

REM-KL in-situ Untersuchungen zu Generation, Migration und elektronischer Wirksamkeit von Gleitversetzungen in ausgewählten III/V- und II/VI-Verbindungshalbleitern

Dissertation



zur Erlangung des akademischen Grades

doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlich-Technischen Fakultät
(Mathematisch-Naturwissenschaftlicher Bereich)
der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

von Lutz Höring

geb. am 24. Januar 1972 in Halle (Saale)

Gutachter:

1. Prof. Dr. G. Dräger
2. Prof. Dr. W. Schröter
3. Prof. Dr. U. Messerschmidt

Halle (Saale), 26. November 2001

urn:nbn:de:gbv:3-000002774

[<http://nbn-resolving.de/urn/resolver.pl?urn=nbn%3Ade%3Agbv%3A3-000002774>]

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Versetzungen in kristallinen Halbleitern	3
2.1	Versetzungen	3
2.1.1	Allgemeine Eigenschaften von Versetzungen	3
2.1.2	Optische und elektronische Eigenschaften von Versetzungen.....	4
2.2	Gleitversetzungen in der Zinkblendestruktur	5
2.2.1	Die Zinkblendestruktur	5
2.2.2	Basisstruktur von Gleitversetzungen	7
2.2.3	{111}<110>-Gleitsysteme	10
2.3	Versetzungsstrukturen nach Mikrodeformation niedrigindizierter Probenoberflächen.....	11
2.3.1	Allgemeines Modell.....	11
2.3.2	Versetzungsanordnung nach Mikrodeformation der polaren $\pm(111)$ -Oberflächen.....	13
2.3.3	Versetzungsanordnung nach Mikrodeformation der (110)-Oberfläche	15
2.3.4	Versetzungsanordnung nach Mikrodeformation der (001)-Oberfläche	16
3	REM-KL Untersuchungen an Halbleitern	18
3.1	Experimentelle Grundlagen	18
3.1.1	Die Methodik.....	18
3.1.2	Experimenteller Aufbau.....	18
3.1.3	Probenpräparation.....	20
3.1.3.1	Probenmaterial, Orientierung, Herstellung geeigneter Probenoberflächen	20
3.1.3.2	Plastische Deformation mittels Mikroindentierung	20
3.1.4	Photolumineszenzuntersuchungen.....	21
3.1.5	TEM-Messungen.....	22
3.2	Entstehung des KL-Signals und des KL-Defektkontrastes.....	22
3.2.1	Kathodolumineszenz in Halbleitern.....	22
3.2.1.1	Generation	23
3.2.1.2	Drift und Diffusion	23
3.2.1.3	Rekombination	24
3.2.1.4	Die Kontinuitätsgleichungen	26
3.2.1.5	Spektrale optische Absorption	27
3.2.2	Die Messung des KL-Signals	28
3.2.3	Der REM-KL Defektkontrast.....	28
4	Defektgebundene Lumineszenz in CdTe und ZnSe	33
4.1	KL-Defekthellkontraste in CdTe und ZnSe	33
4.2	Spektrale Charakterisierung der CdTe-Proben	34
4.3	Lokalisierung der Y-Lumineszenz an Tc(g)-Versetzungen	36
4.4	Untersuchungen von CdTe-Schichten.....	38
4.5	Identifikation der Defektlumineszenz im ZnSe	39
4.6	Spektrstruktur und Temperaturabhängigkeit der Y-Lumineszenz	41
4.7	Die Feinstruktur der Y-Lumineszenz	43
5	Defektstrukturuntersuchungen	44
5.1	Experimentelle Bestätigung des Gleitprismenmodells.....	44
5.1.1	Mikroindentierung niedrigindizierter CdTe-Oberflächen	44
5.1.2	Indentierung der polaren {111}-Oberflächen von CdTe	45
5.1.3	Mikroindentierung der (110)-Oberfläche	47
5.1.4	Mikroindentierung der (001)-Oberfläche	48
5.2	Der Prozess der Mikroindentierung.....	49

5.2.1	Nanoindentierung	49
5.2.2	Lastabhängige Defektkonfigurationen	51
5.2.2.1	Defektstruktur direkt nach dem pop-in	51
5.2.2.2	Defektkonfigurationen in GaAs für moderate Lasten	52
5.2.2.3	Versetzungsanordnungen bei Nanoindentierung von (001)ZnSe-Schichten	53
5.2.2.4	Lastabhängige Defektkonfigurationen an CdTe-Volumenkristallen	55
5.2.2.5	Indentierung mit hohen Lasten (>200mN)	57
6	Untersuchungen zur Versetzungsdynamik	59
6.1	Grundlagen der Versetzungsbewegung	60
6.1.1	Phänomenologische Betrachtungen	60
6.1.2	Mikroskopische Versetzungsdynamik und Peierls-Mechanismus	62
6.1.3	Grundlagen des REDG-Effektes	65
6.2	Experimentelle Ergebnisse zum REDG-Effekt an GaAs	67
6.2.1	Überblick über die experimentellen Beobachtungen	68
6.2.2	Zuordnung lokaler Gleitsysteme	70
6.2.3	Versetzungsausbreitung an Mikrohärteeindrücken	71
6.2.3.1	Versetzungsbewegungen an Mikrohärteeindrücken auf $\pm(111)$ GaAs	72
6.2.3.2	Versetzungsbewegungen an Mikrohärteeindrücken auf (001)GaAs	73
6.2.4	Versetzungsausbreitung im Spannungsfeld von Oberflächenkratzern	74
6.2.4.1	Beobachtung von Versetzungsquellen	74
6.2.4.2	Kratzer auf (001)GaAs	76
6.2.4.3	Kratzer auf {111}GaAs	77
6.2.5	High-speed Versetzungen und dynamischer Defektkontrast	80
6.2.6	Individuelle oberflächenparallele Versetzungsschleifen	82
6.2.7	Versetzungsreaktionen	84
6.2.8	Betrachtungen zur Anregungsdichte	86
6.3	In-situ Deformationsexperimente	87
6.3.1	In-situ Deformationsexperimente an CdTe-Proben bei 72K	88
6.3.2	Die thermische Aktivierung der Versetzungsbewegung im CdTe	88
7	REM-KL Kontrastuntersuchungen	90
7.1	Defektkontrastuntersuchungen an Versetzungen im CdTe	90
7.2	Temperaturverhalten der KL-Kontraste und Y-Lumineszenz	91
8	Zusammenfassung	95
9	Anhang	I
9.1	Literaturverzeichnis	I
9.2	Formelzeichenregister	VI
9.2.1	Kristallographische Bezeichnungen zur Zinkblendestruktur	VI
9.2.2	Formelzeichen	VI
9.2.3	verwendete Abkürzungen	IX
9.3	Abbildungsverzeichnis	X
9.4	Tabellenverzeichnis	XII
9.5	Bestimmung der Polarität von {111}-Oberflächen im CdTe	XIII
9.6	Misfitversetzungsstrukturen in heteroepitaktischen Schichten	XV
9.6.1	Modell der Misfitversetzungsanordnung in kompressiv verspannten heteroepitaktischen Schichten	XV
9.6.2	KL-Messungen zur Spannungsrelaxation von ZnSe/GaAs(001)-Schichten	XVI
9.6.3	Versetzungsbewegung in Heteroepitaxieschichten	XVII
9.7	KL-Messserien	XVIII
9.8	Weitere Messungen	XXV
9.8.1	μ -PL an Defektstrukturen in CdTe-Oberflächen	XXV
9.8.2	TEM-Untersuchung an einem Mikrohärteeindruck auf (001)GaAs	XXVIII

I Einleitung

Binäre III/V- und II/VI-Verbindungshalbleitermaterialien finden aufgrund ihrer effizienten optischen Übergänge und ihrer hohen Ladungsträgerbeweglichkeiten breite Anwendung auf dem Gebiet der Optoelektronik und Nachrichtentechnik. Die elektronischen, optischen und mechanischen Eigenschaften der Halbleitereinkristalle, die in der Halbleitertechnologie zum Einsatz kommen, bestimmen die Funktionsweise und Lebensdauer der Bauelemente. Maßgeblichen Einfluss auf diese Eigenschaften haben elektrisch aktive Gitterbaufehler wie Punktdefekte, Versetzungen und andere, diverse Materialfehler.

Punktdefekte bestimmen hauptsächlich die elektronischen Eigenschaften der Materialien. Durch gezieltes Einbringen von Fremdatomen (\rightarrow Dotierung) kann der Leitungstyp und der Wert der Leitfähigkeit von Halbleitermaterialien in weiten Grenzen beeinflusst werden. Versetzungen als linienartige Störungen der Kristallperfektion stehen in unmittelbarem Zusammenhang zu den mechanischen Kristalleigenschaften. Sie ändern lokal jedoch ebenso wie Punktdefekte stark die elektronischen Eigenschaften. Der Charakter ihrer elektronischen Wirksamkeit ist in Bezug auf die atomare Struktur bis heute wenig verstanden.

Die Lebensdauer von Hochleistungsbauelementen, wie Lichtemitterdioden (LED's) und Halbleiterlasern (LD's) wird durch Versetzungen entscheidend beeinflusst [pet83, mah89, mah00]. Versetzungen wirken im aktiven Bereich des Bauelements i.a. als Zentren nichtstrahlender Ladungsträgerrekombination. Folglich wird lokal die Strahlungseffizienz vermindert. Der Energieeintrag bei der nichtstrahlenden Rekombination führt gleichzeitig zur Bewegung der Versetzungen sowie zu Multiplikationsprozessen. Der aktive Bauelementebereich wird zunehmend von Versetzungen durchdrungen. Zur Erhaltung der externen Lumineszenzausbeute ist damit eine immer höhere Leistungsaufnahme des Bauelementes notwendig, die Verlustleistung steigt. Gleichzeitig wird der Degradationsprozess schneller ablaufen. Das Bauelement „stirbt“.

Zum Verständnis dieses Degradationsprozesses ist ein eingehendes Studium der optischen, elektronischen und dynamischen Eigenschaften von Versetzungen notwendig. Mit Hilfe der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) können Defektstrukturen als auch die Nukleation [das56] und Bewegung [mae85] der Versetzungen in-situ studiert werden. Photolumineszenzuntersuchungen (PL) geben Aufschluss über die elektronischen Eigenschaften homogen plastisch deformierter Halbleiterkristalle. Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) in der Kathodolumineszenz(KL)-Mode bietet die Möglichkeit, sowohl strukturelle als auch elektronische Eigenschaften gleichzeitig und zerstörungsfrei zu analysieren. Im Rahmen vorliegender Arbeit wird die REM-KL Technik zum Studium von Gleitversetzungsstrukturen angewendet.

Als Untersuchungsgegenstand wurde die Gruppe der binären Halbleitermaterialien mit Zinkblendestruktur ausgewählt, die in der Optoelektronik in umfangreicher Weise zum

Einsatz kommen. Die Zielstellung der Arbeit ist das Studium der rekombinationskinetischen Eigenschaften der Gleitversetzungen in diesen Materialien, insbesondere in GaAs und CdTe, besonderes Augenmerk liegt dabei auf den polaren Gleitversetzungen mit A(g)- bzw. B(g)-Kernstruktur, die in diesen Materialien ein unterschiedliches dynamisches und/oder rekombinationskinetisches Verhalten zeigen sollten.

Die elektronische Wirksamkeit der Versetzungen ist sehr stark von ihrer Kernstruktur und der Wechselwirkung mit Punktdefekten abhängig. Die Schwierigkeit dabei ist, zwischen den Eigenschaften der ungestörten Versetzungslinie einerseits und denen der Punktdefekten im Versetzungskern bzw. im Spannungsfeld andererseits zu unterscheiden. Eine zuverlässige Aussage zur intrinsischen Rekombinationswirksamkeit von Versetzungen kann nur durch das in-situ Studium frisch erzeugter Versetzungsstrukturen erfolgen. Im Rahmen dieser Arbeit werden experimentell-methodische Entwicklungen in der KL-Mode vorgestellt, die es ermöglichen, mikroskopische Versetzungsbewegungen zu beobachten und simultan die Rekombinationswirksamkeit quantitativ zu erfassen.

Zum Studium der Defekteigenschaften wird von einer genauen Kenntnis der zu beobachtenden Versetzungstypen ausgegangen. Mikroskopisch identifizierbare Versetzungsstrukturen werden mittels Mikroindentierung erzeugt. Es wird ein Modell entwickelt, das die Versetzungskonfiguration nach Indentierung von Zinkblendekristallen beschreibt. Das Modell wird unmittelbar zur Beschreibung der Defektstrukturen nach Mikroindentierung niedrigindizierter Probenoberflächen herangezogen. Die laterale Verteilung der polaren Gleitversetzungskonfigurationen nach Mikroindentierung wird eingehend an (001)-, (110)- und $\pm(111)$ -Einkristallobertflächen studiert.

Die in den REM-KL Experimenten erhaltenen Ergebnisse sind zu den Halbleiterphysikalischen und defektcharakteristischen Kenngrößen zu korrelieren. Dazu erfolgt eine theoretische Beschreibung der elektronischen und optischen Prozesse für die KL-Signalentstehung unter Mikrofokusbedingungen. Die Generation von Überschussladungsträgern durch die Elektronensonde, deren Diffusion und vor allem die Rekombinationsprozesse, deren strahlende Anteile zum KL-Signal führen, werden detailliert behandelt. Es wird auf die im ZnSe und CdTe auftretenden defektgebundenen Lumineszenzphänomene näher eingegangen. Die an den B(g)-Versetzungen lokalisierte Y-Lumineszenz [dea84a, uni96] wird ausführlich untersucht.

Der Schwerpunkt der experimentellen Arbeiten ist das in-situ Studium von Versetzungsbewegungen mit Hilfe der dynamischen REM-KL Mikroskopie (DynCL). Es erfolgt dazu eine theoretische Betrachtung der mikroskopischen Prozesse bei der Versetzungsgleitung. Einer phänomenologischen Betrachtung folgt die Betrachtung der Versetzungsbewegung mit dem Peierls-Mechanismus. Experimentell wurde ein Zugang zur Beobachtung der Versetzungsdynamik über zwei unterschiedliche Wege erfolgreich realisiert, zum einen wird die Elektronensonde zur Anregung rekombinationsinduzierter Versetzungsbewegungen (REDG-Effekt) benutzt, des weiteren werden in-situ Deformationsexperimente durchgeführt, die im CdTe bei tiefen Temperaturen (72K) ausgedehnte Versetzungsbewegungen realisieren. Die REM-KL Mikroskopie wird erfolgreich als Methode zum Studium der Versetzungsdynamik in Verbindung mit dem dabei vorliegenden rekombinationskinetischen Verhalten in binären Halbleiterkristallen mit Zinkblendestruktur neu etabliert.

2 Versetzungen in kristallinen Halbleitern

2.1 Versetzungen

2.1.1 Allgemeine Eigenschaften von Versetzungen

Versetzungen sind eindimensionale Störungen der perfekten Kristallstruktur. Ihr Einbau erfolgt in einkristallinen Materialien während des Kristallwachstums aufgrund lokaler Verspannungen (verspannungsinduzierte Versetzungsnukleation und -ausbreitung) oder durch Ausbreitung sowie Multiplikation vorhandener Versetzungen aus dem Züchtungskeim (eingewachsene Versetzungen). Aufgrund der an Versetzungen gestörten idealen Kristallstruktur existieren in direkter Umgebung kompressiv und tensil verspannte Kristallbereiche, die das Spannungsfeld der Versetzung bilden. Es kommt zur Veränderung von Bindungswinkeln und -längen. Ebenfalls können im Versetzungskern nichtabgesättigte Bindungen vorhanden sein.

Versetzungen werden durch zwei Größen charakterisiert: die Versetzungslinie und den Burgersvektor [hir82, hul84]. Der Einheitsvektor in Versetzungslinienrichtung kennzeichnet die räumliche Lage der Versetzung im Kristall. Der Burgersvektor beschreibt die Richtung und Art der lokalen Kristalldeformation. Bestimmt wird er durch den sogenannten Burgersumlauf, man vollführt dabei im ungestörten und gestörten Kristallgebiet einen geschlossenen Umlauf, die Differenz in Länge und Richtung beider Umläufe entspricht dem Burgersvektor.

Für die Versetzungen gelten folgende Grundregeln:

- Eine Versetzungslinie beginnt oder endet niemals im Innern eines Kristalls, sondern ist entweder in sich geschlossen (Versetzungsschleife) oder beginnt bzw. endet an einer inneren oder äußeren Oberfläche (Durchstoßversetzung).
- Der Burgersvektor längs einer unverzweigten Versetzungslinie stellt eine Erhaltungsgröße dar.
- Nur Versetzungen mit dem kürzesten und zweitkürzesten Burgersvektor, der in einer Struktur auftreten kann, sind stabil (Franksches Energiekriterium).
- Die Gleitebene einer Versetzung wird durch den Burgersvektor und die Versetzungslinienrichtung aufgespannt.
- Die Gleitebenen sind Ebenen hoher Packungsdichte, in denen die Versetzungen bevorzugt in bestimmten Richtungen des Kristallgitters verlaufen und sich ausbreiten (Peierls-Mechanismus).

Von vollständigen Versetzungen spricht man, wenn die Kristallverschiebung um den Burgersvektor einer translationssymmetrischen Operation entspricht, ist dies nicht der Fall, handelt es sich um eine Partialversetzung.

Anschaulich kann eine allgemeine Versetzungsstruktur durch eine im Innern eines idealen Kristalls liegende geschlossene Versetzungsschleife beschrieben werden (Abb. 2.1). Eine solche Schleife kann durch Scherung innerhalb des Kristalls hervorgerufen werden. Dabei werden die in der Gleitebene liegenden Bindungen des Idealkristalls aufgebrochen. Es erfolgt eine Neukonfiguration der Bindungen nach Abgleitung des Kristallbereiches um den Burgersvektor. Dabei entstehen antiparallele Stufen- und Schraubensegmente als vollständige Versetzungsschleife an der Grenzlinie des abgeglittenen Bereiches. Bei der reinen Stufenversetzung stehen Linien- und Burgersvektor senkrecht zueinander, bei der Schraubensegmente sind sie parallel. Der Winkel zwischen beiden Vektoren gibt einer Versetzung ihren spezifischen Namen.

