-Typ-Stufenversetzungen ($\mathbf{b}_1 = \mathbf{a}_1$, $\mathbf{b}_2 = \mathbf{a}_2$) aus benachbarten Versetzungsarmen schließen einen Winkel von 60° ein (Abb. 6.2.1.c). Die Reaktion von diesen beiden Versetzungen würde zu einem Burgers-Vektor von $\mathbf{b}_3 = \mathbf{a} \cdot \langle 1\bar{1}00 \rangle$ führen. Nach dem Energiekriterium $E \sim \mathbf{b}^2$ für Versetzungen ist die resultierende Versetzung nicht stabil, da $\mathbf{b}_1^2 + \mathbf{b}_2^2 = 2 \cdot \mathbf{a}^2$ aber $\mathbf{b}_3^2 = 3 \cdot \mathbf{a}^2$ ist und führt dadurch zu repulsiven Kräften zwischen den Stufenversetzungen. Laufen weitere Versetzungen in diese Richtung, so kann dies zu einem Aufstau von Versetzungen führen.

Radialrisse in (0001)-GaN

Radialrisse an Indentierungen in (0001)-GaN werden durch verschiedene Einflüsse bestimmt, wie die Form und die Orientierung des Indenters, die Spaltebenen, die mechanischen Spannungen in Umgebung des Indenters, sowie Wechselwirkungen zwischen Versetzungen. An Vickers-Indentierungen in (0001)-GaN treten drei Arten von Radialrissen auf: 1. Risse in **a**-Richtung und 2. Risse in **m**-Richtung sowie 3. kristallographisch nicht streng orientierte Risse. In Abbildung 6.2.2 sind Detailaufnahmen von Rissen und Versetzungen von Vickers-Indentierungen gegenüber gestellt und mögliche Versetzungsprozesse diskutiert.

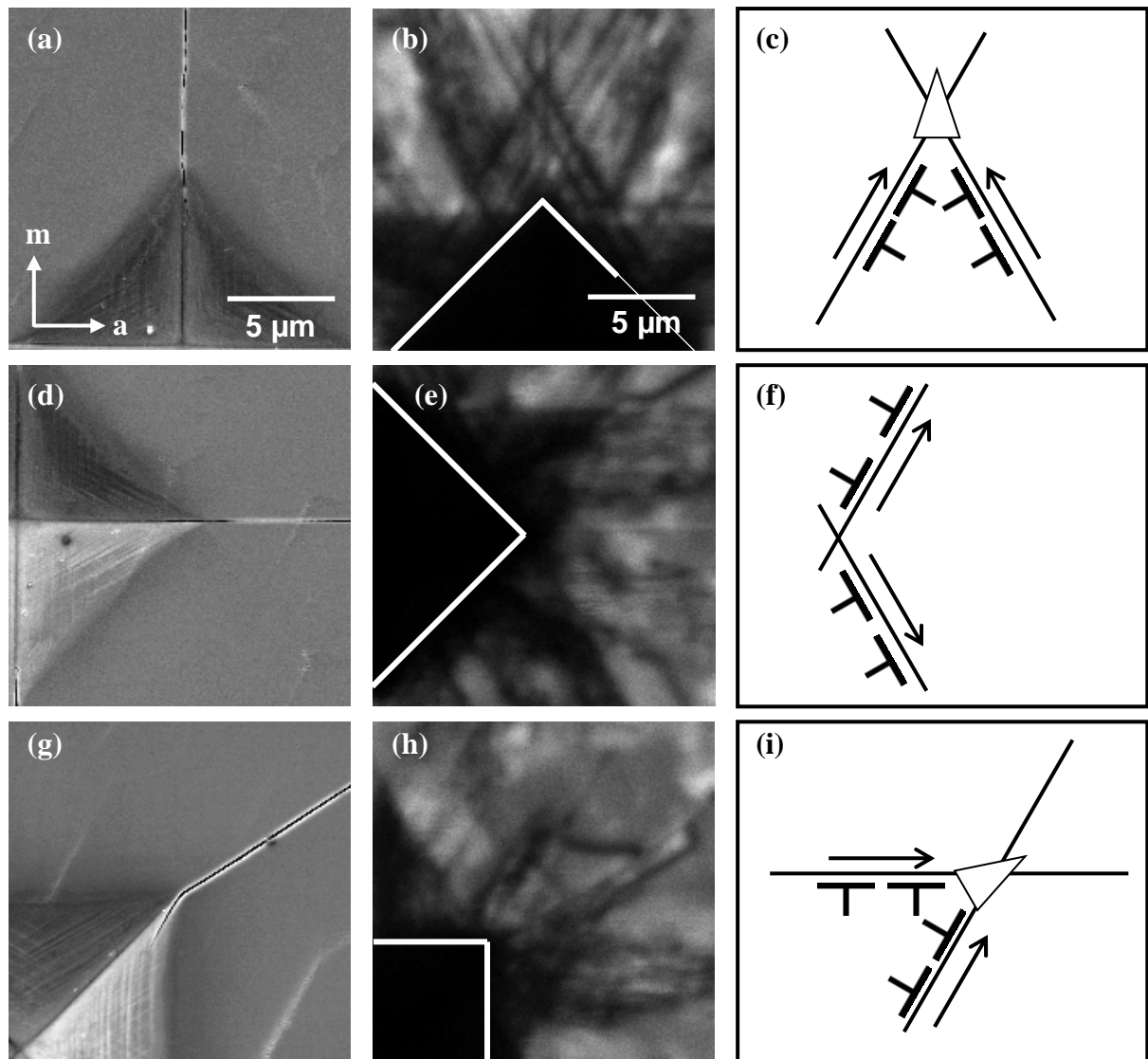


Abb. 6.2.2. Rissbildung und Versetzungsprozesse an Vickers-Indentierungen in (0001)-GaN, 1. Spalte: SE-Bilder, 2. Spalte: KL-Aufnahmen, 3. Spalte: Schemata von Versetzungen, Gleitebenen und Risskeimen, (a, b, c) Radialrisse entlang einer **m**-Richtung an einer Indentierung in 0°-Orientierung, (d, e, f) Radialrisse entlang einer **a**-Richtung an einer Indentierung in 45°-Orientierung, (g, h, i) kristallographisch nicht streng orientierte Radialrisse an einer Indentierung der 45°-Serie.

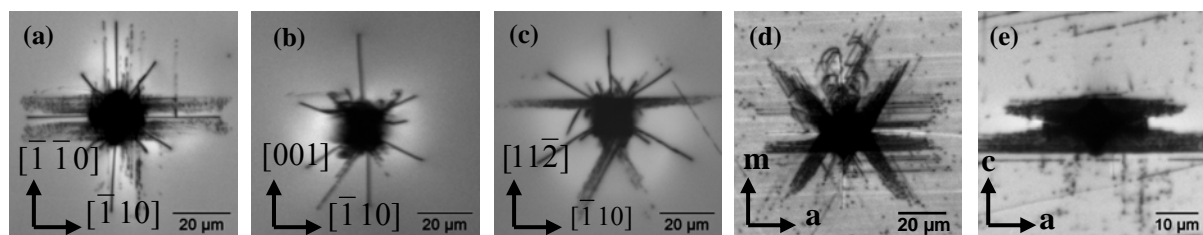
An Vickers-Indentierungen in 0° -Orientierung breiten sich Risse entlang der Indenterdiagonalen in **m**-Richtung und in **a**-Richtung aus. Im Fall der **m**-Richtung breiten sich die Risse außerhalb der Spaltebenen in einer Richtung aus, in der sich zwei benachbarte Versetzungsarme überlagern (Abb. 6.2.2.a, b). Die Versetzungsschleifen bestehen aus Schraubenversetzungen entlang einer **a**-Richtung, die in ein führendes Segment mit einer **a**-Typ Stufenversetzung übergehen. Die Burgers-Vektoren von benachbarten Versetzungsarmen sind in einem Winkel von 60° zueinander orientiert. Daher treten repulsive Kräfte zwischen den **a**-Typ Stufenversetzungen auf. Zudem können Schnittprozesse zwischen den Versetzungsschleifen auftreten. Laufen weitere Versetzungen auf diese Hindernisse auf, kann dies zum Aufstauen von Versetzungen und der Bildung eines Risskeims führen (Abb. 6.2.2.c). Risse in **a**-Richtung verlaufen in einer Spaltebene zwischen zwei Versetzungszweigen eines Arms (Abb. 6.2.2.d, e). Im Bereich des Risses ist die Wahrscheinlichkeit der räumlichen Überlagerung von Versetzungen nahe der Oberfläche gering (Abb. 6.2.2.f). Mögliche Risskeime könnten jedoch durch Schnittprozesse von Versetzungsschleifen in **a**-Richtung oder in **n**-Richtung unter der Oberfläche entstehen. Die anschließende Rissausbreitung findet dann innerhalb der Spaltebene statt.