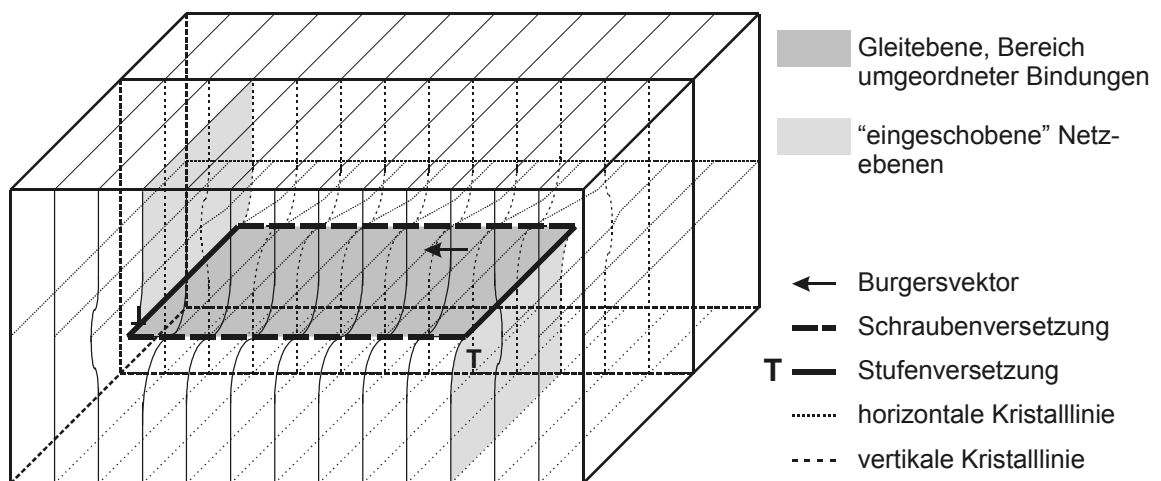


Abb. 2.1 Modell einer Versetzungsschleife innerhalb eines idealen Kristallgitters. Die im Innern der Schleife an die Gleitebene angrenzenden Atome sind um einen halben Burgersvektor von ihrer Idealposition entfernt. Entsprechend kommt es zur Verrückung des Kristallgitterbereichs. Außerhalb der Versetzungsschleife ist diese Deformation elastisch.

2.1.2 Optische und elektronische Eigenschaften von Versetzungen

Als Störungen der idealen, periodischen Kristallstruktur verursachen Versetzungen Veränderungen im gitterperiodischen elektronischen Potential. Direkte Folge ist eine lokale Änderung der mechanischen, elektrischen als auch der optischen Eigenschaften des Kristalls im Bereich der Versetzungen. Ihre Präsenz im Kristall ist, aufgrund der Störung der Gitterperiodizität, verantwortlich für die Existenz von elektronischen Zuständen in der Energielücke (\rightarrow induzierte Gapzustände). Eine Unterscheidung gegenüber Punktdefekten kann aufgrund der lokalen Wirkung der Versetzungen und ihrer Ausdehnung im Kristall erfolgen. Mit Hilfe lokal auflösender Untersuchungen im Transmissionselektronenmikroskop kann die Struktur von Versetzungsanordnungen ermittelt werden.

Die induzierten Gapzustände von Versetzungen bedingen die Existenz zusätzlicher Rekombinationskanäle (vgl. Kap 3.2). Diese stehen insbesondere bei optoelektronischen Halbleitermaterialien in Konkurrenz zu erwünschten Rekombinationsprozessen. Die Folge bei optoelektronischen Bauelementen ist eine verminderte Lumineszenzausbeute des Kristalls.

Insbesondere bei Halbleiterlasern ist der Prozess des Versetzungseinbaus der entscheidende Grund der begrenzten Lebensdauer und Effizienz.

Im Rasterelektronenmikroskop kann in der Kathodolumineszenz-Mode durch Generation von Überschussladungsträgern und die Beobachtung der daraus resultierenden Lumineszenzstrahlung die lokale Defektstruktur abgebildet werden (vgl. Kap. 4). Bei lateral aufgelöster Abbildung kann eine Versetzung anhand ihres Kontrastes als rekombinationswirksamer, ausgedehnter Defekt identifiziert werden. Aufgrund der Aktivität mindestens eines zusätzlichen Rekombinationskanals ist die Lumineszenzausbeute der Matrixemission reduziert. Folglich ist ein Defektdunkelkontrast in der Matrixemission zu erwarten.

Jedoch treten in deformierten Volumenkristallen und Heteroepitaxieschichten ebenfalls Lumineszenzerscheinungen auf, die mit entstandenen Versetzungen in Verbindung gebracht werden. Die als versetzungsgebundene Lumineszenzemission beobachtete Erscheinung wurde in den Elementhalbleitern Si [sau86, sek95, sek96, ste98] und Ge [lel89, ste93] und vor allem in II-VI Verbindungshalbleitern wie CdS [schr77, neg79, tar88, hof92], CdSe [tar88, tar98] und ZnSe [dea79, dea84a, dea84b] sowie CdTe [dea84a, dea84b, schr96] registriert. Im GaN beobachtet man ebenfalls eine Lumineszenzbande, die Versetzungen zugeordnet wird [sal99].

Die Aufklärung des Ursprungs bzw. Charakters der beobachteten defektgebundenen Lumineszenzerscheinungen ist Gegenstand aktueller Untersuchungen (z.B. [schr01]). Von besonderem Interesse ist das intrinsische Rekombinationsverhalten, das an frisch erzeugten Gleitversetzungen beobachtet werden kann. Das in-situ Studium von rekombinationsinduzierten Versetzungsbewegungen (REDG-Effekt) bei tiefen Temperaturen ist dafür eine geeignete Methode.

2.2 Gleitversetzungen in der Zinkblendestruktur

2.2.1 Die Zinkblendestruktur

Für eine systematische Untersuchung von Gleitversetzungsstrukturen wurde im Rahmen dieser Arbeit die Gruppe der kristallinen III/V- und II/VI-Halbleitermaterialien mit Zinkblendestruktur ausgewählt. Dazu gehören GaAs, CdTe, ZnSe, GaP und InP [haa57, ale79, geo87, lan82], sie sind wichtige Basismaterialien der Halbleiteropto- und -mikroelektronik.

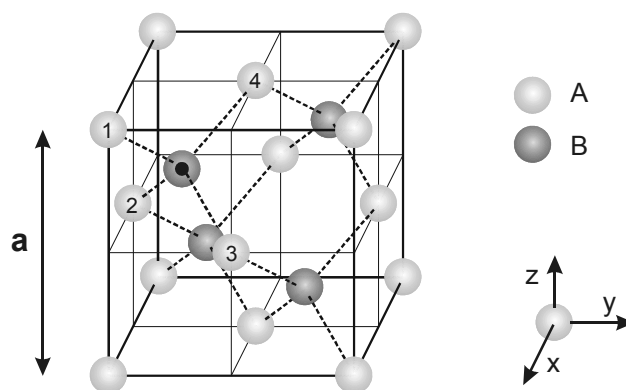


Abb. 2.2 Einheitszelle eines Kristalls mit Zinkblendestruktur. Die Gitterabstände a , b und c sind gleich groß: $a=b=c$. Alle Achsenwinkel betragen 90° (Raumgruppe $F43m$, [schr89a]).

Die A- und B-Atome bilden in der Zinkblendestruktur je ein kubisch-flächenzentriertes (fcc – face centered cubic) Untergitter. Diese sind um ein Viertel der Raumdiagonale zueinander verschoben. Abb. 2.2 zeigt die kubische Elementarzelle der Struktur mit der Kantenlänge a . Die innerhalb der Elementarzelle bestehenden Bindungen sind gestrichelt dargestellt. Gut zu erkennen sind die sich ergebenden Bindungstetraeder (z.B. 1, 2, 3, 4 und Punkt). Die Bindungen resultieren aus einer sp^3 -Hybridisierung der Valenzorbitale beider Atomsorten. Die Bindungen weisen in die $\langle 111 \rangle$ -Richtungen.

Die A-B-Bindungen tragen einen teilweise ionischen Charakter. Die Gitterkonstante a und der Ionizitätsgrad f der Bindungen sind für einige Verbindungshalbleiter in Tab. 2.1 zusammengestellt. Als Koordinaten des Basistetraeders der Elementarzelle ergeben sich damit: A bei $(0,0,0)$, $(\frac{1}{2},\frac{1}{2},0)$, $(\frac{1}{2},0,\frac{1}{2})$ und $(0,\frac{1}{2},\frac{1}{2})$ sowie B bei $(\frac{1}{4},\frac{1}{4},\frac{1}{4})$. Durch die Festlegung eines Bindungstetraeders im Raum ist für den gesamten Kristall die Orientierung eindeutig bestimmt.

Tab. 2.1 Gitterkonstanten und Ionizitätsgrad ausgewählter Verbindungshalbleiter mit Zinkblendestruktur (300K).

Material	Gitterkonstante a [Å]	Ionizitätsgrad f	Referenz
GaAs	5,653	0,310	[geo87]
GaP	5,449	0,327	[geo87]
InP	5,868	0,421	[geo87]
CdTe	6,483	0,717	[bel77, tak84]
ZnSe	5,668	0,630	[wyc63, phi73]

Die Zinkblendestruktur gehört zum kubischen Kristallsystem (Raumgruppe $F\bar{4}3m$, [schr89a]). Die Gitterkonstanten a , b und c sind gleich: $a=b=c$, alle Achsenwinkel betragen 90° . Die Bezeichnung der Raumgruppe $F\bar{4}3m$ folgt der Nomenklatur nach Hermann und Manguin [her89] und enthält Informationen über die Symmetrieelemente in den drei Richtungen höchster Symmetrie. Hier sind das vierzählige Drehinversionsachsen in $\langle 100 \rangle$ - und dreizählige Drehachsen in $\langle 111 \rangle$ -Richtung sowie Spiegelebenen mit Normalen in $\langle 110 \rangle$ -Richtung. Der Großbuchstabe F bezeichnet die Flächenzentrierung des Gitters.

Wird die Elementarzelle von nur einer Atomsorte A gebildet (z.B. Si, Ge, C), so handelt es sich um die Diamantstruktur. Hier existiert zusätzlich eine Punktinversionssymmetrie mit Inversionszentren in der Mitte der A-A-Bindungen. Beim A-B-Verbindungshalbleiterkristall fehlt diese Punktinversionssymmetrie. Bei Inversion vertauschen hier die zwei unterschiedlichen Atomsorten ihre Plätze. Die Konsequenz daraus ist Existenz polarer Achsen. Es sind dies die vier dreizähligen Drehachsen in $\langle 111 \rangle$ -Richtung. Das führt gleichzeitig zu einem polaren Charakter der $\{111\}$ - und $\{001\}$ -Oberflächen des Kristalls. Die $\{111\}$ -Oberflächen sind demzufolge je nach Orientierung durch A- bzw. B-Atome terminiert. Dies bestimmt sich hier durch das Aufbrechen der zur Oberfläche senkrechten Bindungen. Die $\{110\}$ -Oberflächen sind nicht polar. Die elektrostatische Wechselwirkung zwischen (110) -Ebenen ist demzufolge Null [ada92]. Sie bilden die Spaltflächen des Zinkblendegitters.

2.2.2 Basisstruktur von Gleitversetzungen

Im folgenden soll vorrangig auf die Versetzungsbildung und -ausbreitung im Zinkblendegitter infolge plastischer Deformation eingegangen werden. Ein Abgleiten von Kristallmaterial erfolgt in den dichtest gepackten $\{111\}$ -Ebenen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen [hir82, hul84, geo87]. Die dazugehörige Versetzungsbewegung wird als Aktivierung der $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Gleitsysteme bezeichnet (vgl. Kap. 2.2.3). Bei Scherung des Kristalls entlang einer $\{111\}$ -Ebene kann es zur Ausbildung von Versetzungsschleifen kommen. Abb. 2.3.a) zeigt schematisch einen vollständigen Versetzungsring. Die durch den Peierls-Mechanismus [pei40] bestimmte Ausbreitung der verschiedenartigen, miteinander verbundenen Versetzungssegmente resultiert in einer hexagonalen Form der geschlossenen Versetzungsschleife infolge der Lage der einzelnen Liniensegmente in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen.

Entsprechend der Lage von Versetzungslinienrichtung \bar{s} und Burgersvektor \bar{b} besteht die Versetzungsschleife aus vier 60° -Versetzungsssegmenten und zwei antiparallelen Schraubensegmenten. Der Burgersvektor der vollständigen 60° - und Schraubensegmente ist $\bar{b} = a/2\langle 110 \rangle$ (\rightarrow vollständige Versetzungen) [hol62]. Die 60° -Versetzen besitzen einen polaren Charakter, der sich aus ihrer Kernstruktur ableitet.

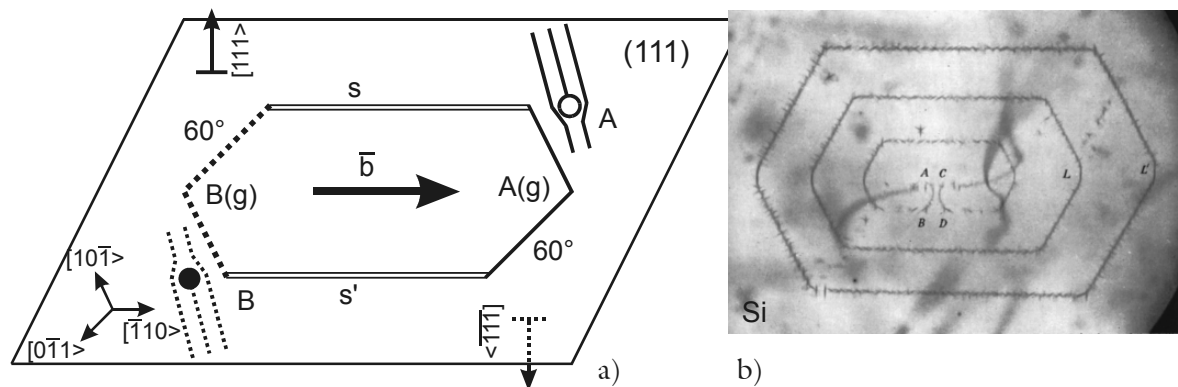


Abb. 2.3 Hexagonaler Versetzungsring im $(111)[1\bar{1}0]$ -Gleitsystem, bestehend aus 60° -A(g)- und -B(g)- sowie (s,s')-Schraubensegmentanteilen (a, [geo87]). Die komplette Versetzungsschleife liegt in einer (111) -glide-set Ebene. Schematisch dargestellt sind die von oben (Cd-terminiert) und von unten (Te-terminiert) „eingeschobenen“ $\{111\}$ -Doppelhalbebenen. Weitet sich die Versetzungsschleife zu den Rändern des Kristalls hin aus, so würde sich der obere Teil des Kristalls um den Betrag des Burgersvektors relativ zum unteren Teil nach rechts verschieben. In b) ist die TEM-Abbildung einer Frank-Read-Quelle in Silizium zu sehen, man erkennt vollständige Schleifen sowie die Quelle [das56].

Versetzenringe können homogen nukleieren oder von einer Versetzungsquelle (\rightarrow Frank-Read-Quelle [fra50], Abb. 2.3.b) in der Gleitebene erzeugt werden. In Abb. 2.3.b ist eine transmissionselektronenmikroskopische Abbildung einer Frank-Read-Quelle in Si zu sehen. Man erkennt bereits ausgelaufene Versetzungsschleifen sowie in der Mitte die Quelle selbst, die gerade vor dem Abschluss der Emission einer weiteren Schleife steht.

Zur Veranschaulichung der Verhältnisse an einem Versetzungsring wie in Abb. 2.3.a) kann davon ausgegangen werden, dass das oberhalb der Gleitebene liegende Material nach rechts gedrückt wird. Bei weiterführender Deformation würden sich die links und rechts liegenden 60° -Versetzenabschnitte ebenso wie die Schraubensegmente jeweils in die zu den Liniensegmenten senkrechten Richtungen nach außen bewegen.

Durch das Auftreten der 60° A(g)- und B(g)-Segmente in binären Halbleitern mit Zinkblendestruktur besitzt die Versetzungsschleife bipolaren Charakter, der sich durch die spezielle Richtung des Burgersvektors der Versetzungsschleifenstruktur beschreiben lässt. Die Erklärung der polaren Kernstruktur auf der Grundlage der Struktur im Zinkblendegitter ergibt sich aus den nachfolgenden Betrachtungen.

Ein idealer Zinkblendekristall kann durch eine Stapelung von $\{111\}$ A- und B-Atomebenen entsprechend der Abfolge ...-Ab-Bc-Ca-Ab-Bc... gebildet werden (Abb. 2.4). Dabei werden die „dichtesten“ Stapelungen Ab, Bc und Ca als $\{111\}$ -Doppelebenen bezeichnet. Gestrichelt umrandet sind in Abb. 2.4 zwei Teile einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Doppelebene, die $\{111\}$ -„Halbebenen“ im Zinkblendegitter veranschaulichen. Durch Einschub einer solchen Halbebene, die entlang $[01\bar{1}]$ in der $\{111\}$ -Gleitebene endet, ergibt sich eine 60° -Versetzung. Es existieren, wie in Abb. 2.4 dargestellt ist, vier verschiedene Möglichkeiten der Versetzungsbildung (Abb. 2.5, [haa57, hol62]). Diese unterscheiden sich durch ihre verschiedenartigen Kernstrukturen, welche sich aus der Kantenbesetzung der eingeschobenen $\{111\}$ -Extrahalb-ebenen ableiten lassen. Die Unterscheidung der Besetzung mit A- oder B-Atom führt auf die Polarität der Versetzungen [ale79].

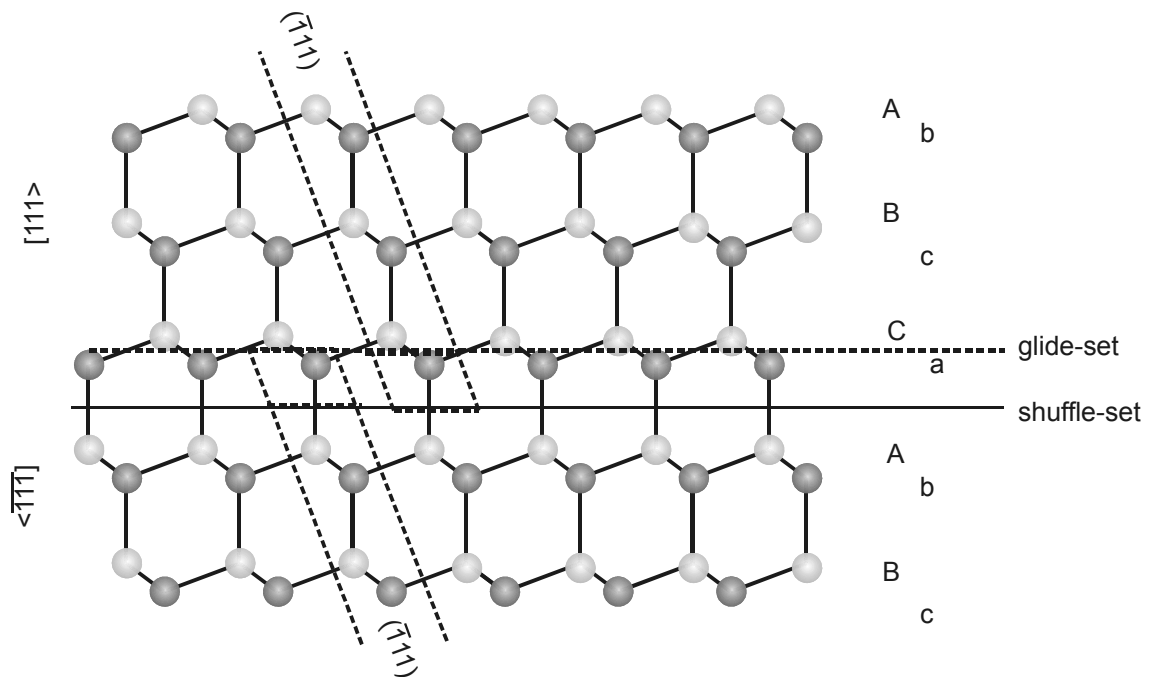


Abb. 2.4 Stapelfolge von $\{111\}$ -Ebenen mit Kennzeichnung der Lage der Gleitebenen im shuffle-set und glide-set. Ebenfalls bezeichnet sind die dichtest gepackten waagerechten Atomschichten nach ihrer Lage zueinander. Es ergibt sich eine Stapelfolge ...-Ab-Bc-Ca-Ab-Bc... usw.. Die Atomlagen C und a ergeben zusammen eine „Doppelebene“. Gestrichelt umrandet sind $\{111\}$ -Halbebenen. Durch ihr Entfernen bzw. zusätzliches Einfügen als Extrahalb-ebenen (Gedankenexperiment) erfolgt die Bildung perfekter 60° -Versetzung mit entgegengesetzter A- und B-Typ Kernstruktur.

Die Verhältnisse in Abb. 2.4 verdeutlichen, dass in Abhängigkeit von der Festlegung der angenommenen $\{111\}$ -Gleitebene in der sogenannten „glide-set“ oder „shuffle-set“ Position [geo87] und der Einfügung der $\{111\}$ -Extrahalb-ebenen A- als auch B-Typ Kernstrukturen auftreten. Beim Übergang zwischen der glide-set und shuffle-set Position der Gleitebenen wechselt die Kernstruktur ihren Charakter. Eine zusätzliche Modifikation der Kernstruktur ergibt sich bei der Dissoziation der vollständigen 60° - und Schraubenversetzungssegmente. Aufgrund des polaren Charakters der 60° -Versetzen im Zinkblendegitter sind Unterschiede in ihren elektronischen und dynamischen Eigenschaften zu erwarten [abr72].

Gleitfähige Versetzungen treten zumeist im dissoziierten Zustand der glide-set Konfiguration auf [lei88, luy94]. Die Aufspaltung einer perfekten Gleitversetzung in zwei Partialversetzungen (\rightarrow Partialversetzungen, $\bar{b}=a/6\langle 211\rangle$) ist durch

$$a/6[211] + a/6[12\bar{1}] = a/2[110] \quad (2.1)$$

beschrieben und führt zur Ausbildung eines Shockleyschen Stapelfehlers zwischen den Partialversetzungen. Hochauflösende TEM-Untersuchungen zeigen die Existenz von perfekten als auch dissoziierten Versetzungen [hor58, azz89, coo89, ger93]. Letztere scheinen bei Gleitversetzungen bevorzugt aufzutreten. Für GaAs wird eine Gleichgewichtsstapelfehlerweite kleiner 10nm beobachtet [ger93]. Eine perfekte 60° -Versetzung spaltet in eine 90° - und eine 30° -Versetzung gleicher Polarität auf, eine Schraubenversetzung dissoziiert in zwei 30° -Versetzungen entgegengesetzter Polarität. Zur Kennzeichnung der polaren Versetzungskernstrukturen in der glide-set Konfiguration werden in dieser Arbeit die Schreibweisen „A(g)“ und „B(g)“ benutzt. Die korrelierenden Bezeichnungen als „ β - bzw. α -Versetzungen“ finden im weiteren kaum Verwendung.

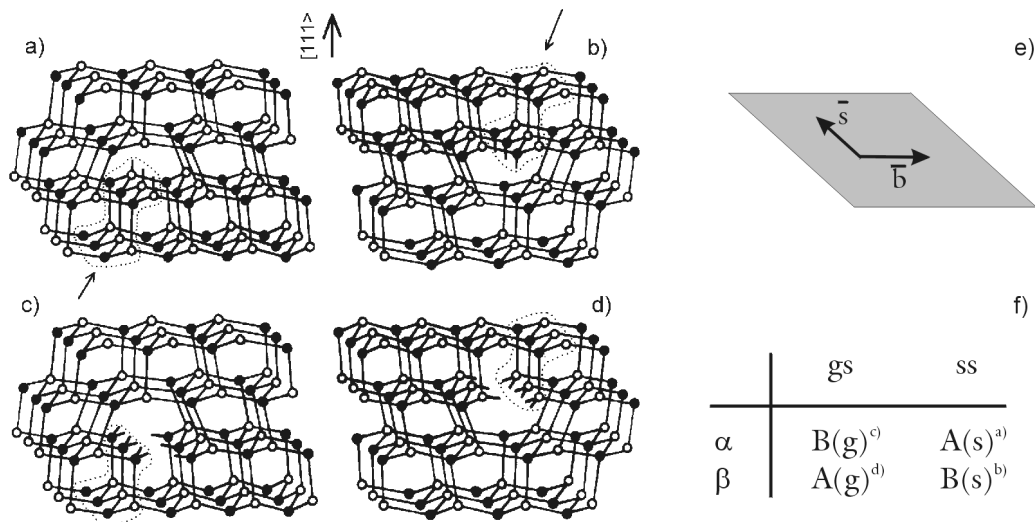


Abb. 2.5 Vollständige 60° -Versetzungen. (a) A-Typ im shuffle-set A(s), (b) B-Typ im shuffle-set B(s), (c) B-Typ im glide-set B(g) und (d) A-Typ im glide-set A(g). Die Extrahalbebenen sind gepunktet umrandet. In (e) ist die Lage von Versetzungslinienvektor \bar{s} und Burgersvektor \bar{b} in der waagerechten Gleitebene skizziert. Die Bezeichnungen α - bzw. β -Versetzung beschreiben den Einschub der Extrahalbebenen von „unten“ bzw. „oben“ [geo87].

Ein hexagonaler Versetzungsring in seiner dissoziierten Form ist in Abb. 2.6 dargestellt [coo89]. Der Bereich des Shockleyschen Stapelfehlers ist grau eingefärbt. Besonderes Augenmerk liegt auf der Tatsache, dass die Schraubenversetzungen ebenso wie die 60° -Versetzungen in polare Partialversetzungsanteile aufspalten. In der Abbildung ist zusätzlich die Konfiguration von \rightarrow Superkinken auf den einzelnen Versetzungssegmenten dargestellt. Eine Versetzungsbewegung erfolgt im Rahmen des Peierls-Mechanismus [pei40] durch die Nukleation, Bewegung und Annihilation von \rightarrow Kinken (siehe Kapitel 6). Aufgrund der unterschiedlichen strukturellen Eigenschaften der verschiedenen Versetzungssegmente des Versetzungsringes ist ein asymmetrisches Verhalten hinsichtlich der Versetzungsbewegung zu erwarten.

Das skizzierte Modell der Gleitversetzungsstruktur kann für die Analyse der generierten Defektanordnung in den $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Gleitsystemen zu Grunde gelegt werden. Bei gegebener Absolutorientierung des Probenkristalls ist aus der Kenntnis der geometrischen

Anordnung der aktivierten speziellen Gleitsysteme auf die Verteilung insbesondere der polaren Liniensegmente in der Versetzungskonfiguration zu schließen.

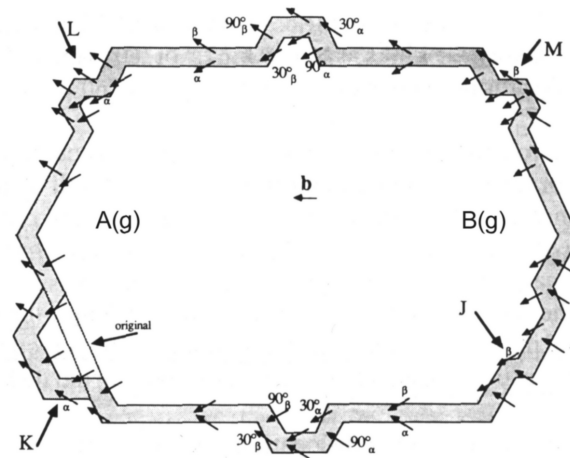


Abb. 2.6 Hexagonaler Versetzungsring im $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Gleitsystem, bestehend aus 60° -A(g)- und -B(g)- und (s,s')-Schraubensegmenten. Der Ring ist in seiner dissoziierten Form dargestellt (aus [coo89]). Zusätzlich ist das Auftreten von Superkinken skizziert.

Bei der genauen theoretischen Berechnung der totalen Versetzungsenergien ist die Rekonstruktion der Versetzungskernstrukturen zu berücksichtigen [jon81].

2.2.3 $\{111\}\langle 110\rangle$ -Gleitsysteme

Eine vollständige Übersicht über die möglichen $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ Gleitsysteme bieten die zwei für die Zinkblendestruktur existierenden A- und B-Typ Thompson-tetraeder [tho53, hoe97], die sich als Folge der Polarität der $\{111\}$ -Ebenen ergeben. Sie sind in Abb. 2.7 dargestellt.

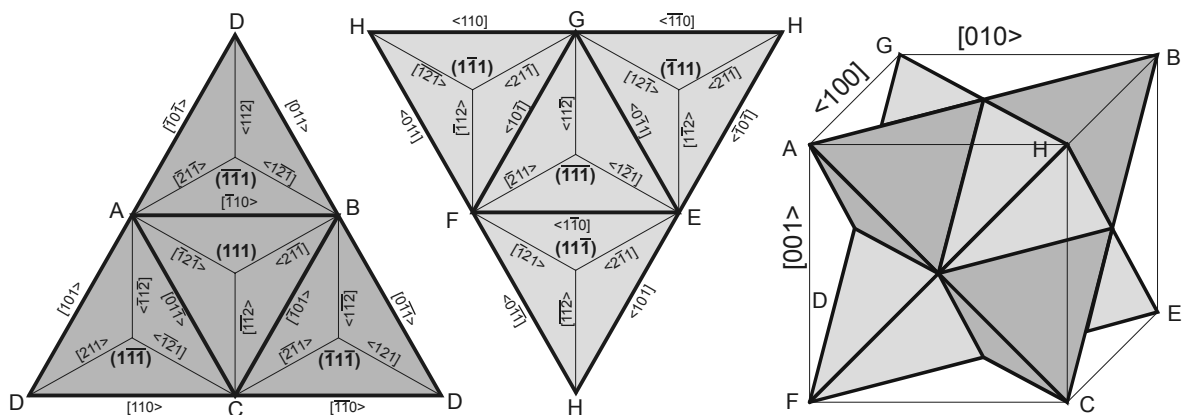


Abb. 2.7 Aufgeklappte „polare“ Thompson-tetraeder [tho53, hoe97]. Für das linke Tetraeder gilt: Die Spitze D liegt unterhalb der Zeichenfläche, d.h. man schaut auf die Außenflächen des Tetraeders. Betrachtet man das Tetraeder als Kristall mit $\{111\}$ -Oberflächen, so sind diese A-terminiert. Es gibt ein zweites Tetraeder mit inverser Orientierung (Mitte) Für dieses Tetraeder gilt: Die Spitze H liegt oberhalb der Zeichenfläche, d.h. man schaut auf die Innenflächen des Tetraeders. Die Oberflächenbezeichnungen beziehen sich jedoch wie im linken Tetraeder auf die Außenflächen. Damit ergibt sich eine B-Terminierung. Rechts ist die Lage der Tetraeder perspektivisch dargestellt.

Die Betrachtung der polaren Thompson-Tetraeder lässt zwei verschiedene Interpretationen zu:

1. Man denke sich die Tetraeder als reale $\{111\}$ -Oberflächen eines Kristalls. Eine nichtrekonstruierte Oberfläche besteht aus offenen Bindungen, in Richtung der Oberflächennormalen liegen. Im Koordinatensystem der Elementarzelle in Abb. 2.2 folgt für das (linke) dunkelgraue Tetraeder eine Terminierung mit A-Atomen, die Oberflächen des (rechten) hellgrauen Tetraeders sind B-terminiert.
2. Die Tetraederflächen stellen Gleitebenen (im glide-set) dar, die Kanten der Tetraeder bestimmen die Gleitrichtungen. Unter der Annahme lokaler Deformation, und zwar in der Art, dass der Kristallbereich im Inneren der Tetraeder komprimiert wird, folgt aus Abb. 2.4 und Abb. 2.5 die Bildung von B(g)-Versetzen in den im linken Tetraeder definierten Gleitsystemen bzw. von A(g)-Versetzen in den im rechten Tetraeder definierten Gleitsystemen. Folglich ist der vorrangig gebildete Versetzungstyp einer gegebenen Verspannung in einer bekannten Kristallanordnung direkt aus der Lage der beiden Thompson-tetraeder und der darin wirksamen Gleitsysteme ablesbar.

Die zweite Interpretation findet im folgenden Eingang in die Beschreibung realer Defektstrukturen nach Mikrodeformation von Volumenkristallen bzw. Misfitversetzungsstrukturen in heteroepitaktischen Schichten.

2.3 Versetzungsstrukturen nach Mikrodeformation niedrigindizierter Probenoberflächen

Gleitversetzungen entstehen in Halbleiterkristallen durch plastische Deformation. Das gezielte Einbringen von Versetzungen kann durch uniaxiale Kompression, durch Biegung oder durch lokale plastische Deformation mittels Ritzen oder Indentierung (\rightarrow Mikrodeformation [huel80, hoe84, hirs85, bra86, lei88, riv91, bou93, gal94]) erfolgen.

Bei der Mikrodeformation werden spezielle Defektkonfigurationen [hoe84, hirs85, lei87, lei89a, win92, wey93, hoe97] gebildet. Man unterscheidet die Oberflächen- bzw. „Tangentialgleitung“ [hu75, hu77, rosh79, hoe84, schr89a] parallel zur Oberfläche von der Volumen- bzw. „Tetraedergleitung“ [sum75, rob83, tar89, riv91] in das Kristallmaterial hinein. Die Gleitrichtungen sind vorrangig die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Im diesem Kapitel wird ein Modell vorgestellt, welches sowohl die Tangential- als auch die tetraedrische Gleitung nach Mikrodeformation niedrigindizierter Probenoberflächen beschreibt.

Anhang 9.6 beschäftigt sich mit der Entstehung und Anordnung von Misfitversetzungen aus der Aktivierung von $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Gleitsystemen in kompressiv verspannten, epitaktisch gewachsenen Schichten auf (001)-orientiertem Substrat.

2.3.1 Allgemeines Modell

Bei der Mikrodeformation durch Indentierung oder Ritzen einer Kristalloberfläche erfolgt eine lokale plastische Deformation durch Versetzungsbildung in speziellen Gleitgeometrien. Für den Fall der Mikroindentierung ist das Auftreten von Gleitprismenstrukturen bekannt [hu75].

Im folgenden Kapitel wird ein generalisiertes Gleitprismenmodell für das $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Gleitsystem in der Zinkblendestruktur dargestellt. Bisherige Betrachtungen in der Literatur beziehen sich jeweils nur auf eine spezielle Probenorientierung (z.B. [hu75]-(001), [kou00]-

(111)). Das hier vorgestellte Modell beschreibt auf der Grundlage der Definition von $\langle 110 \rangle$ -Gleitprismen in der Zinkblendestruktur die Versetzungsanordnung nach Mikroindenterung von willkürlichen Einkristallobereflächen. Es kann für beliebig orientierte Proben angewendet werden. Beispiele für Defektkonfigurationen nach Indentierung niedrigindizierter Oberflächen mit „moderaten“ Lasten werden detailliert dargestellt. Experimentelle Beobachtungen zur Verifikation des Modells werden in Kapitel 5 behandelt. Ebenso werden in diesem Kapitel Sonderfälle wie die Indentierung mit „hohen“ Lasten diskutiert.

Grundlage des Gleitprismenmodells ist die Versetzungsbewegung im Gleitsystem $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$, d.h. die Existenz von $\{111\}$ -Gleitebenen und $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen. Das Gleitprismenmodell folgt der Vorstellung, dass aufgrund der kompressiven Verspannung eine Relaxation des Kristalls durch plastischen Fluss von Material vom Deformationszentrum weg nach außen erfolgt. Dabei wird aufgrund der Dominanz des $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Gleitsystems vorzugsweise Material in durch die $\{111\}$ -Gleitebenen abgegrenzten Bereichen in die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen bewegt. Dies wird durch die Nukleation und Ausbreitung von Gleitversetzungen innerhalb des jeweiligen Gleitprimas realisiert.

Eine allgemeine Vorstellung kann man erhalten, wenn man sich ein kugelförmiges Deformationszentrum geringer Ausdehnung im Kristallinnern vorstellt. Realisieren ließe sich solch eine Situation durch Einbringen eines Einschlusses mit höherem thermischen Ausdehnungskoeffizienten in das Innere des zu deformierenden Materials. Durch Temperaturerhöhung würde es zur plastischen Deformation kommen. Folge der Deformation ist das Abgleiten von Kristallmaterial in jede der zwölf, vom Deformationszentrum ausgehenden $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Auf jeder der 48 begrenzenden $\{111\}$ -Gleitebenen würden Versetzungsschleifen gebildet.

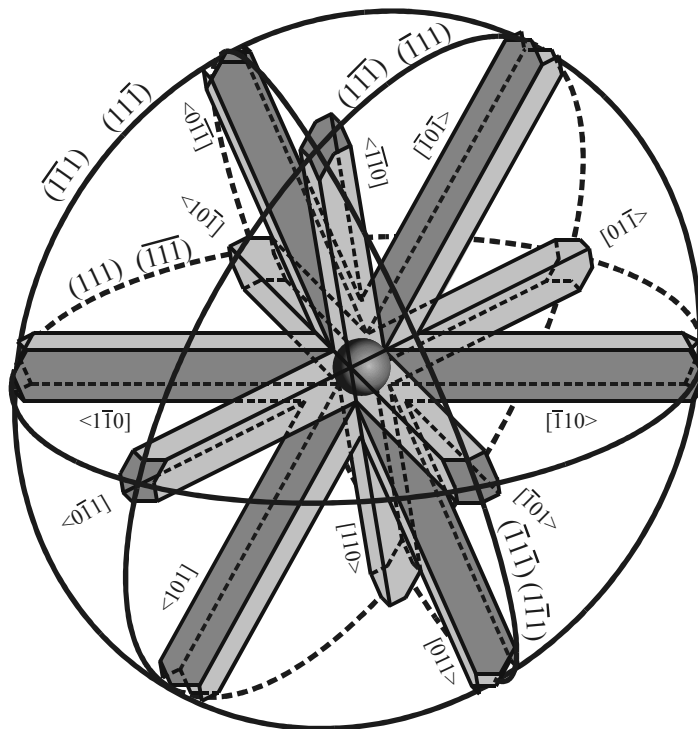


Abb. 2.8 Modell der räumlichen Anordnung der deformierten Bereiche eines Kristalls bei Vorhandensein eines kompressiven Deformationszentrums im Innern. Zu erkennen sind die in alle $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ausgehenden Gleitprismen, die durch $\{111\}$ -Gleitebenen begrenzt sind. Eine vom Zentrum weg gerichtete Materialverschiebung erfolgt durch Nukleation und Ausbreitung von Versetzungshalbschleifen auf diesen Gleitebenen vornehmlich innerhalb des Gleitprismenvolumens.