Risse an Vickers-Indentierungen in 45° -Orientierung sind kristallographisch nicht streng orientiert. Sie weichen sowohl von der Richtung der Indenterdiagonalen als auch von der **a**-Richtung und der **m**-Richtung ab. Diese Risse breiten sich außerhalb der Spaltebenen in einer Richtung aus, in der sich zwei benachbarte Versetzungsarme überlagern (Abb. 6.2.2.g, h). Dies kann zur Bildung von Risskeimen aufgrund von Schnittprozessen und der Abstoßung zwischen **a**-Typ Stufenversetzungen führen (Abb. 6.2.2.i).

Die richtungsabhängige Risshäufigkeit in Verbindung mit der vergleichbaren Größe von vollständig ausgeprägten Rissen bestätigt das Modell der Rissbildung, gemäß dem die Risskeimbildung durch Versetzungsprozesse hervorgerufen wird und die anschließende Rissausbreitung durch mechanische Spannungen in der Umgebung der Indentierung erfolgt.

6.3 Vergleich der Eigenschaften von GaAs und GaN

In den Experimenten dieser Dissertation wurden (001)-GaAs, (110)-GaAs und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs sowie (0001)-GaN und $(1\bar{1}00)$ -GaN untersucht. Diese Messungen ermöglichen den Vergleich von GaN (Wurtzit-Struktur) und GaAs (Zinkblende-Struktur). Die Indentierungsexperimente an $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs und (001)-GaAs wurden an polierten Wafern durchgeführt. Zur Untersuchung von (110)-GaAs wurden GaAs-Wafer entlang der $\{110\}$ -Spaltebenen gebrochen. Die Proben ließen sich leicht spalten und es entstanden weitestgehend ebene Spaltflächen, auf denen vollständige Indentierungsserien durchgeführt werden konnten. Eine Präparation mittels Sägen und Schleifen war daher nicht nötig. Die Messungen an (0001)-GaN wurden an der gewachsenen Oberfläche von freistehenden GaN-Kristallen durchgeführt. Für die Untersuchung $(1\bar{1}00)$ -GaN wurden zwei verschiedene Methoden der Probenpräparation eingesetzt: 1. das Spalten von Kristallen und 2. die mechanische Präparation mittels Sägen, Schleifen und Polieren. Das Spalten von GaN führte zu einer hohen Rauigkeit der entstandenen Spaltflächen, wodurch nur wenige ebene Bereiche ausreichender Größe für Indentierungen entstanden. Die mechanische Präparation der $(1\bar{1}00)$ -Ebene zeigte eine geringere Oberflächenrauigkeit. In Abbildung 6.3.1. sind KL-Aufnahmen von Versetzungen sowie die untersuchten mechanischen Eigenschaften von GaAs und GaN gegenübergestellt.



Material	H_v (1 N) GPa	Versetzungs- arme nahe OF	Rissarten	Bevorzugte Rissbildung
(001) GaAs	$5,86 \pm 0,09$	4	A, B, E	Spaltebenen
(110)-GaAs	$6,27 \pm 0,09$	6	C, E	Spaltebenen
$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs	$5,64 \pm 0,07$	6	A, B	Spaltebenen
(0001)-GaN	$12,17 \pm 0,16$	6	radial, lateral	Indenterdiag.
$(1\bar{1}00)$ -GaN	$11,08 \pm 0,22$	2	radial, lateral	komplex

Abb. 6.3.1. Vergleich der Eigenschaften von GaAs und GaN. (a) (111) -GaAs, (b) (110) -GaAs, (c) (001) -GaAs, (d) (0001) -GaN, (e) (1100) -GaN sowie die mechanischen Eigenschaften.

In GaAs findet die Ausbreitung von Versetzungen in den zwölf $\langle 110 \rangle$ -Richtungen statt. In (001)-GaAs sind Versetzungsrosetten bestehend aus vier Armen sichtbar, die parallel zur Oberfläche verlaufen und einen Winkel von jeweils 90° einschließen (Abb. 6.3.1.a). Zusätzlich treten vier weitere Arme auf, die in den Kristall gerichtet sind. Im Fall von (110)-GaAs treten vier Versetzungsarme auf, die einen Winkel von 71° bzw. 109° einschließen (Abb. 6.3.1.b). Diese Versetzungsarme sind gegenüber der Oberfläche um einen geringen Winkel geneigt. Die oberflächenparallelen Versetzungsarme entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen sind nur ansatzweise sichtbar. Der Versetzungsarm in $[110]$ -Richtung liegt direkt unterhalb der Indentierung senkrecht zur Oberfläche, so dass er in den KL-Aufnahmen der Oberfläche nicht sichtbar ist. In KL-Aufnahmen von $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs wurde die

Ausbreitung entlang von sechs Versetzungsarmen parallel zur Oberfläche beobachtet (Abb. 6.3.1.c). Die drei Versetzungsarme der Volumengleitsysteme waren an der Oberfläche nicht sichtbar. Die (110)-Orientierung zeigt die höchste Vickers-Härte wobei der Wert 9,9 % größer ist als von $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs und 4,0 % größer als von (001)-GaAs.

Die TEM-Untersuchungen von Indentierungen in (0001)-GaN zeigen, dass die Ausbreitung von Versetzungen in GaN in 18 verschiedenen Richtungen möglich ist (sechs **a**-Richtungen in der (0001)-Ebene und je sechs **n**-Richtungen unterhalb und oberhalb der (0001)-Ebene). In den KL-Aufnahmen von Indentierungen in (0001)-GaN sind sechs oberflächenparallele Versetzungsarme sichtbar. Im Gegensatz dazu sind im Fall von $(1\bar{1}00)$ -GaN nur zwei Versetzungsarme sichtbar. Für die $(1\bar{1}00)$ -Ebene des Kristalls wurde eine Vickers-Härte von $(11,08 \pm 0,22)$ GPa ermittelt. Damit ist die Härte der $(1\bar{1}00)$ -Fläche geringer als die der (0001)-Oberfläche mit $(12,17 \pm 0,16)$ GPa. Die Unterschiede der Härte von 9,0 % spiegeln sich in der Versetzungsanordnung wieder. GaAs weist eine deutlich geringere Härte auf als GaN. Zudem zeigt GaN einen stärkeren Orientierungseinfluss der Härte [Kuc00].

In (001)-GaAs treten Risse bevorzugt in den Spaltebenen senkrecht zur Oberfläche auf. Weitere Risse weichen von den Spaltebenen ab und sind zur Oberfläche geneigt. Bei (110)-GaAs treten Risse bevorzugt in Spaltebenen senkrecht zur Oberfläche auf, wobei weitere Risse von den Spaltebenen abweichen. Das Rissssystem von Vickers-Indentierungen in $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs ist durch sechs Radialrisse gekennzeichnet, die sich entlang der Spaltebenen senkrecht zur Oberfläche ausbreiten. Die Rissausbreitung wird zu einem großen Teil durch die Spaltebenen bestimmt.

An Vickers-Indentierungen in (0001)-GaN gehen die Risse von den Ecken der Indentierungen aus, so dass die Rissausbreitung durch die Form und die Orientierung des Indenters bestimmt wird. Im Fall von Berkovich-Indentierungen ist ein Einfluss der Spaltebenen erkennbar, da die Risshäufigkeit entlang der Spaltebenen wahrscheinlicher ist als außerhalb. An Indentierungen in $(1\bar{1}00)$ -GaN tritt ein Teil der Radialrisse bevorzugt entlang der **a**-Richtungen auf. Die anderen Radialrisse zeigen kein klar erkennbares System.