Eine perspektivische Darstellung des Deformationsbereiches um ein solches punktförmiges Deformationszentrum ist in Abb. 2.8 wiedergegeben. Jeder der 12 Arme des Deformationsgebietes stellt ein „Gleitprisma“ dar, innerhalb dessen die Materialverschiebung stattfindet.

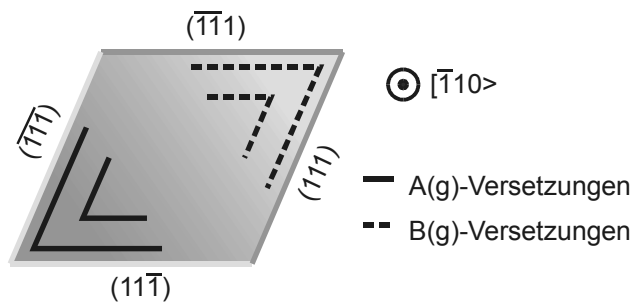


Abb. 2.9 $\langle 110 \rangle$ -Gleitprismenmodell mit polarer Versetzungsanordnung in der Zinkblendstruktur. Der schraffierte Bereich stellt das Gebiet dar, in dem Kristallmaterial verschoben wird. Begrenzt wird es durch vier $\{111\}$ -Ebenen. Die Verteilung der polaren 60° -Versetzungen ist angedeutet.

Ein Schnitt durch eines der 12 Gleitprismen ist in Abb. 2.9 dargestellt. Die Abbildung veranschaulicht die „generalisierte“ Gleitprismenstruktur, für welche die folgende Schreibweise angewendet wird:

$$\begin{array}{l}
 \text{A - Typ Gleitebenen} \quad \text{Gleitrichtung} \quad \text{B - Typ Gleitebenen} \\
 \{ \bar{1}\bar{1}\bar{1} \}; \{ 11\bar{1} \} \quad \langle \bar{1}10 \rangle \quad \{ 111 \}; \{ \bar{1}\bar{1}1 \}
 \end{array}$$

dies bedeutet, dass der $\langle \bar{1}10 \rangle$ -Gleitrichtung die vier $\{111\}$ -Gleitebenen zugeordnet sind, zu denen sie als Zonenachse gehört. Im Schnitt des Gleitprismas ist die Verteilung der polaren 60° -Versetzungen als Teile der Halbschleifen in den Gleitebenen angedeutet. Ihre Anordnung ist durch das Modell eindeutig vorgegeben.

Das hier beschriebene Gleitprismenmodell ist Grundlage der folgenden Betrachtungen zur Versetzungsanordnung nach Mikrodeformation auf den niedrigindizierten Kristalloberflächen $\pm(111)$, (110) und (001) . Es kann direkt angewendet werden, indem man die zu betrachtende Oberfläche in die dreidimensionale Anordnung der Gleitprismen einfügt. Sie schneidet das Deformationszentrum, so dass der Mittelpunkt in Abb. 2.8 den Indenterindruck repräsentiert. Die unterhalb der Kristalloberfläche liegenden Teile bilden die plastisch deformierten Kristallbereiche. Sie umfassen die Gleitprismenanordnung sowohl der Tangential- als auch der Tetraedergleitung.

2.3.2 Versetzungsanordnung nach Mikrodeformation der polaren $\pm(111)$ -Oberflächen

In Abb. 2.10 ist in das 3D-Modell aus Abb. 2.8 die $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche einbeschrieben und die obere Hälfte der Gleitprismenanordnung entfernt worden. Klar erkennbar sind die sechs $\langle 110 \rangle$ -Ausbreitungsrichtungen in der Oberfläche sowie die drei Volumengleitrichtungen.

In Abb. 2.11 ist die Versetzungsanordnung für eine der tangentialen $\langle 110 \rangle$ -Ausbreitungsrichtungen skizziert. Aus ihr geht unmittelbar die Versetzungsverteilung im oberflächennahen Bereich hervor. Man erkennt durch die Oberfläche stoßende polare 60° -Versetzungssegmente (\rightarrow Durchstoßversetzungen), hier ist der obere Schraubenanteil der Halbschleife bereits ausgewandert (\rightarrow Viertelschleife).

Der Abbau der lokalen Verspannung erfolgt durch Generation mehrerer Versetzungsschleifen. Daraus resultiert eine Aufreihung von Durchstoßversetzungen zu „Versetzungszweigen“ bzw. „Versetzungsbändern“. Es ergibt sich eine 6-armige Versetzungsrosette mit dreizählige Symmetrie, wobei jeder der sechs Rosettenarme aus je zwei Zweigen mit unterschiedlich polaren 60°-Versetzungen besteht.

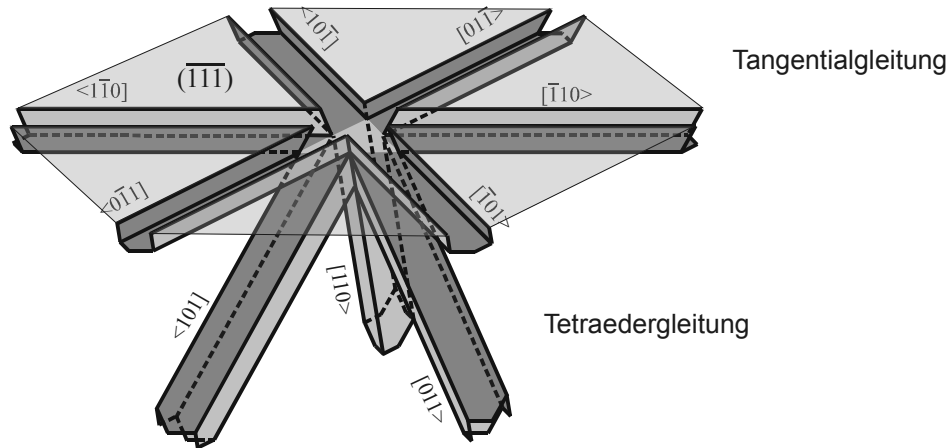


Abb. 2.10 Deformierte Bereiche (→ Gleitprismenanordnung) eines Kristalls nach Indentierung der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche.

In den oberflächenparallelen Gleitebenen werden Versetzungshalbschleifen mit den polaren 60°-Versetzungsegmenten je eines Typs gebildet. Ist die Polarität einer gegebenen $\{111\}$ -Probenoberfläche bekannt, so kann folglich direkt auf den polaren Charakter der oberflächenparallelen Versetzungshalbschleifen geschlossen werden. Für die (111) A-Oberfläche sind dies A(g)-Versetzungen, entsprechend sind es B(g)-Versetzungen für die $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ B-Oberfläche. Dies ist für die folgenden Betrachtungen eine entscheidende Schlussfolgerung.

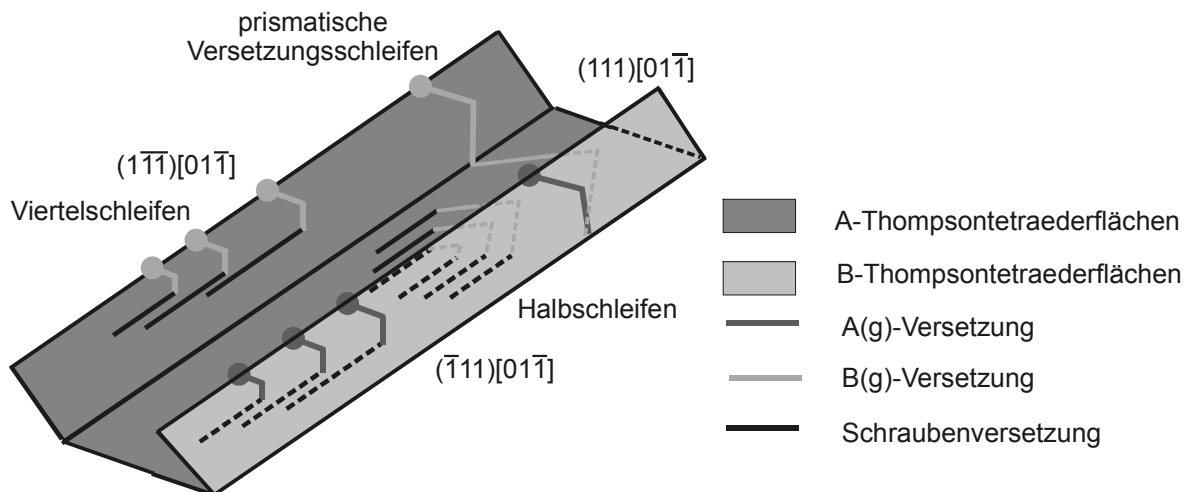


Abb. 2.11 In den Gleitebenen der Tangentialgleitprismen auftretende Versetzungen. Man erkennt die polaren 60°-Durchstoßversetzungen in den geneigt liegenden Ebenen sowie oberflächenparallele Versetzungshalbschleifen mit polaren 60°-Versetzunganteilen. Diese sind für eine gegebene Oberflächenpolarität immer von der gleichen Art. Die obere Versetzungslinie stellt einen Teil einer prismatischen Schleife dar. Hier sind alle Schraubenanteile annulliert. Die Schleife liegt in allen 3 Gleitebenen.

Die sich ausbildenden Versetzungshalbschleifen bestehen jeweils aus einem unipolaren 60°-Segment und den nachgezogenen antiparallelen Schraubensegmenten. Bewegen sich die Schraubenanteile ebenfalls nach außen, so kann es zu deren Annullierung mit Schrauben-

segmenten der anderen Gleitebenen kommen. Das Ergebnis sind prismatische Versetzungsschleifen aus den unterschiedlich polaren 60° -Versetzen, die in den korrespondierenden Gleitebenen liegen.

Die durch Mikrodeformation erzeugte Versetzungsstruktur ist im Rahmen dieser Arbeit mittels REM-KL Mikroskopie detailliert untersucht worden (Kapitel 5). Mit der KL-Mode wird die Defektstruktur in einem oberflächennahen Probenbereich abgebildet. Defektanordnungen in größerer Tiefe konnten durch eine kontrollierte Abtragsätze zugänglich gemacht werden.

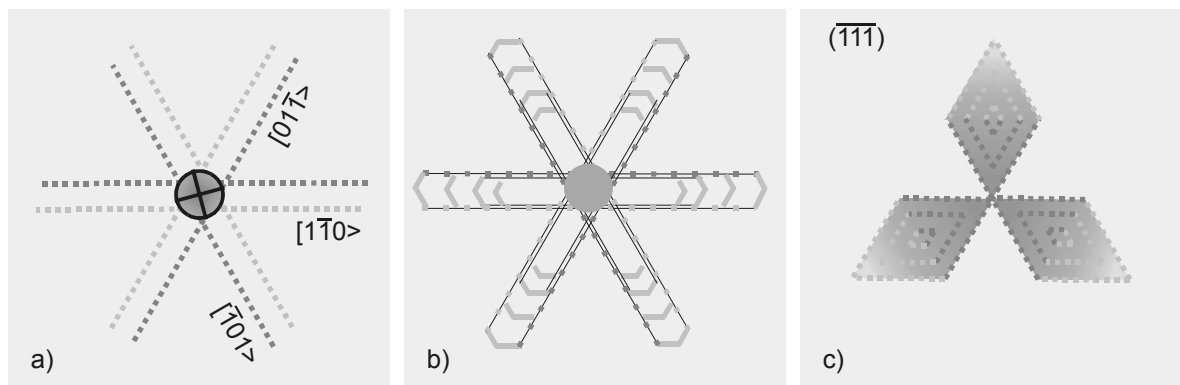


Abb. 2.12 Schema der Versetzungsanordnung in der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche für die Tangential- und Volumengleitung nach lokaler Mikrodeformation. In (a) ist die sechszählige Versetzungsrosette in der Oberfläche skizziert; jeder Arm besteht hier aus 2 Zweigen mit verschiedenen polaren 60° -Versetzen. In bestimmter Tiefe unter der Oberfläche werden oberflächenparallele Schleifen aus B(g)-Versetzen erwartet (b), Reste aus Durchstoßsegmenten und Schraubenanteile sind ebenfalls vorhanden. In größerer Tiefe ergibt sich die dreizählige Versetzungsanordnung der Volumengleitung (c). Für die (111) -Oberfläche gelten analoge Konfigurationen mit vertauschter Polarität der 60° -Versetzenanteile. Hellgrau dargestellt sind die B(g)-Versetzen, dunkelgrau die A(g)-Versetzen, Schraubenanteile sind schwarz. Punkte entsprechen Durchstoßversetzen, Linien sind oberflächenparallele Segmente.

Abb. 2.12 zeigt die aus den Vorhersagen des Gleitprismenmodells zu erwartende Versetzungsanordnung in der Oberfläche bzw. im oberflächennahen Bereich geringer Tiefenlage sowie im Volumen. Es kann klar zwischen tangentialer (a,b) und tetraedrischer Gleitung (c) unterschieden werden. Experimentelle Ergebnisse zur Tiefenabhängigkeit werden in Kapitel 5.1 behandelt.

Analog zur $\{111\}$ -Oberfläche können gleiche Betrachtungen zur Versetzungsanordnung nach Mikroindenterung für beliebige andere Oberflächenorientierungen durchgeführt werden. Durch Einbeschreiben der jeweiligen Kristalloberfläche in das allgemeine Modell in Abb. 2.8 erhält man die gesuchte Gleitprismenanordnung im oberflächennahen und Volumenbereich. Entsprechende Betrachtungen werden nachfolgend für die (110) - und (001) -Oberfläche durchgeführt.

2.3.3 Versetzungsanordnung nach Mikrodeformation der (110) -Oberfläche

Die Anwendung des vorliegenden Modells auf die (110) -Oberfläche sagt eine Defektkonfiguration entsprechend Abb. 2.13 voraus. Charakteristisch ist hier die Tatsache, dass es nur eine oberflächenparallele $\langle 110 \rangle$ -Richtung gibt, die $[1\bar{1}0]$ -Richtung. Dagegen existieren fünf Volumengleitprismen, ein flächennormales Prisma in $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung und vier Prismen, die alle in einem recht kleinen Winkel von 30° zur Oberfläche in die Tiefe gehen. Bei der

Projektion der letztgenannten $\langle 110 \rangle$ -Richtungen in die Oberfläche erhält man $\langle 211 \rangle$ -Richtungen.

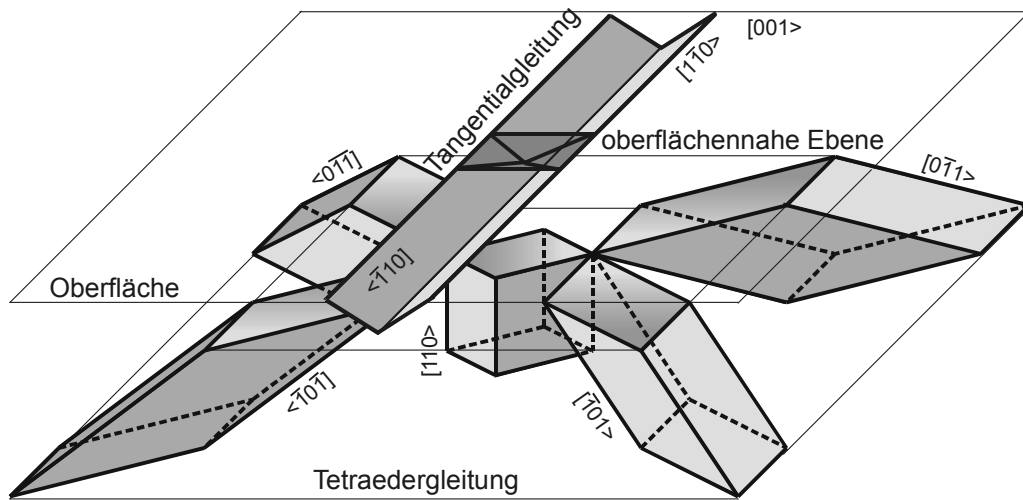


Abb. 2.13 Bereich der plastischen Deformation für die Indentierung einer (110) -Oberfläche. Zur Veranschaulichung sind die oberflächennahen Teile der Volumengleitprismen herausgenommen. Dargestellt sind die Tangentialgleitrichtung $[\bar{1}\bar{1}0]$ sowie die fünf Volumengleitrichtungen, einschließlich der oberflächennormalen $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung.

Abb. 2.14 zeigt die zu erwartende Versetzungsanordnung. Es besteht eine Spiegelsymmetrie entlang der $[001]$ -Richtung. Aufgrund des geringen Winkels der vier Gleitrichtungen $[\bar{1}01]>$, $[\bar{1}0\bar{1}]>$, $[0\bar{1}\bar{1}]>$ und $[0\bar{1}1]>$ zur Oberfläche ist mit der Beobachtung von durch die Oberfläche stoßenden Schraubenversetzungssegmenten des Volumengleitsystems bereits vor der Abtragsätze zu rechnen. Wie experimentelle Ergebnisse in Kapitel 5 zeigen, können auch polare 60° -Versetzungen des Volumengleitsystems an der Oberfläche beobachtet werden. Dies hängt vor allem von der bei der Deformation gewählten Indenterlast ab.

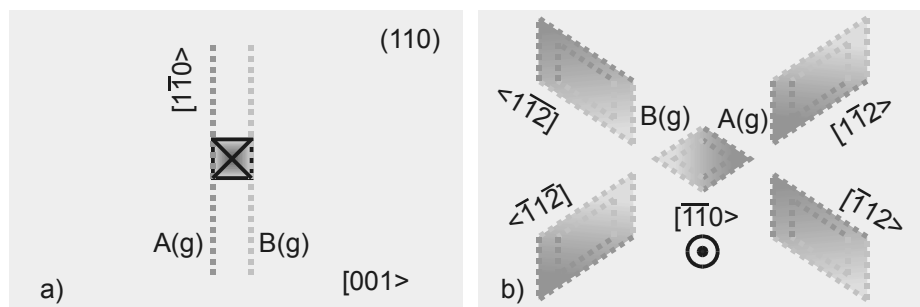


Abb. 2.14 Erwartete Versetzungsanordnung für Indentierung einer (110) -Oberfläche direkt an der Oberfläche (a) durch ein Tangentialgleitprisma und in der Tiefe (b) durch 5 Volumengleitprismen. Zu entnehmen ist die Anordnung der polaren Versetzungsanordnungen.

2.3.4 Versetzungsanordnung nach Mikrodeformation der (001) -Oberfläche

Entsprechende Betrachtungen führen für die (001) -Oberfläche zu Versetzungsanordnungen wie Abb. 2.15 skizziert. Im Gegensatz zu den bisher betrachteten $\pm\{111\}$ - und $\{110\}$ -Probenorientierungen entsteht hier in der Oberfläche eine Versetzungsrosette mit zweizähliger Symmetrie (a). Die zwei zueinander senkrechten Rosettenarme bestehen aus 60° -Durchstoßversetzungssegmenten mit entgegengesetzter Polarität. Jeder Rosettenarm wird

aus zwei gleichartigen Zweigen gebildet. Für die Volumengleitung ergibt sich ebenfalls eine zweizählige Symmetrie.

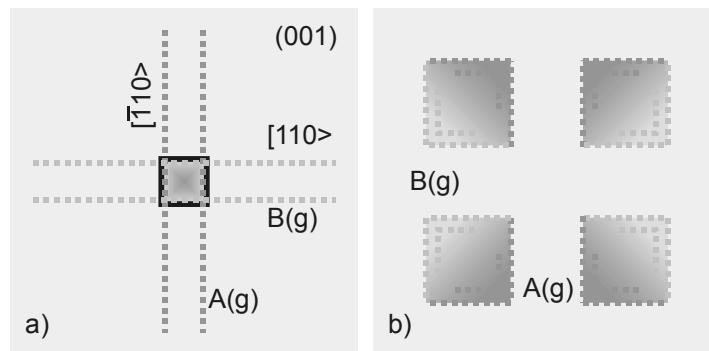


Abb. 2.15 Erwartete Versetzungsanordnung nach Indentierung einer (001)-Oberfläche direkt an der Oberfläche (a) durch zwei Tangentialgleitprismen und in einiger Tiefe (b) durch 4 Volumengleitprismen. Zu erkennen ist die charakteristische Verteilung der polaren Versetzungsanteile

Obige Betrachtungen ergeben sich direkt aus dem in Kapitel 2.3.1 entwickelten Gleitprismenmodell. Experimentelle Betrachtungen in Kapitel 5.1 bestätigen die Gültigkeit dieses Modells. Auf Spezialfälle, die zu weitergehenden Betrachtungen und Verfeinerungen des Modells führen, wird dort eingegangen.

3 REM-KL Untersuchungen an Halbleitern

3.1 Experimentelle Grundlagen

3.1.1 Die Methodik

Beim Beschuss einer Probe mit einem fein fokussierten Elektronenstrahl ($\varnothing \geq 10\text{nm}$) mittlerer Energie (etwa $0,5\text{-}40\text{keV}$, $0,05\text{-}10\text{nA}$) wird diese lokal angeregt. Die Reaktion besteht in der Emission einer Vielzahl verschiedener Signale aus dem angeregten Probenbereich, die zur Charakterisierung der Probeneigenschaften benutzt werden. Durch eine Rasterung des Strahls kann eine laterale Abbildung der Probenoberfläche erhalten werden. Sekundär- und Rückstreuelektronen ermöglichen die Abbildung der Probentopografie; Röntgenstrahlung dient der Elementanalyse und damit der Aufklärung der chemischen Struktur. In der Kathodolumineszenz-Mode werden möglichst effektiv die aus der Probe austretenden Photonen des Energiebereichs $0,7\text{eV}$ (nahes Infrarot) bis 6eV (nahes Ultraviolett) gesammelt und integral oder spektral aufgelöst detektiert. Man erhält eine Kombination aus spektraler und lateraler Information, die i.a. nur bei getrennter Photolumineszenzmessung und transmissions- bzw. rasterelektronenmikroskopischen Strukturuntersuchung anfallen. Dieser erweiterte Informationsgehalt begründet die Leistungsfähigkeit der REM-KL Methode. Insbesondere bei optoelektronischen Halbleitermaterialien kann auf die elektronische Struktur der Proben geschlossen werden.

3.1.2 Experimenteller Aufbau

Grundausrüstung der REM-Labore des Fachbereichs Physik der MLU Halle sind zwei konventionelle Rasterelektronenmikroskope (Tesla BS300, Jeol JSM6400). Beide sind mit Turbomolekularpumpen ausgestattet, um ein Hochvakuum frei von Treibmittelrückständen zu garantieren. Probenwechsel erfolgen durch Flutung mit trockenem Stickstoff bzw. über Probenschleusen. An beiden Systemen ist eine Messung im Temperaturbereich von $4,5\text{-}300\text{K}$ möglich. Eine schematische Darstellung des experimentellen Aufbaus der Kathodolumineszenz-Mode im Rasterelektronenmikroskop (REM-KL) gibt Abb. 3.1.a).

Für die Kathodolumineszenzmessungen stehen zwei optische Systeme zur Verfügung, das Mono-CL System der Fa. Oxford Instruments und eine Eigenbauanordnung. Kernbestandteil beider Systeme ist ein oberhalb der Probe liegender elliptischer bzw. sphärischer Spiegel zur effizienten Sammlung des von der Probe emittierten Lichtes. Mit dem ersten System können

Standardmessungen durchgeführt werden, man kann beliebig zwischen panchromatischer und spektral aufgelöster Messung umschalten. Durch den Einsatz eines SEV für den spektralen Bereich von 300nm bis 950nm und eines Ge-Detektors im Bereich von 900nm bis 1700nm kann eine große Palette von Materialien untersucht werden. Es stehen zwei Gitter für monochromatische Untersuchungen zur Verfügung (600Linien/mm - IR-Bereich, 1200Linien/mm - sichtbarer Bereich). Das Eigenbausystem gestattet aufgrund seines einfachen Aufbaus mit nur einem sphärischen Spiegel zur optischen Abbildung eine hohe Sammlungseffizienz. Das Licht gelangt direkt zum Detektor oder wird auf den Eingangsspalt eines Spektrometers abgebildet. Hier findet ein System der Fa. ISA Anwendung, das aus einem „Triax 190“ Monochromator (Gitter mit 100/600/1200 Linien/mm) und einem CCD-Array (MTECCD1024x128-5) besteht. Im Bereich von 400nm-950nm können somit komplette Spektren in sehr kurzer Zeit aufgenommen werden. Dies ermöglicht prinzipiell die Anwendung der KL Wavelength-Imaging Technik (→ CLWI [chr90]).

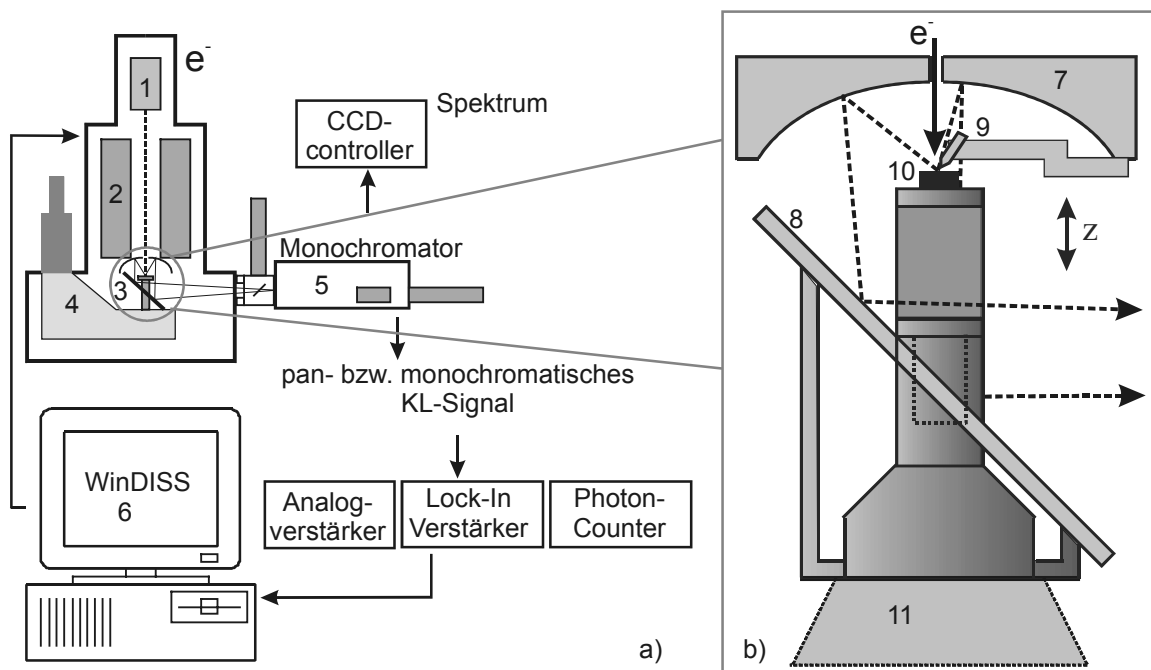


Abb. 3.1 REM-KL Messplatz (a, schematisch). Aus der Kathode (1) emittierte Elektronen werden von der Elektronenoptik (2) auf die Probe (3) fokussiert. Die Probe wird mittels Cryo-System (4) auf Temperaturen im Bereich von 4,5-300K abgekühlt. Die Lumineszenz wird von einem optischen Detektionssystem (5), bestehend aus Monochromator und verschiedenen Detektoren, pan- oder monochromatisch gemessen. Das Bildaufnahmesystem WinDISS (6) steuert die Position des Elektronenstrahls während der Messung und erfasst die KL-Daten quantitativ. In b) ist die Konstruktion zur in-situ Deformation dargestellt. Man erkennt das optische Sammelsystem aus sphärischem und 45°-Spiegel (7, 8). Oberhalb der Probe befindet sich eine Indenterspitze (9), die durch vertikale Verschiebung des Probenhalters mit der Probe (10) in mechanischen Kontakt gebracht werden kann. Die thermische Anbindung an das Cryo-System erfolgt über einen „Schwalbenschwanz“-Probenhalter (11) der Fa. Oxford Instr./UK.

Aufgrund der geringen Signalintensitäten wurde neben der analogen Signalverstärkertechnik in den letzten Jahren zunehmend die Lock-in Technik und in jüngster Zeit ebenfalls das Photon-Counting eingesetzt. Beide Verfahren sind notwendig, um Versetzungskontraste quantitativ den Bildinformationen entnehmen zu können (siehe Kapitel 7). Sie sind für die Bestimmung der elektronischen Eigenschaften von Versetzungen unverzichtbar.

Eine entscheidende Neuentwicklung im Rahmen dieser Arbeit ist die Einführung der dynamischen REM-KL. Mit Hilfe eines neuen Bildaufnahmesystems (WinDISS, Fa. Point

Electronic) ist es möglich, kontinuierliche Messungen von Bildsequenzen durchzuführen. Dabei weist das vorhandene System bezüglich lateraler und zeitlicher Auflösung eine große Flexibilität auf. Bei geeigneter Wahl der Parameter ist ein quasi TV-Betrieb möglich. In der vorliegenden Arbeit wurde die DynREM-KL zum in-situ Studium von Versetzungsbewegungen genutzt (siehe Kapitel 6).

Eine wichtige Entwicklung im Rahmen des Gesamtsystems ist ferner die Konstruktion einer in-situ Mikrodeformationsvorrichtung. Der Aufbau ist schematisch in Abb. 3.1.b) skizziert. Mit Hilfe einer elektrochemisch geätzten Wolframspitze (Spitzenverrundung $1\text{-}5\mu\text{m}$) konnten auf GaAs- und CdTe-Proben in-situ Deformationen in Form von „Mikroindrücken“ und Ritzen (Kratzern) eingebracht werden. Die Spitze befindet sich dabei, befestigt an der Halterung des sphärischen Spiegels, im Fokus der KL-Optik und auf der Achse des elektronenoptischen Ablenkungssystems. Der Indentierungsvorgang kann demzufolge direkt in der SE- und KL-Mode beobachtet werden. Aus der Literatur ist nur ein vergleichbares Experiment bekannt [akc92].

3.1.3 Probenpräparation

3.1.3.1 Probenmaterial, Orientierung, Herstellung geeigneter Probenoberflächen

Als speziell ausgewähltes Material für die Untersuchung von Gleitversetzungsstrukturen im Zinkblendegitter dienen CdTe-Volumenkristalle. Eine detaillierte Beschreibung des Probenmaterials und der Präparation findet sich in [hoe97]. Die Kristalle wurden kristallografisch orientiert und (001)- und $\pm(111)$ -Oberflächen präpariert. (110)-Oberflächen wurden durch Spaltung erzeugt.

Für die Beobachtung von Versetzungsbewegungen nach dem REDG-Effekt wurden GaAs:Si Volumenkristalle der Orientierungen (001) und $\pm(111)$ benutzt. Das Material ist n-leitend ($n: \approx 10^{18} \text{ cm}^{-3}$). Die Präparation erfolgte in analoger Weise wie im Falle des CdTe. Die Probenkristalle zeigten eine zu vernachlässigende Konzentration an Präparationsdefekten.

Zum kontrollierten Ätzabtrag der CdTe-Volumenproben wurde für alle Orientierungen 1%-ige Lösung von Brom in Methanol bei Raumtemperatur verwendet [win92]. Damit ergab sich für die untersuchten Oberflächen eine etwa gleiche Ätzabtragsrate von ca. $4\mu\text{m}/\text{min}$. Mittels optischer und rasterelektronenmikroskopischer Untersuchungen konnte ein ausreichend flächenhafter Abtrag ohne Bildung störender Ätzstrukturen bestätigt werden. Eine leichte Kantenabrundung an Mikrohärteeindrücken und an den Kristallkanten wurde beobachtet.

Die Polarität der $\{111\}$ CdTe-Oberflächen wurde mittels Röntgenbeugung ermittelt (siehe Anhang 9.5).

3.1.3.2 Plastische Deformation mittels Mikroindentierung

Die mittels Mikroindentierung durchgeführte lokale plastische Deformation dient der Einführung von Versetzungsquellen und der Erzeugung einer definierten Ausgangskonfiguration von Gleitversetzungen in korrelierten $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Gleitsystemen. Ziel ist die Verfügbarkeit eindeutig identifizierbarer Versetzungsanordnungen mit ausreichend isolierten, gleitfähigen Einzelversetzungen entsprechend dem Gleitprismenmodell (Kapitel 2.3). Dabei

kommt der Beobachtbarkeit und Unterscheidung von A(g)-, B(g)- und Schraubenversetzungsanteilen in der mikroskopischen Verteilung der Gleitversetzungen eine ausschlaggebende Bedeutung zu.

Die Proben wurden zum überwiegenden Teil mit Hilfe eines Vickers-Indenters (Mikrohärtezusatz nach Hahnemann MHP100 am Auflichtmikroskop Neophot 2, Fa. Carl Zeiss Jena) lokal deformiert. Dabei wurden Mikrohärteeindrücke mit Lasten von 0,03-0,8N und orientierte Oberflächenkratzer (0,01-0,05N) auf die Probenoberflächen aufgebracht. Aufgrund der hohen Duktilität von CdTe kann hier auf eine weitere Probenbehandlung zur Aktivierung von Versetzungsgleitprozessen verzichtet werden. Eine ausreichende, thermisch aktivierte Versetzungsbewegung im GaAs erfolgt erst bei höheren Temperaturen. Für die Defektkontrastuntersuchungen nach Mikrodeformation wurde deshalb eine Temperung bei 350°C für 15min unter Argon Schutzgas durchgeführt [hoe84].

Eine andere Möglichkeit der Aktivierung von Versetzungsgleitprozessen besteht in der Ausnutzung der rekombinationsinduzierten Versetzungsbewegung (\rightarrow REDM-, \rightarrow REDG-Effekt). Hierbei wird eine ausgedehnte Versetzungsbewegung durch nichtstrahlende Ladungsträgerrekombination an den Versetzungen unter Energieabgabe an das Kristallgitter angeregt. Der Effekt wird in Kapitel 6 näher betrachtet.

In Vorbereitung der in-situ Deformationsexperimente erwies eine genauere Betrachtung der Prozesse bei der Mikrodeformation als hilfreich. Diese Analyse umfasst im Ansatz den Bereich der elastischen Deformation, den Bereich des sogenannten „pop-in“-Effektes und die dabei vermutete erste Versetzungsnukleation einschließlich der Bildung von Versetzungsschleifen um die Deformationsstelle, sowie bei größer werdender Indenterlast die erwartete Ausbreitung von Versetzungen entsprechend dem Gleitprismenmodell.

Die Beobachtungen lastabhängiger Versetzungskonfigurationen in der REM-KL Mikroskopie geben Aufschluss über die fundamentalen Gleitprozesse. Es zeigt sich, dass bei kleinen Indenterlasten die Geometrie des Indenters und das daraus resultierende anisotrope Deformationsfeld Auswirkung auf die entstehende Versetzungsanordnung haben. Im Rahmen dieser Arbeit wurden Experimente mit Vickers- (\rightarrow vierzählige Pyramide) als auch Berkovich-Indenter (\rightarrow dreizählige Pyramide) durchgeführt. Experimentelle Ergebnisse dazu sind in Kapitel 5 zu finden.

Die in-situ Deformationstechnik auf der Basis der entwickelten Mikrodeformationseinrichtung erweist sich für das Studium der Eigenschaften frisch erzeugter Versetzungen als sehr wertvolles Werkzeug. Dadurch kann die Nukleation, Multiplikation und Ausbreitung der Versetzungen während des Deformationsprozesses direkt beobachtet werden.

3.1.4 Photolumineszenzuntersuchungen

Zur genaueren Charakterisierung der verwendeten Probenmaterialien wurden begleitende Photolumineszenz-Messungen herangezogen [hil99]. Hier ist aufgrund der niedrigeren Temperatur (bis 1,7K) und der besseren spektralen Auflösung eine genauere Analyse der vorherrschenden Rekombinationsmechanismen möglich. Man erhält aus der bandkantennahen Lumineszenz Informationen hinsichtlich des Störstellengehaltes und des Verspannungszustandes des Materials. Dies ist besonders wichtig für die Analyse der untersuchten Heteroepitaxieschichten.

Polarisationsaufgelöste Messungen geben Aufschluss über mögliche Vorzugsrichtungen der Lumineszenzphänomene. So konnte festgestellt werden, dass die gefundenen Defektlumi-

neszenzen parallel zu den Defektlinien polarisiert sind. Polarisationsaufgelöste KL-Untersuchungen sind bisher noch nicht möglich. Ein Verfahren dazu wird zur Zeit entwickelt.

3.1.5 TEM-Messungen

Für eine detaillierte Analyse der lokalen Defektstruktur erwies sich der Einsatz der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) als nützlich. Mit Hilfe dieser Methode konnte die lokale Defektstruktur von Indentereindrücken sehr kleiner Lasten beobachtet werden [lei01]. Zusammen mit KL-Untersuchungen konnte so eine umfassende Analyse der Defektstruktur nach Mikrodeformation vom elastischen Verhalten bis hin zur starken lokalen Kristallstörung vorgenommen werden (Kapitel 5.2.2).

Bisher nicht in die Untersuchungen einbezogen wurde die Methode der TEM-KL [mit96,mit00]. Aufgrund der wesentlich größeren lokalen Auflösung ist es mit ihr prinzipiell möglich, die versetzungsgebundenen KL-Kontrastphänomene an bestimmten Versetzungsbestandteilen, wie Partialversetzungen oder Stapelfehlern zu lokalisieren. Neuere Arbeiten aus der Literatur [mit96,mit97, mit98, mit00] weisen darauf hin, dass die in ZnSe auftretende Y-Lumineszenz an Störungen der vollständigen 60° -Se(g)-Versetzungssegmente lokalisiert ist.