6.4 Versetzungen und Risse bei der Züchtung und mechanischen Bearbeitung von GaN-Kristallen

Wachstumsbedingte Biegung und Rissbildung von GaN-Kristallen

Das Wachstum von GaN-Schichten auf Saphir führt häufig zu einer Krümmung des Schichtsystems GaN-Saphir. Die zunehmende Schichtdicke während des Wachstums führt zu einer höheren Deformation und in den GaN-Schichten können Risse entstehen. Ein Ansatz zur Erklärung der Rissbildung ist die Änderung der Fläche aufgrund der Änderung der Versetzungsdichte. In [Boh95] wird die Biegung von Kristallen bzw. die Rissbildung einer epitaktischen Schicht durch Stufenversetzungen mit \mathbf{l} und \mathbf{b} parallel zur Grenzfläche beschrieben. In den folgenden Betrachtungen wird gezeigt, dass auch die Änderung der Versetzungsdichte in Wachstumsrichtung zur einer Biegung bzw. Rissbildung führen kann. Der Grundprozess der Reduktion der Versetzungsdichte ist die Reaktion benachbarter Versetzungen, wie es in experimentellen Untersuchungen mittels TEM nachgewiesen wurde (siehe Abb. 4.2.1, vgl. [Men11]). Zwei sich annihilierende Stufenversetzungen umschließen eine Kristallebene. In Abbildung 6.4.1 ist die von zwei Stufenversetzungen eingeschlossene Fläche dargestellt.

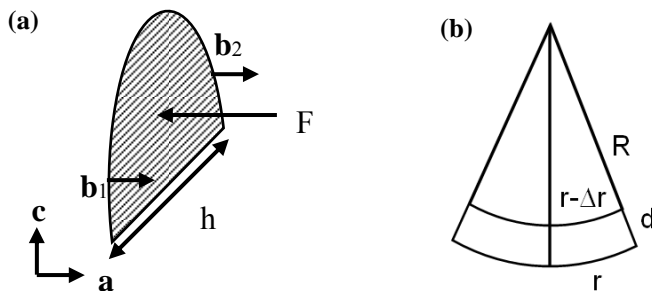


Abb. 6.4.1. (a) Reaktion benachbarter Stufenversetzungen \mathbf{b}_1 und \mathbf{b}_2 während des Wachstums in z -Richtung und Darstellung der eingeschlossenen Fläche F , (b) Biegung eines GaN-Wafers mit den Radien r (Rückseite) und $r - \Delta r$ (Oberfläche), der Schichtdicke d und dem Krümmungsradius R .

Eine Versetzungsreaktion führt zu einer Änderung der Kristallfläche A , die mit Hilfe geometrischer Betrachtungen berechnet werden kann. Zwei Stufenversetzungen mit dem Betrag des Burgers-Vektor b und dem Abstand h schließen eine Kristallfläche $h \cdot b$ parallel zur Wachstumsebene ein, wobei der mittlere Abstand der Versetzungen h gemäß $h = 1 / \sqrt{\rho_D}$ aus der Versetzungsdichte ρ_D berechnet werden kann (Gleichung 6.4.1):

$$h \cdot b = \frac{1}{\sqrt{\rho_D}} \cdot b. \quad (6.4.1)$$

Die Reaktion von Versetzungen führt somit neben der Reduktion der Versetzungsdichte zu einer Änderung der Kristallfläche ΔA_i im Kristallbereich Δz_i . Für eine geringe Änderung der Versetzungsdichte kann ΔA_i gemäß

$$\Delta A_i = \frac{\Delta N}{2} \cdot b \cdot \frac{1}{\sqrt{\rho_D}} \quad (6.4.2)$$

aus der Änderung der Anzahl der Versetzungen ΔN berechnet werden. Mit zunehmender Anzahl von Versetzungsreaktionen nimmt die Versetzungsdichte ab, so dass die Änderung der Versetzungsdichte ρ_D entlang der Wachstumsrichtung z berücksichtigt werden muss. Die

Änderung der Anzahl von Versetzungen ΔN folgt aus der Änderung der Versetzungsdichte $\Delta \rho_D(z)$ im Bereich Δz_i und der Gesamtfläche des Kristalls A :

$$\Delta A_{\text{ges}} = \sum_i \frac{\Delta N_i \cdot b}{2} \cdot \frac{1}{\sqrt{\rho_D(z_i)}} = \sum_i \frac{A \cdot b \cdot \Delta \rho_D(z_i)}{2} \cdot \frac{1}{\sqrt{\rho_D(z_i)}} \quad (6.4.3)$$

Die Gesamte Änderung der Versetzungsdichte kann für $\Delta z_i \rightarrow 0$ und $\Delta \rho_D(z_i) \rightarrow 0$ durch Integration berechnet werden:

$$\Delta A_{\text{ges}} = \int_{z=0}^d \frac{A \cdot b}{2} \cdot \frac{1}{\sqrt{\rho_D(z)}} \cdot d\rho_D = \frac{A \cdot b}{2} \cdot \left[2 \cdot \sqrt{\rho_D(z)} \right]_{z=0}^d = A \cdot b \cdot (\sqrt{\rho_D(d)} - \sqrt{\rho_D(0)})$$

$$\frac{\Delta A}{A} = b \cdot (\sqrt{\rho_D(d)} - \sqrt{\rho_D(0)}) \quad (6.4.4)$$

Die relative Änderung der Kristallfläche $\Delta A/A$ folgt nach Gleichung 6.4.4 aus der Änderung der Versetzungsdichte und dem Betrag des Burgers-Vektors b .

Die Biegung eines GaN-Wafers mit den Radien r (Rückseite) und $r - \Delta r$ (Oberfläche), der Schichtdicke d und dem Krümmungsradius R ist in Abbildung 6.4.1.b schematisch im Querschnitt dargestellt. Aus dem Verhältnis von Krümmungsradius und Wafergröße an der Rückseite des Wafers R/r und der Oberfläche $(R-d)/(r-\Delta r)$ kann die relative Größenänderung des Wafers sowie der Zusammenhang zwischen der Schichtdicke und dem Krümmungsradius berechnet werden:

$$\frac{R}{r} = \frac{R-d}{r-\Delta r} \Leftrightarrow \frac{r-\Delta r}{r} = \frac{R-d}{R} \Leftrightarrow \frac{\Delta r}{r} = \frac{d}{R} \Leftrightarrow R = \frac{r}{\Delta r} d \quad (6.4.5)$$

Der Zusammenhang zwischen der Änderung der Fläche ΔA und der Radius r eines Kristalls

$$\frac{A - \Delta A}{A} = \frac{\pi(r - \Delta r)^2}{\pi r^2} \Leftrightarrow 1 - \frac{\Delta A}{A} = 1 - \frac{2r\Delta r - \Delta r^2}{r^2} \Leftrightarrow \frac{\Delta A}{A} = 2 \frac{\Delta r}{r} \quad (6.4.6)$$

führt zusammen mit den Gleichungen 6.4.5 und 6.4.4 zu:

$$R = \frac{r}{\Delta r} \cdot d = \frac{1}{2} \cdot \frac{A}{\Delta A} \cdot d = \frac{d}{2} \frac{1}{b \cdot (\sqrt{\rho_D(d)} - \sqrt{\rho_D(0)})} \quad (6.4.7)$$

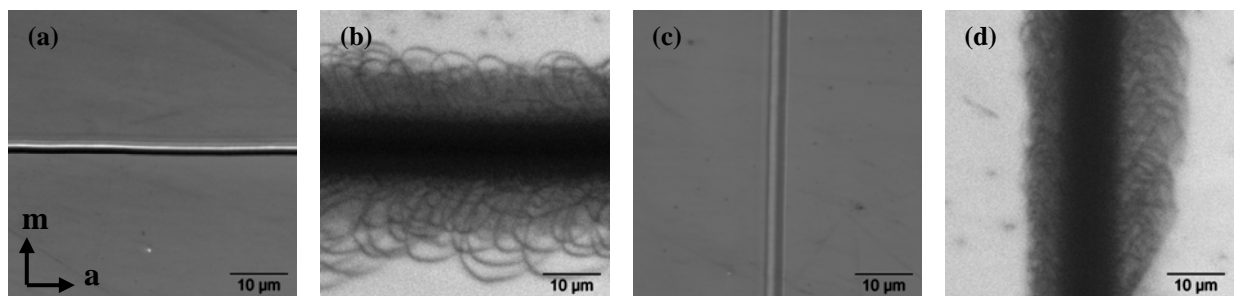
Nach diesem Ansatz folgt der Krümmungsradius eines freistehenden Kristalls aus der Änderung der Versetzungsdichte ρ_D , der Schichtdicke d und dem Betrag des Burgers-Vektors b . Mit typischen Werten eines GaN-Kristalls von $d = 1 \text{ mm}$, $b = 0,32 \text{ nm}$ und $\rho_D(0) = 10^9 \text{ cm}^{-2}$, $\rho_D(d) = 10^6 \text{ cm}^{-2}$ folgt aus Gleichung 6.4.7 ein Krümmungsradius von 51 cm. Gemäß dieser Gleichung ist die anfängliche Versetzungsdichte ausschlaggebend für die spätere Krümmung eines GaN-Kristalls.