3.2 Entstehung des KL-Signals und des KL-Defektkontrastes

Eine detaillierte theoretische Beschreibung des KL-Signals eines defektfreien, halbunendlichen Halbleiters ist in [her84, her87a, her87b] zu finden. Im folgenden Abschnitt wird ein Überblick über die physikalischen Prozesse der Entstehung der Kathodolumineszenz im Halbleiterkristall gegeben sowie die Korrelation zu den experimentell zugänglichen Messgrößen hergestellt und deren Zusammenhang zu den Eigenschaften des Probenkristalls hergeleitet. So kann aus den experimentellen Informationen, d.h. der quantitativ und lateral aufgelösten Kathodolumineszenz des Probenkristalls auf die rekombinationskinetischen Eigenschaften, insbesondere der observierten Defekte geschlossen werden. Die experimentelle Technik wurde in der Weise weiterentwickelt, dass eine Analyse direkt aus den KL-Bildinformationen erfolgen kann (siehe Kapitel 3.1).

3.2.1 Kathodolumineszenz in Halbleitern

Durch den Beschuss der Probe mit Elektronen ausreichender Energie kommt es zur *Generation* von Elektronen-Loch (e-h) Paaren. Daraus resultiert die Ausbildung von orts- und zeitabhängigen Überschussladungsträgerdichten $\Delta n(\mathbf{r},t)$ und $\Delta p(\mathbf{r},t)$. Die entsprechenden temperaturabhängigen Gleichgewichtskonzentrationen auf Grund der Dotierung mit Donatoren und Akzeptoren der Dichten N_D und N_A seien $n_0(N_D, N_A, T)$ bzw. $p_0(N_D, N_A, T)$. Für die Gesamtladungsträgerkonzentration im Kristall gilt dann:

$$n = n_0 + \Delta n \quad , \quad p = p_0 + \Delta p \quad . \quad (3.1)$$

Nach einem *Transport* der Überschussladungsträger während ihrer Lebensdauer wird es zur strahlenden oder nichtstrahlenden *Rekombination* kommen. Die bei der strahlenden

Rekombination entstehende Lumineszenz wird zum Teil von der Probe *reabsorbiert* oder verlässt die Probe durch die Oberfläche und wird für das Messsystem detektierbar sein.

3.2.1.1 Generation

Zur Generation von Überschussladungsträgern sind Anregungsenergien größer als die Bandlücke in der Halbleiterprobe notwendig. Elektronen im keV-Bereich werden vor allem durch inelastische Streuung Energie an den Probenkristall abgeben. Eine vorhandene Exzessenergie wird durch die Emission optischer und akustischer Phononen abgebaut. Erzeugte heiße Ladungsträger relaxieren zunächst in den Bändern, bevor sie als thermalisierte Überschussladungsträger betrachtet werden können. Erfahrungsgemäss beträgt die Ionisationsenergie E_i , der zur Generation eines Elektronen-Loch Paares aufzubringende Anteil der Primärenergie, etwa das Dreifache der Bandlücke des Halbleiters [kle68, dru70].

Folgende Betrachtungen gelten unter der Annahme der Niederinjektionsbedingung. Hier ist die Konzentration der Überschussladungsträger viel kleiner als die der Majoritätsträger des (dotierten) Halbleiters.

Für eine stationäre, also zeitunabhängige Trägergeneration wurde in der Literatur im einfachsten Generationsmodell eine Punktquelle $g(\mathbf{r}) = G_0 \cdot \delta(\mathbf{r} - \mathbf{r}_g)$ am Ort \mathbf{r}_g innerhalb des Halbleiters angenommen. Ein realistischeres Modell folgt der Annahme einer innerhalb eines Kugelvolumens tangential zur Oberfläche konstanten Generationsrate. Der Kugelradius R_p steigt hier mit wachsender Strahlspannung U_b [her84].

Zur Bestimmung einer realistischen Generationsverteilung sind in der Literatur Monte-Carlo-Rechnungen durchgeführt worden [oel83, oel84, koc87, wer88]. In diesen Rechnungen wird eine stochastische Verteilung der Elektronenausbreitung aufgrund von Streu- und Energieverlustprozessen simuliert. Die Ergebnisse stehen in guter Übereinstimmung mit experimentellen Daten. Im Ergebnis dieser Rechnungen wurde den Monte-Carlo Daten ein aus drei Gaußfunktionen bestehender analytischer Ausdruck angepasst [oel84, koc87, wer88]:

$$g(\mathbf{r}) = G_0 \cdot \sum_{i=1}^3 \frac{c_i}{(2\pi)^{3/2} \cdot \sigma_i^2 \cdot \eta_i} \cdot \exp \left[-\frac{\mathbf{r}^2}{2\sigma_i^2} - \frac{(z - z_i)^2}{2\eta_i^2} \right] \quad (3.2)$$

Dabei werden Strahlaufweitung und Thermalisierung (i), diffusionsartige Ausbreitung (ii) und Rückstreuung der Elektronen (iii) berücksichtigt. Parameter der realistischen Generationsverteilungen für GaAs und CdTe sind in [koc87] bzw. [rei95] zu finden.

3.2.1.2 Drift und Diffusion

Unter dem Einfluss eines Konzentrationsgradienten werden die Ladungsträger im Kristall diffundieren. Der Trägertransport unter Einwirkung eines elektrischen Feldes \mathbf{F} wird als Drift bezeichnet. Für die Trägerdiffusion gilt die Einstein-Relation:

$$\frac{\mu_{e,h}}{D_{e,h}} = \frac{e}{kT} \quad (3.3)$$

$D_{e,h}$ sind die Diffusionskoeffizienten der jeweiligen Minoritätsladungsträger; $\mu_{e,h}$ die temperaturabhängigen Beweglichkeiten. Diese werden durch Streuprozesse der Ladungsträger an Dotieratomen und dem thermisch angeregten Gitter begrenzt.

Die Gesamtstromdichten aus Diffusion und Drift werden aus den Transportgleichungen für Elektronen und Löchern erhalten:

$$\mathbf{j}_e = \sigma_e \cdot \mathbf{F} + e \cdot D_e \cdot \nabla n \quad (3.4a)$$

$$\mathbf{j}_h = \sigma_h \cdot \mathbf{F} + e \cdot D_h \cdot \nabla p \quad (3.4b)$$

Alle Größen sind hier orts-, zeit- und temperaturabhängig. Für die Leitfähigkeiten gilt: $\sigma_e = ne\mu_e$ bzw. $\sigma_h = pe\mu_h$. Thermodiffusion und der Einfluss von Magnetfeldern werden hier vernachlässigt. Die elektrische Feldstärke $\mathbf{F} = -\nabla\varphi$ infolge eines „eingebauten“ Potentials φ bzw. bei Injektion von Ladungsträgern wird durch die Poissongleichung beschrieben:

$$\nabla\mathbf{F}(\mathbf{r}) = \nabla^2\varphi(\mathbf{r}) = -\frac{\rho(\mathbf{r})}{\epsilon_0\epsilon_r} = -\frac{e}{\epsilon_0\epsilon_r} \cdot (p(\mathbf{r}) - n(\mathbf{r}) + N_D^+ - N_A^-). \quad (3.5)$$

Die Ladungsdichte ρ setzt sich aus den freien Trägern n und p und den ortsfesten ionisierten Donatoren N_D^+ und Akzeptoren N_A^- zusammen.

3.2.1.3 Rekombination

Eine Vielzahl von Mechanismen führt zum Abbau der generierten Überschussladungsträger. Eine Übersicht über die hier relevanten Rekombinationsprozesse gibt Abb. 3.2. Grundsätzlich ist zwischen strahlenden und nichtstrahlenden Rekombinationsprozessen zu unterscheiden. Prinzipiell lassen sich aus der spektralen Verteilung der Lumineszenzstrahlung Rückschlüsse auf die im Kristall vorherrschenden Rekombinationsmechanismen ziehen.

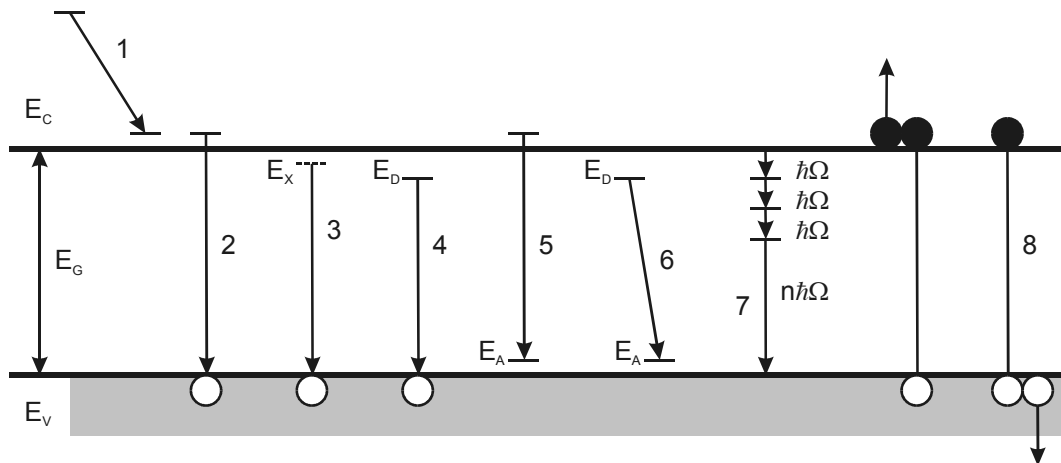


Abb. 3.2 Elektronische Übergänge in Halbleitern. (1) Intrabandübergang (Thermalisierung); *strahlend*: (2) Band-Band-Rekombination (direkt oder indirekt unter Phononenbeteiligung), (3) Zerfall von freien oder an Störstellen gebundener Exzitonen, (4,5) Band-Störstellenübergänge über Donator- bzw. Akzeptorniveau, (6) Donator-Akzeptor-Paar-Rekombination; *nichtstrahlend*: (7) Multiphononenrekombination, (8) Augerrekombination.

Die Effizienz strahlender Rekombination ist i.a. für Halbleiter mit direkter Bandlücke wie GaAs, InP, CdTe, ... größer als für indirekte Halbleiter wie Si, Ge, GaP, ..., da hier die Rekombination unter Phononenemission bzw. -absorption stattfindet.

Die spektrale Verteilung der Rekombinationsstrahlung steht über die van Roosbroeck-Shockley-Formel

$$Q(h\nu) = \frac{8\pi \cdot \alpha(h\nu) \cdot \mathbf{n}^2(h\nu) \cdot (h\nu)^2}{h^3 \cdot c^2 \cdot (e^{h\nu/kT} - 1)} \quad (3.6)$$

in Zusammenhang mit dem spektralen Absorptionskoeffizienten $\alpha(h\nu)$ und dem Brechungsindex $\mathbf{n}(h\nu)$, so dass das Band-Band-Emissionsspektrum i.a. berechnet werden kann [roo54]. Zur bandkantennahen Lumineszenz tragen in dotierten Halbleitern auch flache Störstellen und vor allem der Zerfall von freien oder gebundenen Exzitonen bei.

Die strahlende Donator-Akzeptor-Paarrekombination sowie Übergänge unter Beteiligung von an tiefen Zentren gebundenen Exzitonen führen häufig zu Lumineszenzbanden mit spezifischer Linienform in etwas größeren Abständen unterhalb der Gapenergie (E_g). Aufgrund der starken Lokalisierung tritt hier eine merkliche Elektron-Phonon-Kopplung auf. Diese bedingt eine vom Ladungszustand abhängige geometrische Störstellenkonfiguration, die bei elektronischen Übergängen unter Phononenaussendung relaxiert. Mit Hilfe des Konfigurationskoordinatenmodells und des Franck-Condon-Prinzips wird für tiefe Störstellenübergänge ein phononenassistiertes Emissionsspektrum mit einer Nullphononenlinie bei E_0 und Phononenreplika bei $E_0 - k \cdot \hbar\Omega$ unter Erzeugung von k Phononen erhalten [kre86]:

$$Q(h\nu) \sim \sum_{k=0}^{\infty} e^{-S} \cdot \frac{S^k}{k!} \cdot \frac{1}{1 + (h\nu - E_0 + k \cdot \hbar\Omega)^2 / \Gamma^2} \quad (3.7)$$

Die Amplitudenfolge entspricht dabei einer Poissonverteilung, wobei die einzelnen Satellitenlinien als lorentzverbreitert mit der Verbreiterungsenergie Γ angenommen werden. Für den Huang-Rhys-Faktor S (Erwartungswert der Verteilung, d.h. mittlere Zahl der emittierten Phononen) gilt vereinfacht im Wasserstoffmodell:

$$S = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot \hbar\Omega} \cdot \frac{e^2}{4\pi\epsilon_0 r} \cdot \left[\frac{1}{\epsilon_\infty} - \frac{1}{\epsilon_r} \right] \quad (3.8)$$

Hier sind ϵ_∞ die optische Dielektrizitätskonstante und r der Coulomb-Bindungsradius des Elektrons bzw. Lochs an der Störstelle.

Nichtstrahlende Übergänge sind in vielen Halbleitern bei Raumtemperatur häufig dominierende und lebensdauerbegrenzende Rekombinationsmechanismen. Zur Beschreibung dient meist das Shockley-Read-Hall-Modell (SRH). Hier wird die Rekombination über ein diskretes Niveau in der verbotenen Zone beschrieben. Dies kann durch tiefe Störstellen und Punktdefekte entstehen. Das Modell dient jedoch auch zur Beschreibung der Rekombination an Versetzungen sowie Ober- bzw. Grenzflächen [sho52, hal52].

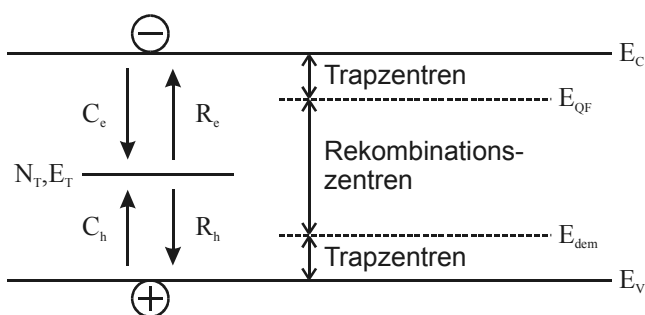


Abb. 3.3 Schema der Shockley-Read-Hall-Rekombination.

Das SRH-Modell geht von den vier Elementarprozessen aus, die zur Änderung eines vorhandenen energetischen Zustandes in der Energielücke beitragen. Diese sind der Einfang von Elektronen bzw. Löchern in das tiefe Zentrum mit der Konzentration N_T bei der Energie E_T sowie deren Reemission zurück ins Leitungs- bzw. Valenzband (Abb. 3.3). Es gelten

$$C_e = N_T \sigma_e v_e n (1-f) \quad R_e = N_T e_c f \quad C_h = N_T \sigma_h v_h p f \quad R_h = N_T e_h (1-f), \quad (3.9)$$

wobei $\sigma_{e,h}$ die Einfangquerschnitte sowie $v_{e,h} = (3kT/m_{e,h}^*)$ die thermischen Geschwindigkeiten von Elektronen und Löchern der effektiven Massen $m_{e,h}^*$ sind. f ist der Besetzungsfaktor des tiefen Niveaus im dynamischen Gleichgewicht der vier Teilprozesse. Im thermischen Gleichgewicht gilt: $C_e^0 = R_e^0$ bzw. $C_h^0 = R_h^0$. Aus der Besetzung f wird die Fermiverteilung f_0 und es gilt für die Emissionskoeffizienten: $e_c = \sigma_e v_e n_1$, $e_h = \sigma_h v_h p_1$ mit $n_1, p_1 = n, p$ ($E_F = E_T$).

Für die Nettorekombinationsrate folgt im Fall eines kleinen N_T :

$$R_{nr} = C_e - R_e = C_h - R_h = \frac{np - n_i^2}{\tau_{e0}(p + p_1) + \tau_{h0}(n + n_1)}, \quad \tau_{e0} = \frac{1}{N_T \sigma_e v_e}, \quad \tau_{h0} = \frac{1}{N_T \sigma_h v_h} \quad (3.10)$$

und die nichtstrahlende Lebensdauer

$$\tau_{nr} = \frac{\Delta p}{R_{nr}} = \frac{\tau_{h0}(n_0 + n_1 + \Delta p) + \tau_{e0}(p_0 + p_1 + \Delta p)}{n_0 + p_0 + \Delta p}. \quad (3.11)$$

Zustände zwischen dem Quasi-Ferminiveau E_{QF} der Majoritäten und dem an der Gapmitte gespiegelten Quasi-Ferminiveau, der sog. Demarkationsenergie $E_{dem} = E_V + E_C - E_{QF}$ wirken als effektive Rekombinationszentren, während Zustände außerhalb dieses Bereichs nur mit dem benachbarten Band wechselwirken und daher bevorzugt Haftzentren oder Traps für eine Trägerart darstellen (Abb. 3.3).

Die Gesamtheit strahlender und nichtstrahlender Rekombinationsprozesse bestimmt die Gesamtrekombinationsrate $R = R_r + R_{nr} = \Delta p / \tau$ bzw. die Gesamtlebensdauer τ (Addition der Teilprozesse gemäss $\tau^{-1} = \sum_i \tau_i^{-1}$) und die interne Quantenausbeute η des Halbleiters:

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_r} + \frac{1}{\tau_{nr}}, \quad \eta = \frac{R_r}{R_r + R_{nr}} = \frac{1}{1 + \tau_r / \tau_{nr}} = \frac{\tau}{\tau_r}. \quad (3.12)$$

Diffusionskoeffizient und Lebensdauer der Minoritätsträger lassen sich zur Minoritätsträger-Diffusionslänge $L = \sqrt{D\tau}$ zusammenfassen.

3.2.1.4 Die Kontinuitätsgleichungen

Das Gleichgewicht der vorangegangenen behandelten Prozesse von Ladungsträgergeneration, -transport und -rekombination lässt sich durch die Kontinuitätsgleichungen beschreiben:

$$\frac{\partial n}{\partial t} = \frac{1}{e} \nabla \cdot \mathbf{j}_e + g - R \quad (3.13a)$$

$$\frac{\partial p}{\partial t} = -\frac{1}{e} \nabla \cdot \mathbf{j}_h + g - R \quad (3.13b)$$

Die partiellen Differentialgleichungen (3.4), (3.5) und (3.13) bilden das allgemeine Grundgleichungssystem der inneren Elektronik eines Halbleiters.

Für Niederinjektion und konstante Temperatur erhält man aus (3.4) und (3.13) für die Minoritäts-Überschussladungsträgerdichte $q(\mathbf{r}, t)$ ($q = \Delta p$ im n- bzw. $q = \Delta n$ im p-Halbleiter):

$$-\frac{\partial}{\partial t} q(\mathbf{r}, t) + [D\nabla^2 q(\mathbf{r}, t) - \mu \nabla(\mathbf{F}(\mathbf{r}, t)q(\mathbf{r}, t))] - \frac{1}{\tau(\mathbf{r})} q(\mathbf{r}, t) = -g(\mathbf{r}, t) \quad (3.14)$$

Die Feldstärkeverteilung bestimmt sich aus (3.5) und kann bei totaler Verarmung in einer Raumladungszone konstant gesetzt werden (Schottky-Näherung).

Die stationäre Minoritätsträgerverteilung $q(\mathbf{r})$ in Anwesenheit eines ausgedehnten Effektes ohne Driftfelder ($\mathbf{F} = 0$) ergibt sich aus der stationären Kontinuitätsgleichung:

$$D\nabla^2 q(\mathbf{r}) - \frac{1}{\tau(\mathbf{r})} q(\mathbf{r}) = -g(\mathbf{r}) \quad (3.15)$$

Die ortsabhängige Lebensdauer $\tau(\mathbf{r})$ weist dabei unmittelbar auf den lokalen Einfluss des Volumendefektes hin. Grenzflächen am Ort \mathbf{r}_s werden durch die Randbedingung der Form

$$D \left. \frac{\partial q}{\partial n} \right|_{\mathbf{r}=\mathbf{r}_s} = v_s q(\mathbf{r}_s) \quad (3.16)$$

berücksichtigt, durch die ein Diffusionsstrom in Richtung der Grenzflächennormalen fließt. Die i.Allg. nichtstrahlende Grenzflächenrekombination erfolgt mit einer Geschwindigkeit v_s . In Raumrichtungen mit praktisch unendlicher Ausdehnung verschwindet die Ladungsträgerdichte ($q(\mathbf{r}) \rightarrow 0$ für $\mathbf{r} \rightarrow \infty$).

Die Kontinuitätsgleichung kann mit Hilfe der Methode der Greenschen Funktion gelöst werden, welche für verschiedene Probengeometrien bekannt ist [roo55, don78]. $G(\mathbf{r}, \mathbf{r}')$ entspricht der Ladungsdichteverteilung bei Generation durch eine Punktquelle bei \mathbf{r}' . Die ungestörte Ladungsträgerdichte in einem defektfreien Halbleiter für beliebige Generation folgt dann durch Integration über das Probenvolumen Ω_s zu:

$$q_0(\mathbf{r}) = \frac{1}{4\pi D} \int_{\Omega_s} d^3 \mathbf{r}' g(\mathbf{r}') G(\mathbf{r}', \mathbf{r}) \quad (3.17)$$

Gleichungen (3.14) und (3.15) sind die Grundlage für die Berechnung des KL-Kontrastes in Anwesenheit ausgedehnter Defekte und werden in Kapitel 7 benutzt.

3.2.1.5 Spektrale optische Absorption

Der spektrale optische Absorptionskoeffizient $\alpha(h\nu)$ ist eine weitere für das optische Verhalten eines Halbleiters relevante Größe. Er steht im Zusammenhang mit der komplexen dielektrischen Funktion $\varepsilon(h\nu)$ bzw. dem komplexen Brechungsindex $\mathbf{n}(h\nu)$:

$$\sqrt{\varepsilon} = \mathbf{n} = n + i\chi, \quad \alpha = \frac{4\pi\nu\chi}{c}, \quad (3.18)$$

wobei n und χ als (reeller) Brechung- bzw. Absorptionskoeffizient bezeichnet werden. Der Verlauf des Absorptionskoeffizienten am fundamentalen Übergang bei $h\nu \approx E_g$ spielt dabei die größte Rolle. Für parabolische Bänder erhält man einen wurzelförmigen Verlauf der direkten Absorptionskante:

$$\alpha(h\nu) \sim \sqrt{h\nu - E_g} \quad (h\nu \geq E_g). \quad (3.19)$$

Absorption von Lumineszenzstrahlung mit $h\nu < E_g$ ist nach dieser Formel nicht möglich. Abweichungen von diesem einfachen Verlauf ergeben sich durch Nichtparabolizität der Bänder, durch Entartung der Bänder bei hoher Dotierungskonzentration (Burstein-Moss-Effekt), durch innere elektrische Felder (Franz-Keldysh-Effekt) sowie durch exzitonische Absorption.

3.2.2 Die Messung des KL-Signals

Nachdem im vorangegangenen Kapitel 3.2.1 die fundamentalen Prozesse bei der KL-Signalentstehung betrachtet wurden, wird jetzt auf die eigentliche Messung eingegangen.

Die KL-Intensität, die von einem Spektrometersystem detektiert wird, kann durch

$$P(U_B, h\nu) = \int_0^\infty A(h\nu - h\nu') \cdot B(h\nu') \cdot I^{KL}(U_B, h\nu') \cdot d\nu' \quad (3.20)$$

beschrieben werden [her87]. $A(h\nu - h\nu')$ ist die sogenannte Spaltfunktion des Spektrometers mit einer apparatespezifischen, Gaußförmigen Funktion um die zentrale Wellenlänge $h\nu$. B ist eine wellenlängenabhängige Funktion, die die spektrale Empfindlichkeit des Detektorsystems, die Sammeleffizienz des optischen Systems und die Verstärkung des elektronischen Systems enthält. Die eigentliche Intensität des KL-Signals ist durch

$$I^{KL}(U_B, h\nu) = \int_0^{\Theta_c} \sin \Theta \cdot d\Theta \cdot \int_{\Omega_s} d^3\mathbf{r} \cdot Q(h\nu, \mathbf{r}) \cdot \frac{q(\mathbf{r})}{\tau_r} \cdot e^{(-\alpha(h\nu)z/\cos \Theta)} \quad (3.21)$$

gegeben [her84]. I^{KL} beschreibt den durch interne Absorption geänderten Photonenstrom, der im gesamten Probenvolumen Ω_s entsteht. Er ergibt sich aus der Rekombination der Überschussladungsträger $q(\mathbf{r})$, die nach der für die strahlende Rekombination charakteristischen Lebensdauer τ_r verschwinden. Beim Übergang der Photonen aus dem Halbleiter (\rightarrow optisch dichtes Medium) in das Vakuum (\rightarrow optisch dünnes Medium) können aber nur Photonen aus der Oberfläche des Halbleiters austreten, die in einem Winkel, der kleiner als der Winkel der Totalreflexion Θ_c ist, auf die Oberfläche treffen.

$Q(h\nu, \mathbf{r})$ ist die lokale interne spektrale Verteilung der Rekombinationsstrahlung innerhalb der Halbleiterprobe und damit die eigentlich relevante, experimentell zugängliche physikalische Größe. In ihr spiegeln sich die Informationen über die spektrale Position und Gestalt der beteiligten strahlenden Rekombinationskanäle und damit die elektronische und Störstellenstruktur des Halbleiters wider. Besondere Bedeutung kommt dabei den defektgebundenen strahlenden Rekombinationsvorgängen zu (siehe Kapitel 4).

3.2.3 Der REM-KL Defektkontrast

Der KL-Defektkontrast wird bisher im Rahmen des Volumenrekombinationsmodells betrachtet [pas87, sch89b]. Die an den frisch eingebrachten Gleitversetzungen erscheinenden KL-Kontraste weisen eine intrinsische Defektrekombinationswirksamkeit nach. Zum Verständnis der Rekombinationswirksamkeit der Versetzungen muss die Existenz von defekt-induzierten elektronischen Zuständen im Energiegap des Halbleitereinkristalls vorausgesetzt werden [far90a, far90b, kit93, wil89]. In neueren Arbeiten werden eindimensionale

Energiesubbänder für Elektronen und Löcher entlang der Versetzungslinie angenommen [reb91].

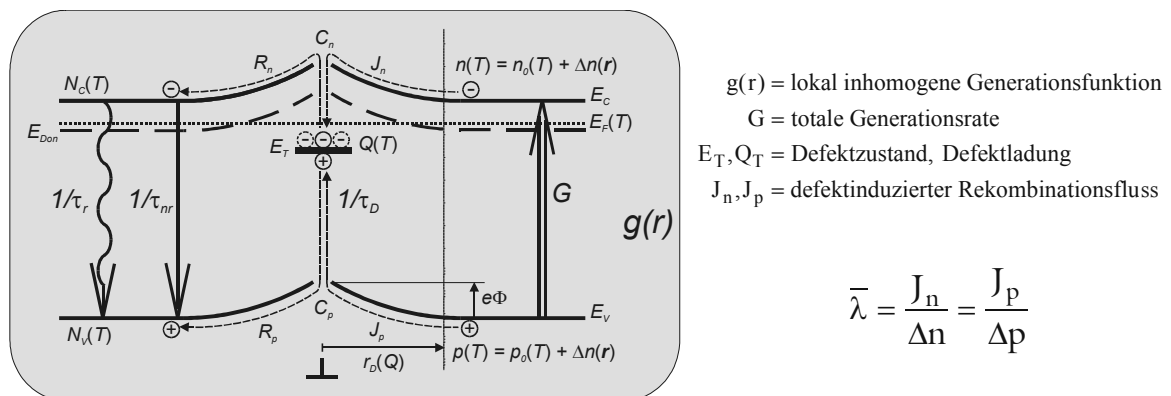


Abb. 3.4 Rekombinationsschema für defektgestörten (\rightarrow Versetzungslinie) Bereich im n-Halbleiter.

Abb. 3.4 zeigt das Rekombinationsschema für ein defektgestörtes Gebiet. Zu betrachten ist die Nichtgleichgewichtsträgergeneration G im Quasi-Gleichgewicht mit der strahlenden ($\sim 1/\tau_r$) und nichtstrahlenden ($\sim 1/\tau_{nr}$) Rekombination in der Matrix und dem defektgebundenen Trägereinfang ($\sim 1/\tau_D$). Die Gesamtwahrscheinlichkeit der Rekombination ist entsprechend Gleichung (3.12) gegeben durch:

$$\frac{1}{\tau} = \frac{1}{\tau_{nr}} + \frac{1}{\tau_r} + \frac{1}{\tau_D}. \quad (3.22)$$

Dabei sind τ_{nr} , τ_r die Trägerlebensdauern für die „Matrixrekombination“ und τ_D die defektbedingte Lebensdauer.

Für die Beschreibung des im Defektbereich messbaren KL-Signals müssen die inhomogene Generation der Mikrofokusanregung mit Diffusion und Drift der Ladungsträger und ihr Einfang sowie die gleichfalls mögliche Reemission aus den Defektzuständen berücksichtigt werden. Der defektinduzierte Ladungsträgereinfang führt rekombinationskinetisch stets zu einer Reduktion der Matrixlumineszenzintensität.

Für die Rekombinationswirksamkeit einer Versetzung wird die *totale Defektstärke* [hil91]

$$\bar{\lambda} = \pi \cdot r_D^2 / \tau_D \quad (3.23)$$

eingeführt. r_D ist hierbei der Defektradius, der den Wechselwirkungsbereich (\rightarrow „cross section“) der Versetzungen mit Nichtgleichgewichtsträgern charakterisiert. Die totale Defektstärke $\bar{\lambda}$ wird in Analogie zur Ladungsträgerrekombination an Oberflächen als „Linienrekombinationsgeschwindigkeit“ mit der Dimension $[\text{cm}^2/\text{s}]$ eingeführt [hil98]. $\bar{\lambda}$ bestimmt sowohl die strahlende als auch nichtstrahlende Ladungsträgerrekombination an den Versetzungen. Beide Fälle werden, wie unten gezeigt werden wird, im Defektkontrastverhalten experimentell beobachtet. Aus der Defektkontrasttheorie [hil98] ergibt sich der KL-Defektkontrast zu

$$c_{CL}(\xi) = \bar{\lambda}(r_D, \tau_D) \cdot c_0^*(\xi, \xi_D, U_b, \alpha_0, L, \tau) + \bar{\lambda}(r_D, \tau_D) \cdot c_{DL}^*(\xi, \xi_D, U_b, \alpha_{DL}, \alpha_0, L, \tau, \tau_r) \quad (3.24)$$

Die Defektstärke $\bar{\lambda}$ spiegelt die Defekteigenschaften r_D und τ_D wider. c_0^* und c_{DL}^* sind die partiellen Defektkontrastprofilfunktionen bezüglich des Kontrastanteils in der Matrixemission (\Rightarrow Dunkelkontrast) bzw. hinsichtlich einer möglichen versetzungsinduzierten Lumineszenz

(\Rightarrow Hellkontrastanteil). ξ_D und ξ bezeichnen hier die Defektpositionen bzw. den lateralen Abstand zwischen Defekt und Elektronenstrahl. Des weiteren sind c_0^* und c_{DL}^* von den experimentellen Bedingungen sowie den Matrixparametern abhängig. Dazu zählen neben der Beschleunigungsspannung U_b die spektralen Absorptionskoeffizienten α_0 und α_{DL} , die Diffusionslänge L und die Lebensdauern τ und τ_r . Simulationen zeigen den dominierenden Einfluss der Diffusionslänge auf die Temperaturabhängigkeit der Defektkontrastfunktionen. Gleichung (3.24) kann auch in folgender Form geschrieben werden:

$$c_{CL} = \bar{\lambda} \cdot f_0 \cdot c^{**} + \bar{\lambda} \cdot f_{DL} \cdot c^{**} \quad . \quad (3.25)$$

Hier sind f_0 , f_{DL} die Amplitudenfaktoren von Matrix- und Versetzungslumineszenz und c^{**} ist die verallgemeinerte Defektkontrastprofilfunktion. Gleichung (3.24) stellt den panchromatischen Defektkontrast dar, der sich aus der Summe der Partialkontraste der Matrixemission und Versetzungslumineszenz zusammensetzt, so dass für die Kontrastwerte gilt:

$$c_{CL}(\xi = 0) = c_{CL} = c_0 + c_{DL} \quad . \quad (3.26)$$

Die KL-Defektkontraste werden direkt den quantitativ ermittelten experimentellen Ergebnissen entnommen. Meist wird bei KL-Abbildungen das Signal nicht spektral aufgelöst detektiert, sondern man detektiert die Gesamtheit der Lumineszenzstrahlung I_{pan} (\rightarrow panchromatisches Signal). Tritt keine defektgebundene Lumineszenz auf, so kann ein ausgedehnter Einzeldefekt im Halbleitervolumen in vereinfachter Form durch sein Defektkontrastprofil

$$c(\xi) = \frac{I(\xi) - I_0}{I_0}, \quad I_0 = I(\xi \rightarrow \infty) \quad (3.27)$$

beschrieben werden, wobei $I(\xi)$ als $I_{pan}(\xi)$ gemessen wird. I_0 stellt das Signal weitab vom Defekt dar und wird bei der Messung ebenfalls erfasst. Es entspricht dem Signal einer identischen, defektfreien Probe. Entweder wird das experimentelle Kontrastprofil direkt den gemessenen KL-Bildern entnommen oder mittels eines KL-Linienscans erfasst. Dabei sollte der Linienscan im Falle einer oberflächensenkrechten Durchstoßversetzung den Durchstoßpunkt direkt überstreichen. Für oberflächenparallele Versetzungen wird ein Scan senkrecht zur Versetzungslinie vorgenommen.

In Abb. 3.5 ist das Volumenrekombinationsmodell für eine oberflächenparallele Versetzung nach [don78] dargestellt. Die gerade Versetzung wird durch ein zylindrisches Gebiet Ω_D mit Radius r_D um die Versetzungslinie beschrieben, in dem die Minoritätsträgerlebensdauer einen gegenüber dem defektfreien Volumen (Matrixwert τ) geänderten Wert τ' aufweist. Die Abbildung stellt die geometrischen Verhältnisse bei einer Profilmessung und das zu erhaltende Kontrastprofil dar.

Experimentell zugänglich sind der Maximalkontrast $c(0)$ (\rightarrow bei Dunkelkontrast eigentlich Minimalwert), die Kontrastprofilhalbwidthsbreite (\rightarrow full width at half maximum, FWHM) und die Fläche A^c unter dem Kontrastprofil.

Beim Auftreten einer defektspezifischen Lumineszenzbande I_{DL} ändert sich das Kontrastverhalten. Es tritt in diesem Fall eine lokale Variation der strahlenden Lebensdauer $\tau_r \rightarrow \tau_r'$ auf. Entscheidend für die Analyse ist, ob sich die Komponente spektral trennen lässt. Für CdTe und ZnSe ist dies der Fall (Kapitel 4). Hier können Matrix- und Defektlumineszenz (I , I_{DL}) getrennt gemessen werden. Im einfachsten Fall kann dies durch den Einsatz von Kantenfiltern erfolgen. Die Lateralverteilungen der Matrix- und Defektlumineszenz werden getrennt voneinander detektiert. Man spricht von quasimonochromatischer Detektion.

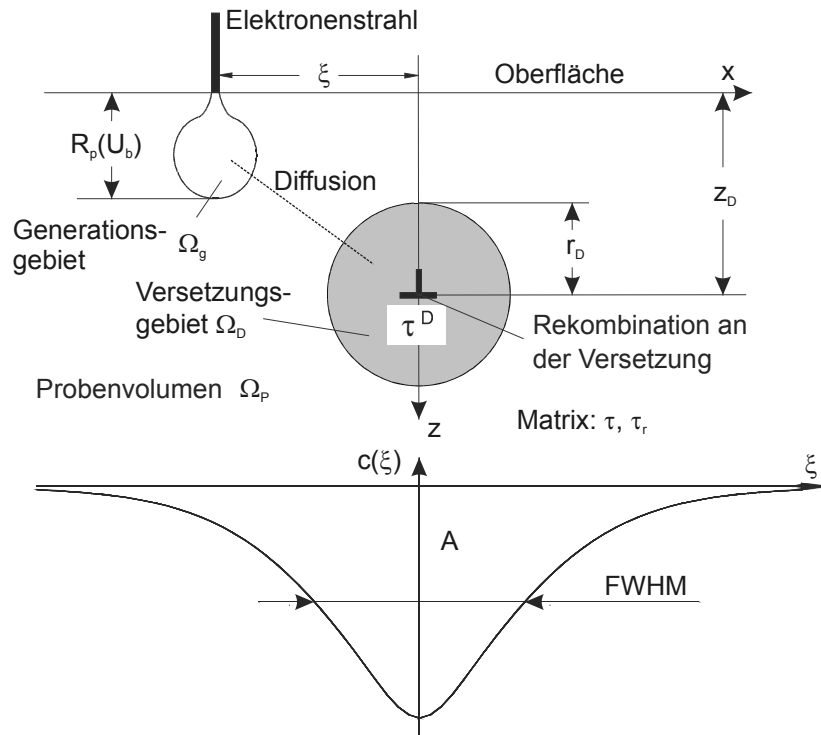


Abb. 3.5 Modell zur Beschreibung des Defektbereiches am Beispiel einer oberflächenparallelen Versetzung (oben) und bei senkrechtem Linienscan über diese Versetzung messbarer Defektkontrast $c(\xi)$ (unten).