Während des Wachstums einer GaN-Schicht auf einem Fremdsbstrat wie Saphir wird die Biegung einer dünnen Schicht zunächst durch das ebene Substrat stark unterdrückt, indem die Schicht verspannt wird. Mit zunehmender Dicke nimmt die Verspannung der Schicht zu und führt so auch zu einer vermehrten Deformation des Substrats. Ist das Deformationsvermögen der Schicht oder des Substrats erschöpft kommt es zur Rissbildung.

Modellexperimente der mechanischen Bearbeitung an GaN-Kristallen

Die Herstellung von Wafern oder Bauelementen aus GaN-Kristallen erfordert mechanische Bearbeitungsprozesse wie Sägen, Läppen, Schleifen oder Polieren. Der Materialabtrag erfolgt durch kleine Partikel eines harten Materials wie z.B. Diamant, Saphir, Siliciumkarbid oder Bornitrid, wobei die Bewegung der Partikel in diesen Prozessen vorwiegend parallel zur Oberfläche stattfindet. Im Bereich des Sprödbruchs erfolgt der Abtrag des Materials durch Bildung und Vernetzung von Mikrorissen.

In den Experimenten dieser Arbeit wurden die Bildung und Ausbreitungen von Versetzungen und Rissen mit Hilfe von Indentierungsexperimenten untersucht, wobei die Bewegung des Indenters senkrecht zur Oberfläche erfolgt. Zum Übertragen der Ergebnisse auf mechanische Bearbeitungsprozesse wurden zusätzlich Ritzexperimente und Untersuchungen an Sägegräben durchgeführt.



*Abbildung 6.4.2. Ritzexperimente auf (0001)-GaN, Vickers-Indenter mit einer Kraft von 50 mN senkrecht zur Oberfläche, (a) SE-Bild und (b) KL-Aufnahme eines Ritzes in **a**-Richtung sowie (c) SE-Bild und (d) KL-Aufnahme eines Ritzes in **m**-Richtung.*

Als Erweiterung der Indentierungsexperimente wurden auf der (0001)-Oberfläche von GaN Ritzexperimente mit einem Vickers-Indenter durchgeführt (Abb. 6.4.2). Bei gleicher Prüfkraft liegt die Breite des Ritzes in der Größenordnung der Diagonalen einer Vickers-Indentierung. Entlang der gesamten Länge des Ritzes breiten sich Versetzungsschleifen aus. Die Versetzungen breiten sich wie im Fall von Indentierungen vorwiegend entlang der **a**-Richtungen aus. Die Versetzungsschleifen an Ritzten beginnen mit einem geraden Segment entlang einer **a**-Richtung am Ritz, gehen in ein gebogenes Segment über und enden mit einem geraden Segment in **a**-Richtung wieder am Ritz. Bei einem Ritz in **a**-Richtung sind die geraden Versetzungssegmente um 60° gegenüber dem Ritz geneigt. Auch bei einem Ritz in **m**-Richtung treten Versetzungsschleifen auf, die zwei gerade Segmente entlang der **a**-Richtung enthalten. Die Schleifen überlagern sich jedoch stärker und schließen einen Winkel von etwa 30° gegenüber dem Ritz ein. Die Orientierung der Versetzungen gegenüber dem Ritz hängt demnach im Wesentlichen von der Richtung des Ritzes ab.

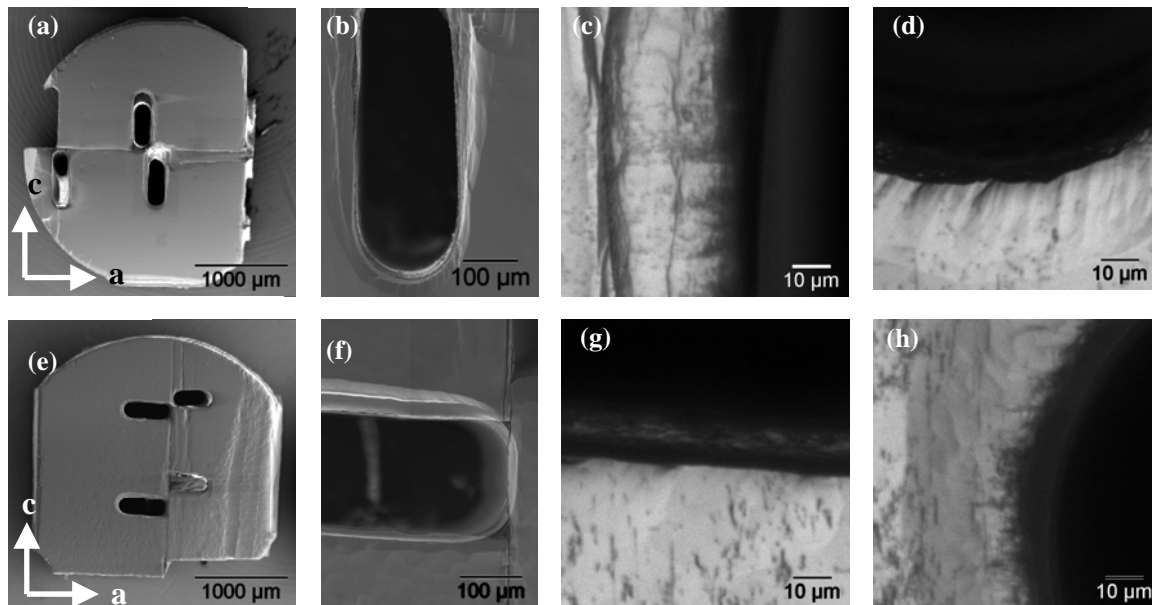


Abbildung 6.4.3. Defekte an Sägegräben in (0001)-GaN mit einer Vorschubrichtung entlang der *c*-Richtung (obere Zeile) entlang der *a*-Richtung (untere Zeile), Übersichtsbilder (a, e) der Probe und (b, f) der Sägegräben im SE-Kontrast, Untersuchung von Defektschichten aus Versetzungen mittels KL (c, g) an der Seite sowie (d, h) am Boden von Sägegräben.

Neben Ritzexperimenten wurden auch Defekte nach mechanischer Bearbeitung untersucht. Zu diesem Zweck wurden mit einer Diamant-Drahtsäge in GaN-Proben Sägegräben in verschiedenen Orientierungen eingebracht. Die Proben wurden mittels Schleifen, Polieren und Ionenbestrahlung für KL-Untersuchungen im Querschnitt präpariert. Die SE-Aufnahmen zeigen Übersichtsbilder der Proben und der Sägegräben (Abb. 6.4.3). An der Seite des Sägegrabens entlang der *a*-Ebene befindet sich eine 10 µm breite Defektschicht, an einzelnen Stellen dringen die Versetzungen jedoch entlang der *a*-Richtungen über 25 µm tief in das Material ein (Abb. 6.4.3.c). Am Boden des Grabens ist lediglich eine durchgehende Defektschicht sichtbar, ohne dass einzelne Versetzungen eine größere Tiefe erreichen (Abb. 6.4.3.d). Auch an Sägegräben entlang der *c*-Ebene breiten sich die Versetzungen vorwiegend entlang der *a*-Richtungen aus (Abb. 6.4.3.g, h). Mit Hilfe dieser Experimente kann der Einfluss von Parametern wie Korngröße, Form und Material des Schleifmittels sowie Bearbeitungsgeschwindigkeit auf Defekte untersucht werden. Anschließend können diese Parameter variiert werden, um so die Defektschichten und damit den Materialverlust zu verringern.

7 Zusammenfassung

In dieser Dissertation wurden Versetzungen und Risse in einkristallinem GaN und GaAs charakterisiert. In den Experimenten wurden GaN-Einkristalle und GaAs-Wafer mit Hilfe verschiedener Diamantspitzen (Indenter) deformiert. Anschließend wurden Indentierungen und Ritze sowie deren Umgebung mit verschiedenen mikroskopischen Methoden abgebildet. Versetzungen wurden mittels KL und TEM abgebildet. Die experimentellen Methoden zur Probenpräparation wurden so optimiert, um ausgewählte Indentierungen für TEM-Untersuchungen präparieren zu können. Dazu wurden die Proben gezielt auf eine Materialstärke von unter $1\ \mu\text{m}$ im Bereich der Indentierungen präpariert. Die Konzepte zur Auswertung von Rissen in spröden Materialien wie Glas wurden auf die Rissysteme in kristallinen Materialien übertragen.

In (0001)-GaN wurden zunächst die eingewachsenen Versetzungen mittels TEM und KL untersucht. Die eingewachsenen Versetzungen gehen von der Rückseite der GaN-Kristalle aus, wobei deren Anzahl durch Versetzungsreaktionen mit zunehmender Schichtdicke reduziert wird. In den untersuchten Probenbereichen konnten Versetzungen mit einem Burgers-Vektor vom Typ **a** sowie **a + c** nachgewiesen werden.

Die (0001)-Oberfläche von GaN-Kristallen wurde mit verschiedenen Indenterformen (Vickers, Berkovich, Cube-Corner) mit jeweils zwei unterschiedlichen Indenterorientierungen in einem großen Kraftbereich untersucht. Die Versetzungsanordnung geht von kleinen, nahezu punktförmigen Gebilden bei geringsten Prüfkräften in ausgeprägte Versetzungsrosetten bestehend aus sechs Armen entlang der **a**-Richtungen bei größeren Kräften über. Die Anordnung der Versetzungen wird durch die Symmetrie der untersuchten Oberfläche bestimmt, wobei die Form und die Orientierung des Indenters eine untergeordnete Rolle spielen.

$\{1\bar{1}00\}$ -Bruchflächen von GaN-Kristallen wurden für Indentierungen präpariert. An diesen Indentierungen treten insgesamt nur zwei Versetzungsarme auf, die entlang der **a**-Richtungen orientiert sind. Es konnten keine signifikanten Unterschiede der Versetzungsanordnung zwischen oberflächennahen und rückseitennahen Bereichen nachgewiesen werden.

Ausgewählte Indentierungen in (0001)-GaN wurden für TEM-Untersuchungen parallel zur Oberfläche sowie in zwei Ebenen senkrecht zur Oberfläche (**a**-Ebene und **m**-Ebene) präpariert. Auf Grundlage dieser Messungen wurde ein Gleitprismenmodell für die Ausbreitung von Versetzungen an Indentierungen in (0001)-GaN erstellt. Die Versetzungen breiten sich demnach in sechs Gleitprismen entlang der **a**-Richtungen parallel zur Oberfläche aus, sowie in sechs Prismen entlang der **n**-Richtungen, die in den Kristall gerichtet sind. Der Vergleich dieses Modells mit TEM-Aufnahmen zeigt eine hervorragende Übereinstimmung.

In GaAs lagen bereits detaillierte Modelle zur Versetzungsausbreitung vor, gemäß denen die Ausbreitung von Versetzungen auf Gleitprismen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen erfolgt [Hör01]. Dieses Modell konnte mittels Untersuchungen von (001)-GaAs, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs sowie (110)-GaAs bestätigt werden. An Indentierungen in (001)-GaAs treten vier Versetzungsarme parallel zur Oberfläche auf, sowie vier weitere Arme, die in den Kristall gerichtet sind, wobei alle Versetzungsarme aus jeweils zwei Zweigen bestehen. Versetzungen an Indentierungen in (110)-GaAs und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs zeigen eine ungleichmäßigere Anordnung als im Fall von (001)-GaAs. Die insgesamt sechs möglichen, oberflächennahen Versetzungsarme zeigen eine unterschiedliche Ausprägung, die durch die Orientierung des Indenters stark beeinflusst wird.

Der Entstehung und Ausbreitung von Versetzungen folgt bei höheren Kräften die Rissbildung. In (0001)-GaN wird die Rissbildung im Wesentlichen durch die Form und die

Orientierung des Indenters bestimmt. Indenter mit großem äquivalenten Konuswinkeln (Berkovich, Vickers: $70,3^\circ$) erzeugen bei geringeren Kräften Radialrisse an den Ecken der Indentierungen, gefolgt von Lateralrissen unterhalb der Indentierungen bei größeren Kräften (Vickers). Im Gegensatz dazu entstanden an Cube-Corner-Indentierungen (äq. Konuswinkel: $42,3^\circ$) Lateralrisse, aber an der Oberfläche traten außerhalb der Indentierungen keine Radialrisse auf. Demnach treten in (0001)-GaN bei geringem äquivalenten Konuswinkel vorzugsweise Lateralrisse auf im Gegensatz zu Radialrissen bei größeren Winkeln. Die Richtung der Radialrisse wird durch die Kanten des Indenters bestimmt, wobei die $\{1\bar{1}00\}$ -Spaltebenen jedoch einen Einfluss auf die Risshäufigkeit ausüben.

Das Rissssystem von GaAs wird in den untersuchten Orientierungen (001)-GaAs, (110)-GaAs und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs durch Radialrisse entlang der $\{110\}$ -Spaltebenen senkrecht zur Probenoberfläche bestimmt. Zusätzlich treten weitere Risse auf, die kristallographisch nicht streng orientiert sind. Vergleichsmessungen an (001)-GaP deuten auf eine zur Oberfläche geneigten Ausbreitung dieser Risse hin. In (001)-GaAs und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -GaAs treten zwei Arten von Radialrissen mit unterschiedlichen Risshäufigkeiten auf, die als A-Risse und B-Risse bezeichnet werden. Indentierungen mit in-situ Beobachtung in einem Rasterelektronenmikroskop zeigten die Entstehung von Radialrissen während des Belastungsvorgangs.

Sowohl Versetzungen als auch Radialrisse entstehen während der Belastungsphase des Indentierungsvorgangs. Aus diesem Grund werden Wechselwirkungen zwischen diesen beiden Prozessen erwartet. Die Entstehung von A-Rissen und B-Rissen in (001)-GaAs wird Wechselwirkungen zwischen α -Versetzungen bzw. β -Versetzungen zugeordnet. Die höhere Beweglichkeit von α -Versetzungen führt demnach zu einer höheren Wahrscheinlichkeit der Bildung von A-Rissen im Vergleich zu B-Rissen. Die Bildung von E-Rissen in (001)-GaAs wird auf Versetzungsreaktionen zwischen α -Versetzungen und β -Versetzungen zurückgeführt. In (0001)-GaN wurden drei Arten von Radialrissen nachgewiesen. Risse in **a**-Richtung breiten sich entlang der Spaltebenen aus. Risse in **m**-Richtung sowie kristallographisch nicht streng orientierte Risse weichen von den Spaltebenen ab und deren Risskeimbildung wird Wechselwirkungen zwischen benachbarten Versetzungsarmen zugeordnet.

Die Biegung von GaN-Kristallen während der Züchtung geht häufig mit der Bildung von Rissen einher, die eine Verringerung der Qualität oder eine Zerstörung von Kristallen zur Folge hat. Während des Wachstums bewirken Versetzungsreaktionen eine Verringerung der Versetzungsdichte, doch es konnte gezeigt werden, dass dies auch eine Ursache der Biegung von Kristallen darstellt.

Zur Anwendung der Ergebnisse über Versetzungen und Risse auf die mechanische Bearbeitung wurden Ritzexperimente und Messungen an Sägegräben durchgeführt. An Ritzen in (0001)-GaN gehen Versetzungen von der gesamten Länge des Ritzes aus und breiten sich entlang der **a**-Richtungen aus. Die Orientierung von Versetzungen gegenüber dem Ritz wird daher nur durch die Richtung des Ritzes bestimmt. Mit einer Diamantdrahtsäge wurden Sägegräben in (0001)-GaN eingebracht und im Querschnitt untersucht. An Sägegräben entstehen durchgehende Defektschichten sowie einzelne Versetzungen, die darüber hinaus in das Material eindringen. Mit dieser Art von Experimenten kann der Einfluss von Parametern wie Korngröße, Form und Material des Schleifmittels sowie die Bearbeitungsgeschwindigkeit und Kraft auf Defekte untersucht werden, um so die Defektschichten und damit den Materialverlust zu verringern. Damit finden die Ergebnisse dieser Dissertation ihre Anwendung sowohl in der Züchtung als auch in der mechanischen Bearbeitung von GaN-Kristallen.

8 Literaturverzeichnis

- [Alb02] M. Albrecht, H.P. Strunk, J. L. Weyher, I. Grzegory, S. Porowski, T. Wosinski, J. Appl. Phys. 92 (2002), S. 2000.
- [Aho08] Ahotec e.K. Werkstoffprüftechnik, <http://www.ahotec.biz/deu/hptechnik/start.html>
- [Aka06] I. Akasaki, H. Amano, Jpn. J. Appl. Phys. Vol. 45, No. 12 (2006), S. 9001.
- [Amb98] O. Ambacher, J. Phys. D: Appl. Phys. 31 (2001), S. 2653
- [Ber92] W. Raith, u. a.: Bergmann Schäfer, Lehrbuch der Experimentalphysik, Band 6, Festkörper. Berlin 1992.
- [Ber01] F. Bergner, U. Bergmann, R. Hammer, M. Jurisch, M. Schaper, Zeitschrift Materialprüfung 43, 4 (2001), 117.
- [Ber07] F. Bergner, M. Schaper, R. Hammer, M. Jurisch, A. Kleinwächter, T. Chudoba, Int. J. Mat. Res. 98, 8 (2007), S. 735.
- [Bod87] M. Bode, Dissertation. Max-Planck-Institut für Festkörperforschung, Stuttgart, 1987.
- [Boh95] J. Bohm: Realstruktur von Kristallen. E. Schweizerbart'sche Verlagsbuchhandlung, Stuttgart 1995.
- [Bra02a] J. E. Bradby, S. O. Kucheyev, J. S. Williams, J. Wong-Leung, M. V. Swain, P. Munroe, G. Li, M. R. Philips, Appl. Phys. Lett. Vol. 80, No. 3 (2002), S. 383.
- [Bra02b] J. E. Bradby, J. S. Williams, J. Wong-Leung, S. O. Kucheyev, M. V. Swain, P. Munroe, Phil. Mag. A 82 (2002), S. 1931.
- [Bra04] J. E. Bradby, J. S. Williams, M. V. Swain, J. Mater. Res. 19 (2004), S.380.
- [Chi07] C.-H. Chien, S.-R. Jian, C.-T. Wang, J.-Y. Juang, J. C. Huang, Y.-S. Lai, J. Phys. D: Appl., Vol 40 (2007), S. 3985.
- [Cho00] T. P. Chow, V. Khemka, J. Fedison, N. Ramungul, K. Matocha, Y. Tang, R. J. Gutmann, Solid-State Electronics 44 (2000), 277
- [Cot58] A. H. Cottrell, AIME Trans. 212 (1958), S. 192
- [Dro96] M. D. Drory, J. W. Ager III, T. Suski, I. Grzegory, S. Porowski, Appl. Phys. Lett. Vol 69 (1996), S. 4044..
- [Fic02] A. C. Fischer-Cripps, Nanoindentation (Springer, New York, 2002).
- [Frö83] F. Fröhlich, P. Grau, G. Kluge, M. Petzold, Wissenschaftliche Zeitschrift der Friedrich-Schiller-Universität Jena, Mathematisch-Naturwissenschaft-liche Reihe, Jg. 32 (1983), S. 471.
- [Fuj88] S. Fujita, K. Maeda, S. Hyodo, Physica Status Solidi A 109 (1988), S. 383.
- [Fuj06] M. Fujikane, M. Leszczynski, S. Nagao, T. Nakayama, S. Yamanaka, K. Niihara, R. Nowak, J. Alloys Compd. 450 (2006), S. 405.
- [Fuj09] K. Fujito, S. Kubo, H. Nagaoka, T. Mochizuki, H. Namita, S. Nagao, Journal of crystal growth 311 (2009), S. 3011.
- [Fuj12] H. Fujikura, Y. Oshima, T. Megro, T. Saito, Journal of Cryst. Growth 350 (2012), S. 38.

- [Gan82] M. Gandais, A. Hihi, C. Willaime, Y. Epelboin, *Philos. Mag A*, Vol 45, No. 3 (1982), S. 387.
- [Geb82] Gebrauchsanleitung Mikrohärte-Prüfeinrichtung MHP 100. Jena, 1982.
- [God91] P. J. Goodhew, F. J. Humphreys, *Elektronenmikroskopie: Grundlagen und Anwendung*. Maidenhead 1990.
- [Gro01] D. Gross, Th. Seelig, *Bruchmechanik, mit einer Einführung in die Mikromechanik*, Springer, Berlin, 2001.
- [Ham05] R. Hammer, F. Bergner, T. Flade, M. Jurisch, A. Kleinwächter, M. Schaper, *Z. Metallkd.* 96 (2005), S. 787.
- [Hil98] S. Hildebrandt, J. Schreiber, W. Hergert, H. Uniewski, H. S Leiper, *Scanning Microscopy* 12, No 4 (1998) S. 535.
- [Hir82] J. P. Hirth, J. Lothe, *Theory of Dislocations*, Krieger Publishing Company, Malabar 1982.
- [Hir85] P. B Hirsch, P. Pirouz, S. G. Roberts, P. D. Warren, *Philos. Mag. B* 52, (1985), S. 759.
- [Hör97] L. Höring, Diplomarbeit, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle 2001.
- [Hör01] L. Höring, Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle 2001.
- [Hua11] J. Huang, K. Xu, X. J. Gong et al., *Appl. Phys. Lett.* 98, 221906 (2011).
- [Hua12] J. Huang, K. Xu, Y. M. Fan, M. T. Niu, X. H. Zeng, J. F. Wang, H. Yang, *Nanoscale Res. Lett.* 7, (2012), 150.
- [Hul84] D. Hull, D. Bacon, *Introduction to dislocations* (Oxford Pergamon Press), 1984
- [Jia08a] S.-R. Jian, *Nanoscale Res. Lett.* 3 (2008), S. 6.
- [Jia08b] S.-R. Jian, *Appl. Surf. Sci.* 254, (2008), S. 6749.
- [Jah02] U. Jahn, A. Trampert, Th. Wagner, O. Brandt, K. H. Ploog, *Phys. Status Solidi. A* 192 (2002), S. 79.
- [Kav00] P. Kavouras, Ph. Komninou, M. Katsikini, V. Papaioannou, J. Antonopoulos, *J. Phys.: Condens. Matter*, Vol 12 (2000), S. 10241.
- [Kav07] P. Kavouras, Ph. Komninou, Th. Karakostas, *Thin Solid Films* 515 (2007), S. 3011.
- [Kou00] S. Koubaiti, C. Levade, G. Vanderschaeve, J. J. Couderc, *Philos. Magazine A* 80 No. 1 (2000), S. 83.
- [Kuc00] S. O. Kucheyev, J. E. Bradby, J. S. Williams, C. Jagadish, M. Toth, M. R. Philips, M. V. Swain, *Appl. Phys. Lett.* Vol 77 (2000), S. 3373.
- [Kur98] A. Kuramata, K. Horino, and K. Domen, *Fujitsu Sci. Tech. J.* 192, 34 (1998).
- [Law80] B. R. Lawn, A. G. Evans, D. B. Marshall, *J. Am. Ceram. Soc.* 63 (1980), S. 574.
- [Lei89] H. S. Leipner, Beiträge zur Materialentwicklung für die Halbleiter-optoelektronik. Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle 1989.
- [Lei02] H. Lei, H. S. Leipner, J. Schreiber, J. L. Weyher, T. Wosinski, I. Grzegory, *J. Appl. Phys.* 92 (2002), S.6666.
- [Lor01] D. Lorenz, Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle 2001
- [Lu83] G. Lu, D. J. H. Cockayne, *Physica B* 116, (1983), S. 646.

- [Mae83] K. Maeda, M. Sato, A. Kubo, S. Takeushi, *J. Appl. Phys.* 161 (1983), S. 54.
- [Mae85] K. Maeda, A unified view on the Peierls mechanism in covalent crystals, *Dislocations in Solids*, edited by H. Suzuki, T. Ninomiya, and S. Takeushi (University of Tokyo Press, Tokyo, 1985), S. 425.
- [Mae99] K. Maeda, K. Suzuki, M. Ichihara, S. Nishiguchi, K. Ono, Y. Mera and S. Takeuchi, *Physica B* 273–274 (1999), S. 134.
- [Mar69] H. P. Maruska, J. J. Tietjen, *Appl. Phys. Lett.* 15 (1969), S. 327.
- [Mar98] R. W. Margevicius, P. Gumbsch, *Philos. Mag. A* 78, (1998) S. 567.
- [Men11] F. Y. Meng, S. Mahajim, *Physica Status Solidi A* (2011), S. 1.
- [Mor08] H. Mokoc: *Handbook of nitride semiconductors and devices*, Vol. 1, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co KGaA, Weinheim, 2008.
- [Nob14] http://www.nobelprize.org/nobel_prizes/physics/laurates/2014/
- [Osi68] Yu. A. Osipyan, I. S. Smirnova, *Phys. Status Solidi* 30 (1968), S. 19.
- [Pet83] M. Petzold, P. Grau, G. Berg, *Wissenschaftliche Zeitschrift der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Mathematisch-naturwissenschaftliche Reihe*, Jg. 32 (1983), S. 139.
- [Rab04] R. Rabe, J.-M. Breguet, P. Schwaller et al., *Thin Solid Films* 469- 470, 206 (2004).
- [Rat08] I. Ratschinski: *Anisotrope Rissbildung und Versetzungsaktivität in Galliumarsenid*. Diplomarbeit. Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg. Halle 2008.
- [Rat09] I. Ratschinski, F. Heyroth, W. Fränzel, H. S. Leipner, *Phys. Status Solidi C* 6, 8 (2009), S. 1836.
- [Rat10] I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, R. Hammer, M. Jurisch, *Phil. Mag. Lett.* 90, 8 (2010), S. 565.
- [Rat11a] I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, R. Hammer, M. Jurisch, *Phys. Status Solidi C* 8, 4 (2011), S. 1325.
- [Rat11b] I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, O. Moutanabbir, R. Hammer, M. Jurisch, *J. Phys. Conf. Ser.* 281 (2011) 012007
- [Rat12] I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, G. Leibiger, F. Habel, *Mat. Sci. Forum* 725, (2012), S. 67.
- [Rat13] I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Mook, J. Michler, W. Fränzel, G. Leibiger, F. Habel, *Phys. Status Solidi C* 10, 1 (2013), S. 76.
- [Sak97] A. Sakai, H. Sunakawa, A. Usui, *Appl. Phys. Lett.* 71 (1997), S. 2259.
- [Smi22] R. L. Smith, G. E. Sandland, *Proc. Inst. Mech. Eng.* 1 (1922), S. 623.
- [Sum94] K. Sumino, in: *Handbook of Semiconductors*, Vol. 3A, edited by S. Mahajan (Elsevier Science B.V., 1994), S. 73.
- [Sur87] M. R. Surowiec, B. K. Tanner, *Philosophical Magazine A* 55, 6 (1987), S. 791.
- [Tom02] K. Tomita, T. Kachi, S. Nagai, A. Kojima, S. Yamasaki, M. Koike, *Physica Status Solidi A* 194, (2002), S. 563.
- [Tro99] C. Tromas, J. C. Girard, V. Audurier, J. Woiregard, *J. Mat. Sci* 34 (1999), S. 5337.

- [Vas04] S. Vasnyov, Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle, 2004.
- [Wad74] M. Wada, H. Furukawa and K. Fujita, in Proceedings of the 10th International Congress on Glass, Vol. 11, M. Kunugi, M. Tashiro and N. Soga, eds., Ceramic Society of Japan, Kyoto, 1974, S. 39.
- [War84] P. D. Warren, P. Pirouz, S. G. Roberts. Philosophical Magazine A 5 (1984) 50, L23.
- [Wei90] W. Weiler, Härteprüfung an Metallen und Kunststoffen, 2. Auflage., Expert Verlag, Ehningen bei Böblingen 1990.
- [Wei95] C. Weißmantel, C. Hamann: Grundlagen der Festkörperphysik, 4. Auflage. Johann Ambrosius Barth Verlag, Heidelberg Leipzig, 1995.
- [Wey01] J. Weyher, M. Albrecht, T. Wosinski, G. Nowak, H. P. Strunk, S. Porowski, Materials Science and Engineering B 80 (2001), S. 318.
- [Yon00] I. Yonenaga, T. Hoshi, A. Usui, J. Phys. Condens. Matter 12 (2000), S. 10319.
- [Yon01] I. Yonenaga, Chem. Subst. Devel. 9 (2001), S. 21.
- [Zal98] M. H. Zaldivar, P. Fernandez, J. Piqueras, Semicond. Sci. Technol. 13 (1998), S. 900
- [Zec02] A. Zeckzer, Dissertation, Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Halle 2002.

9 Anhang

Lebenslauf

Persönliche Daten

Name: Ingmar Ratschinski
Geburtsdatum /-ort: 21.04.1983 / Halle
Staatsangehörigkeit: deutsch
Familienstand: verheiratet

Beruflicher Werdegang

06/2002 Abitur, Europaschule Torgymnasium, Halle

09/2002 – 08/2008 Studium der Physik an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
Schwerpunkt: Materialphysik und Materialwissenschaften
Thema der Diplomarbeit: Anisotrope Rissbildung und Versetzungsaktivität in Galliumarsenid

09/2004 – 03-2009 Studium als Gymnasiallehrer für Physik und Mathematik

08/2008 – 04/2013 Projektmitarbeiter am Interdisziplinären Zentrum für Materialwissenschaften der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg
Schwerpunkte: Mikroskopie (REM, TEM, LM) und Materialphysik (GaN, GaAs, Si)

Seit 05/2013 Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Nichtmetallische Werkstoffe der Technischen Universität Clausthal, Schwerpunkte: Materialanalytik (REM, LM, LFA)

Veröffentlichungen

I. Ratschinski, F. Heyroth, W. Fränzel, H. S. Leipner, Anisotropy of crack and dislocation formation in GaAs, *Phys. Status Solidi C* 6, 8 (2009), 1836 - 1840

Z. Zeng, X. Ma, J. Chen, D. Yang, I. Ratschinski, F. Heyroth, H. S. Leipner, Effect of oxygen precipitates on dislocation motion in Czochralski silicon, *J. Cryst. Growth* 312, 2 (2010), 169-173

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, R. Hammer, M. Jurisch, Dislocations and cracks at Vickers indentations in (0001) GaN single crystals, *Phil. Mag. Lett.* 90, 8 (2010), 565-571

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, R. Hammer, M. Jurisch, Dislocations and cracks at Vickers indentations in GaN and GaAs bulk crystals, *Phys. Status Solidi C* 8, 4 (2011), 1325 - 1329

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, O. Moutanabbir, R. Hammer, M. Jurisch, Indentation-induced dislocations and cracks in (0001) freestanding and epitaxial GaN, *Journal of Physics: Conference Series* 281, (2011), 012007

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, G. Leibiger, F. Habel, The effect of the indenter orientation on the formation of dislocations and cracks in (0001) GaN bulk crystals, *Mat. Sci. Forum* 725, (2012), 67 - 70

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Mook, J. Michler, W. Fränzel, G. Leibiger, F. Habel, Cracks and dislocations at Vickers, Berkovich and cube corner indentations in (0001) GaN single crystals, *Phys. Status Solidi C* 10, 1 (2013). 76 - 79

M. Hempel, J. W. Tomm, F. L. Mattina, I. Ratschinski, M. Schade, I. Shorubalko, M. Stiefel, H. S. Leipner, F. M. Kießling, T. Elsaesser, Microscopic Origins of Catastrophic Optical Damage in Diode Lasers, *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics* 19, 4 (2013), 1500508

M. Elsayed, R. Krause-Rehberg, B. Korff, I. Ratschinski, H. S. Leipner, Divacancy complexes induced by Cu diffusion in Zn-doped GaAs, *Eur. Phys. J. B* 86 (2013) 358

Vorträge

I. Ratschinski, W. Fränzel, F. Heyroth, R. Hammer, M. Jurisch, H. S. Leipner, Rissbildung und Versetzungsaktivität in GaAs und GaN, 08.10.2009, Herbsttreffen des DGKK-Arbeitskreises Herstellung und Charakterisierung von massiven Verbindungshalbleitern, Freiberg

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, R. Hammer, M. Jurisch, Dislocations and cracks at Vickers indentations in GaN and GaAs bulk crystals, 06.07.2010, 10th International Workshop Beam Injection Assessment of Microstructures in Semiconductors BIAMS 2010, Halle

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, O. Moutanabbir, R. Hammer, M. Jurisch, Indentation-induced dislocations and cracks in (0001) freestanding and epitaxial GaN, 20.09.2010, International Conference on Extended Defects in Semiconductors EDS 2010, Brighton, Großbritannien

I. Ratschinski, F. Heyroth, F. Syrowatka, H. S. Leipner, Kathodolumineszenzmikroskopie von Versetzungen an Härteeindrücken in GaAs und GaN, 08.10.2010, Kathodolumineszenz-workshop, Dresden

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, F. Habel, Indentation-induced dislocations and cracks in GaN bulk crystals, 14.03.2011, DPG-Frühjahrstagung, Dresden

I. Ratschinski, H. S. Leipner, F. Heyroth, W. Fränzel, W. Mook, J. Michler, G. Leibiger, F. Habel, Ausbreitung von Versetzungen und Rissen in Galliumnitrid, 26.03.2014, Jahrestagung der Deutschen Keramischen Gesellschaft, Clausthal-Zellerfeld

I. Ratschinski, H. S. Leipner, N. Wüst, G. Leibiger, F. Habel, Motion of dislocations in freestanding (0001) GaN single crystals, 19.09.2014, 17th International Conference on Extended Defects in Semiconductors, Göttingen

Poster

H.S. Leipner, I. Ratschinski, W. Fränzel, G. Leibiger, F. Habel, W. Mook, J. Michler, Indentation-induced dislocations and cracks in (0001) GaN bulk crystals, 30.08.2011, Microscopy Conference 2011, Kiel

H. S. Leipner, I. Ratschinski, F. Heyroth, W. Fränzel, G. Leibiger, F. Habel, The effect of the indenter orientation on the formation of dislocations and cracks in (0001) GaN, 28.09.2011, 14th International Conference on Defects - Recognition, Imaging and Physics in Semiconductors DRIP XIV, Miyazaki, Japan

I. Ratschinski, H. S. Leipner, J. Haeberle, R. Krause-Rehberg, W. Fränzel, L. Thilly, G. Leibiger, F. Habel: Dislocations and cracks in deformed GaN, 28.03.2012, DPG-Frühjahrstagung, Berlin

I. Ratschinski, H. S. Leipner, W. Fränzel, J. Heaberle, G. Leibiger, F. Habel, W. Mook, J. Michler, Indentation induced dislocations and cracks in (0001) GaN single crystals, 11th Conference on Beam Injection Assessment of Microstructures in Semiconductors BIAMS 11 26.06.2012, Annaba, Algerien

I. Ratschinski, H. S. Leipner, N. Wüst, G. Leibiger, F. Habel, Motion of dislocations at Vickers indentations in (0001) GaN, 22.06.2014, 12th International Workshop on Beam Injection Assessment of Microstructures in Semiconductors, Tsukuba, Japan

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich allen danken, die mich während der vergangenen Jahre unterstützt haben und damit zum Gelingen dieser Dissertation beigetragen haben.

Mein besonderer Dank gilt PD Dr. H. S. Leipner vom Interdisziplinären Zentrum für Materialwissenschaften (IZM) der Martin-Luther-Universität (MLU) für die Betreuung dieser Arbeit und die zahlreichen Anregungen während dieser Zeit. Dr. F. Heyroth vom IZM danke ich für die ausgezeichnete Unterstützung bei den verschiedenen mikroskopischen Verfahren (REM, TEM, LM) und der Computertechnik. Meinem langjährigen Bürokollegen M. Schade danke ich für die ständige Hilfsbereitschaft während meiner Tätigkeit am IZM.

Der Firma Freiburger Compound Materials danke ich für die Bereitstellung von GaAs-Wafern und GaN-Kristallen sowie für die finanzielle Unterstützung von Projekten am IZM. Speziell danke ich Dr. M. Jurisch und Dr. R. Hammer für ihr Interesse und Anregungen zu den Untersuchungen von GaAs sowie Dr. G. Leibiger und Dr. F. Habel für die Herstellung und Bereitstellung von GaN-Kristallen.

Dr. W. Fränzel (MLU) danke ich für die Möglichkeit der Nutzung der Indenter (Zwick 3202, UMH 10R, Nano-Indenter 2) und die Hinweise zur Auswertung von Indentierungen, G. Studte (MLU) für die Möglichkeit, dass Neophot II mit dem MHP 100 nutzen zu können, Prof. Michler und W. Mook (EMPA, Thun, Schweiz) für die in-situ-Deformationsexperimente sowie P. Kavouras (Aristoteles Universität, Thessaloniki, Griechenland) für die Durchführung und Auswertung in Indentierungen am Ubi-1 Tribolab.

Dem Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik in Halle und speziell Herrn Dr. P. Werner und Herrn Aßmann danke ich für den Zugang und die Unterstützung an dem Transmissionselektronenmikroskop JEM 4000 FX.

Herrn Salzer und Herrn Altmann vom Fraunhofer-Institut für Werkstoffmechanik Halle danke ich für die Querschnittspräparation mittels fokussierter Ionenstrahltechniken und Herrn Röder von der Technischen Universität Bergakademie Freiberg für Messungen mittels Raman-Spektroskopie an Indentierungen in GaN.

Außerdem möchte ich mich bei allen weiteren Mitarbeitern des IZM für die gute Arbeitsatmosphäre und ihre Beiträge zu dieser Arbeit bedanken: F. Syrowatka für Hilfestellung bei der Rasterelektronenmikroskopie und der mechanischen Probenpräparation, F. Geyer, J. Haeberle, M. Muchow, N. Hommonay, K. Lehmann und N. Wüst für die Unterstützung bei der Probenpräparation und der Bildaufnahme. Außerdem danke ich P. Schmöller, der Sekretärin vom IZM und den Kollegen J. Glenneberg, K. Bertram, M. Trutschel, B. Fuhrmann und S. Schlenker.

Dem Land Sachsen-Anhalt danke ich für die finanzielle Unterstützung im Rahmen der Graduiertenförderung der MLU, sowie Prof. J. Heinrich (Technische Universität Clausthal) für die Möglichkeit weiter an der Thematik GaN zu arbeiten, so dass es mir möglich war die Arbeiten an dieser Dissertation abzuschließen.

Meinen Eltern danke ich für die sehr gute Unterstützung während des gesamten Studiums und meiner Frau danke ich für ihre Unterstützung und Nachsicht in der Endphase dieser Arbeit.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die Arbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, an keiner anderen wissenschaftlichen Einrichtung zur Erlangung eines akademischen Grades eingereicht, keine anderen als die von mir angegebenen Quellen und Hilfsmittel benutzt und die den benutzten Werken wörtlich oder inhaltlich entnommenen Stellen als solche kenntlich gemacht habe.