Die ermittelten Kontrastwerte beziehen sich dabei rekombinationskinetisch begründet immer auf den ungestörten Matrixlumineszenzwert I_0 . Es ergibt sich:

$$c_{DL} = \frac{I_{DL}}{I_0}, \quad c_0 = \frac{I - I_0}{I_0} = \frac{I}{I_0} - 1. \quad (3.28)$$

Der panchromatische Kontrast ergibt sich dann als Summe zweier Anteile entsprechend Gleichung (3.26) [bru74]:

$$c_{pan} = c_{DL} + c_0 = \frac{I_{DL}}{I_0} + \left(\frac{I}{I_0} - 1 \right). \quad (3.29)$$

Ausgehend von der Lebensdauervariation am Defekt wird die totale Rekombinationsstärke oder das totale Lebensdauer Verhältnis einer Versetzung definiert [don78]:

$$\gamma = \frac{\tau}{\tau'} - 1 = \frac{\tau}{\tau^D} \quad (3.30)$$

Dabei beinhaltet τ' die Gesamtheit aller defektgebundenen und Volumenrekombinationsprozesse und τ^D stellt die Lebensdauer der defektspezifischen Rekombinationskanäle dar. Für die strahlende Rekombinationsstärke folgt analog:

$$\gamma_r = \frac{\tau_r}{\tau_r'} - 1 = \frac{\tau_r}{\tau_r^D} \quad (3.31)$$

Im Rahmen des Volumenrekombinationsmodells [pas87] wird der KL-Kontrast wie folgt beschrieben:

$$c = -\frac{\gamma}{\tau_r I_0} \cdot \int_{\Omega_D} d^3 \mathbf{r} \cdot \mathbf{q}(\mathbf{r}) \cdot j_0(z) + \frac{\gamma_r}{\tau_r I_0} \cdot \int_{\Omega_D^r} d^3 \mathbf{r} \cdot \mathbf{q}(\mathbf{r}) \cdot A_D(z) \quad (3.32)$$

$j_0(z)$ ist das KL Signal ohne Defekt bei Generation durch eine Einheitspunktquelle ($G_0=1$).

$$A_D(z) = \int_0^{\Theta_c} d\Theta \cdot \sin \Theta \cdot \exp\left(-\frac{\alpha_D \cdot z}{\sin \Theta}\right) = E_2(\alpha_D z) - \cos \Theta_c E_2\left(\frac{\alpha_D z}{\cos \Theta_c}\right) \quad (3.33)$$

wird als optische Verlustfunktion bezeichnet (E_2 - Exponentialintegral 2. Ordnung). Der KL-Kontrast besteht in Analogie zu Gleichung (3.24) aus zwei Anteilen, von denen der erste Beitrag von der defektinduzierten Änderung der totalen Rekombinationsrate abhängt und der zweite die lokale Variation der strahlenden Rekombinationsrate darstellt. Der Index D in A_D berücksichtigt dabei den möglichen Unterschied in der Absorption α_D der Defektlumineszenz im Vergleich zum Absorptionskoeffizienten α der Matrixlumineszenz.

Die in Kapitel 3.2 durchgeführten Betrachtungen ermöglichen die quantitative Analyse der KL-Messungen an isolierten Versetzungen. Es kann die Rekombinationswirksamkeit der Versetzungen in Form ihrer rekombinationskinetischen Defektparameter bestimmt werden. Die elektronischen Eigenschaften und der lokale Einfluss auf die Matriceigenschaften des Halbleiterkristalls sind auf diesem Wege zugänglich. In Korrelation zur Versetzungsdynamik (siehe Kapitel 6, REDG) ergibt sich die Möglichkeit des Studiums der intrinsischen Defektparameter, die in den aktuellen Untersuchungen im Vordergrund des Interesses stehen. Aufgrund der Vielfalt der neuen Resultate der Untersuchungen zur Versetzungsdynamik tritt die Bestimmung der rekombinationskinetischen Parameter in dieser Arbeit in den Hintergrund. Durch die Nutzung der quantitativen KL-Signalaufnahmetechnik ist eine Analyse aus den erhaltenen KL-Datendateien dennoch möglich.

4 Defektgebundene Lumineszenz in CdTe und ZnSe

CdTe-Proben erweisen sich als sehr geeignet für die Untersuchung von Gleitversetzungs-konfigurationen. Das Material ist sehr duktil; vorhandene mechanische Verspannungen führen bei Raumtemperatur leicht zur Nukleation, Multiplikation und ausgedehnten Bewegung von Versetzungen. Genutzt wurde diese Eigenschaft insbesondere zur Untersuchung der Versetzungskonfigurationen nach Mikrodeformation. Eine thermische Behandlung der Proben war nach der Deformation bei Raumtemperatur nicht notwendig, die KL-Untersuchungen konnten insbesondere auch unter den Bedingungen einer in-situ Deformation bei tiefen Temperaturen erfolgen.

Entscheidend für den Einsatz von CdTe ist jedoch die an den B(g)-Typ Versetzungen lokalisierte Y-Lumineszenz. Erstmals erwähnt wird diese Erscheinung in [kar78]. Dean führte systematische Untersuchungen zur spektralen Struktur der Y-Lumineszenz durch [dea79, dea84a, dea84b]. In [uni96, schr97, hoe97, hil97, hil98] wurde nachgewiesen, dass in CdTe diese charakteristische Lumineszenz bei 1,476eV (4K) ausschließlich an 60° Te(g)-Versetzungen emittiert wird. Dies wird im folgenden zur Identifikation von B(g)-Versetzungssegmenten verwendet.

In ZnSe wurde eine analoge versetzungsinduzierte Lumineszenzbande identifiziert [dea79, dea84a]. Systematische Untersuchungen belegten, dass die Y-Lumineszenz an den Se(g)-Versetzungen emittiert wird.

Vereinzelt wird in Literaturarbeiten eine zweite defektgebundene Lumineszenzbande, die sogenannte Z-Lumineszenz, diskutiert [dea84a, fuj89, kru98]. Darauf soll im Rahmen dieser Arbeit jedoch nicht weiter eingegangen werden.

4.1 KL-Defekthellkontraste in CdTe und ZnSe

REM-KL Untersuchungen weisen B(g)-Segmente von Gleitversetzungen mit $\bar{b}=a/2[1\bar{1}0]$ in CdTe und ZnSe als strahlende Rekombinationszentren [hoe97, schr99a] nach. Abb. 4.1 zeigt oberflächenparallele Versetzungssegmente als gerade, linienartige Strahlungszentren in $[1\bar{1}0]$ -Orientierung.

Abb. 4.1.a) stellt panchromatische KL-Kontraste individueller Te(g)-Versetzungen, aufgenommen an einer (110)-Spaltfläche von CdTe Volumenmaterial, dar. Die Versetzungen sind durch die beim Spaltvorgang auftretenden lokalen Verspannungen induziert worden. Die Probenorientierung wurde durch Mikroindentierung und Analyse der daraus resultierenden lokalen Defektanordnungen (siehe Kapitel 5.1.3) ermittelt. Die linienförmigen Hellkontraste liegen streng in $[1\bar{1}0]$ -Richtung.

In Abb. 4.1.b) ist die panchromatische KL-Abbildung einer ZnSe/GaAs(001) Heteroepitaxieschicht zu sehen. Die Hellkontraste sind Se(g)-Fehlanpassversetzungssegmenten zuzuordnen, die in die Schichten eingebaut werden, wenn die kritische Schichtdicke überschritten wird. Der KL-Abbildung ist ein panchromatischer Linienscan übergelegt. Er zeigt die hohe Effizienz der defektgebundenen Emission im Vergleich zur Schichtlumineszenz. Für den Defektlumineszenzkontrast c_{DL} (vgl. Gleichung 3.28) werden Werte bis etwa 25 registriert. Dies ist ein außergewöhnlich hoher Kontrastwert.

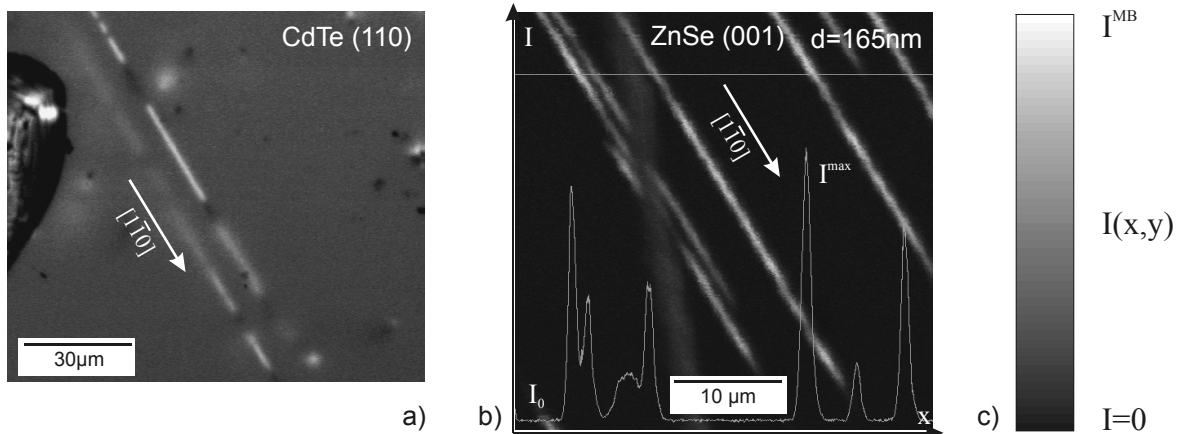


Abb. 4.1 (a) Panchromatische KL-Abbildung einer (110)-Spaltfläche von CdTe Volumenmaterial. Sie zeigt Einzeldefekthellkontraste von oberflächenparallelen Te(g)-Versetzungssegmenten. Die identifizierbaren Versetzungen liegen in unterschiedlicher Tiefe unterhalb der Oberfläche und weisen deshalb verschiedene Kontrastwerte auf. (b) Panchromatische KL-Abbildung der Oberfläche einer ZnSe/GaAs(001) Heteroepitaxie (d=165nm). An Se(g)-Versetzungen ist eine starke Erhöhung der panchromatischen Quanteneffizienz gegenüber der Schichtlumineszenz zu verzeichnen (vgl. Linienscan). In (c) ist ein Maß für die in den KL-Bildern als Graustufenwerte ablesbaren Signalwerte angegeben. Die Grauskala korreliert linear mit der lokalen Intensität $I(x,y)$, die Farbe „schwarz“ entspricht der Signalintensität „Null“, „weiß“ der im gewählten Messbereich möglichen „maximalen Intensität“ bzw. der maximal möglichen Photonenzählrate.

In den folgenden Kapiteln werden Untersuchungen vorgestellt, die zur Charakterisierung der Defektlumineszenzphänomene in CdTe und ZnSe durchgeführt wurden. Zusätzlich wurde die Methode der μ -PL eingesetzt (siehe Anhang 9.8.1).

4.2 Spektrale Charakterisierung der CdTe-Proben

Trotz der guten spektralen Auflösung der KL-Apparaturen erweist es sich als sinnvoll, die Methode der Photolumineszenzspektroskopie zur Probencharakterisierung hinzuzuziehen. PL-Untersuchungen können zumeist mit wesentlich höherer spektraler Auflösung durchgeführt werden, da durch den Einsatz von Helium-Badkryostaten eine Proben temperatur von 1,7K erreicht werden kann, so dass die Effizienz strahlender Rekombinationskanäle maximiert wird und die thermische Spektrenverbreiterung minimal ist.

Ziel der Untersuchungen war eine möglichst genaue Analyse der Feinstruktur der exzitonen Matrixemission sowie eine Detailcharakterisierung der Defektlumineszenz. Dabei sollte das Material gleichzeitig hinsichtlich seiner Restverunreinigungen beurteilt werden. Vorwiegend verwendet wurde CdTe, das nach einem modifizierten Bridgman-Verfahren gewachsen wurde. Dieses Material ist hochohmig p-leitend ($p: 10^{13}$ - 10^{15} cm^{-3}) und besitzt

nominell as-grown Versetzungsdichten von 10^1 bis 10^4 cm^{-2} . Detaillierte Informationen sind in [bek89] zu finden.

Tab. 4.1 Übersicht über verwendete CdTe-Probenmaterialien.

Material	Dotierung N_A	Leitfähigkeit σ	Referenz
BR27 (CdTe)	$1,8 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$ (p)	$0,17 \text{ cm}^{-1}$	[bek89]
BR28 (CdTe)	$5,0 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$ (p)	$0,05 \text{ cm}^{-1}$	[bek89]
CT321 (CdTe/GaAs)	nicht bekannt	nicht bekannt	[kuh92]
SII24 (CdTe/Si)	nicht bekannt	nicht bekannt	[schi00]

Anderes CdTe-Probenmaterial erwies sich für die Untersuchungen nur als bedingt geeignet. Zum Beispiel führt eine n-Dotierung (Cl, N) zu einer verstärkten Donator-Akzeptor-Paar Rekombination im Spektralbereich von etwa 830nm, so dass keine Versetzungslumineszenz registriert werden kann. Gleichzeitig ist ein maßgeblicher Einfluss der Dotierung bzw. des Reststörstellengehaltes auf die Versetzungsbewegung während der Mikrodeformation feststellbar. Andere Materialien haben bereits nach der Züchtung eine sehr hohe Versetzungsdichte, die eine induzierte Versetzungsbewegung ebenfalls behindert. Eine Übersicht über die verwendeten CdTe-Probenmaterialien gibt Tab. 4.1.

Zur Identifikation der Defektlumineszenz wurden CdTe-Volumenproben (BR28) mit einer Anordnung von Mikrohärteneindrücken bzw. Kratzern versehen, um oberflächennah eine hohe Dichte an Gleitversetzungen zu erzeugen. Anschließend wurden Photolumineszenzuntersuchungen an den Proben durchgeführt (Abb. 4.2).

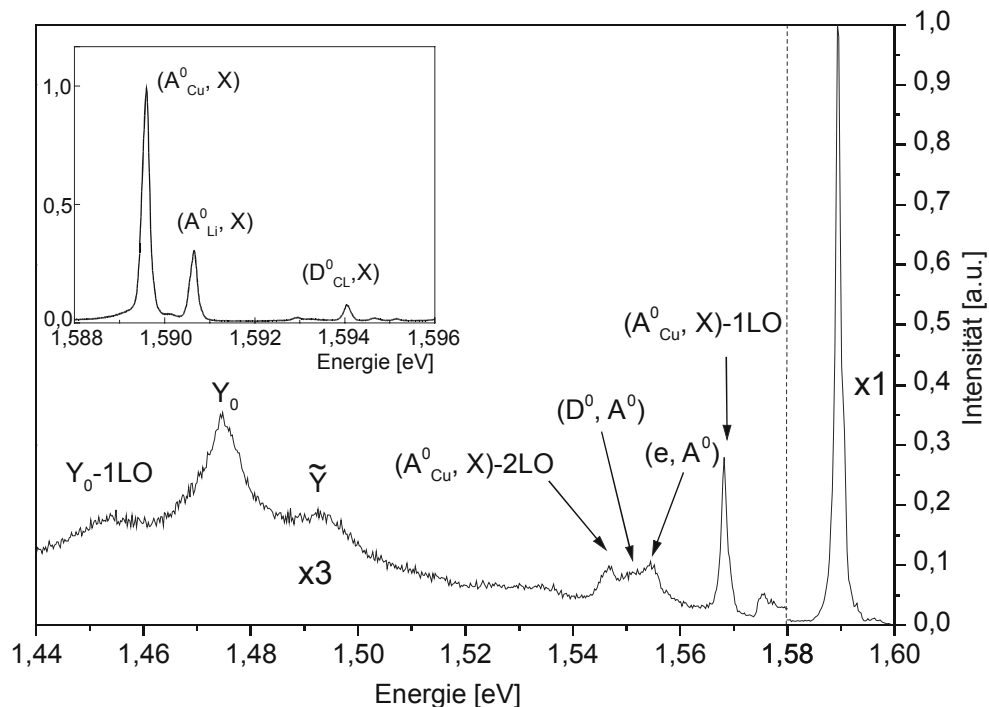


Abb. 4.2 PL-Untersuchung an CdTe Bulk-Material. Dargestellt ist der exzitonische Bereich einschließlich der Y-Defektbande. Der Bereich der bandkantennahen Lumineszenz ist getrennt gemessen worden.

Diese bestätigten den hohen Reinheitsgrad und die gute kristalline Qualität des Materials. Dementsprechend tritt keine langwellige Emission auf, und die Matrixlumineszenz wird durch

die Linien der an die Restakzeptoren gebundenen Exzitonen (A^0, X) und eines Elektronen-Akzeptor-Übergangs (e, A^0) beherrscht (vgl. [bek89, kuh92]). Als dominanter Akzeptor tritt Kupfer (A^0_{Cu}, X) in Erscheinung. Der höherenergetische Peak wird Lithium (A^0_{Li}, X) zugeordnet. (D^0, X) ist eine donatorgebundene Exzitonenlumineszenz geringer Intensität, die Chlor (D^0_{Cl}, X) zugeschrieben wird. Ebenso ist eine schwache Donator-Akzeptor-Paarrekombination (D^0, A^0) zu erkennen. Da die Spektren an deformierten Proben gemessen wurden, ist die defektgebundene Y-Lumineszenz Bestandteil der Spektrenstruktur. Hierauf wird im nächsten Kapitel näher eingegangen.

4.3 Lokalisierung der Y-Lumineszenz an Te(g)-Versetzung

Abb. 4.3.a) zeigt die panchromatische KL-Abbildung einer Versetzungsrosette um einen Vickers-Indentereindruck auf einer (111)Cd-Oberfläche. Sie zeigt die Korrelation von KL-Hell- und -Dunkelkontrasten mit 60° -Te(g)- bzw. 60° -Cd(g)-Versetzungsegmenten, die die Probenoberfläche durchstoßen (siehe dazu auch Kapitel 5). In der Abb. 4.3.b) ist ein Ausschnitt vergrößert dargestellt. Hier sind die Durchstoßversetzungssegmente anhand ihres punktförmigen Kontrastes zu erkennen.

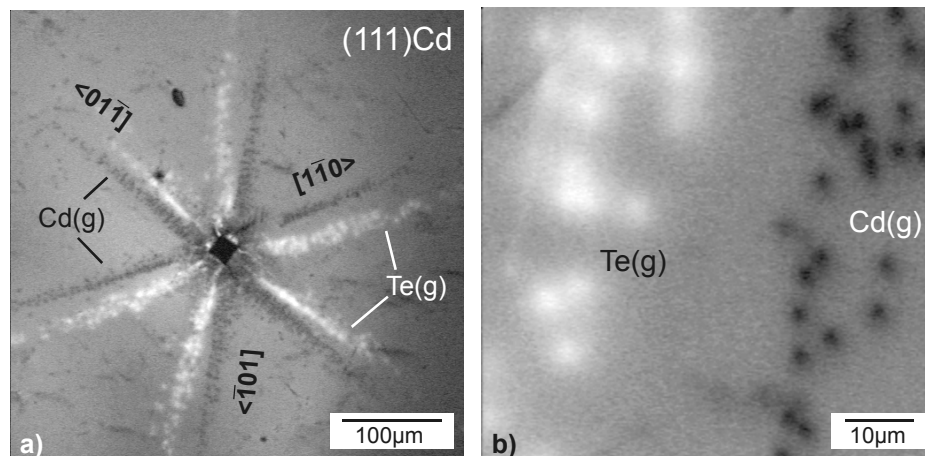


Abb. 4.3 KL-Versetzungsrosette (a) auf einer (111)Cd-Oberfläche (72K, panchr., Last: 0,2N). In (b) sind Einzelversetzungscontraste des Rosettenarms in die $[\bar{1}01]$ -Richtung innerhalb des A(g)- und B(g)-Zweiges aufgelöst (Messung eines Teilbereiches von (a)).

Der Versetzungsdunkelkontrast an den Cd(g)-Versetzung resultiert aus der defektbedingten lokalen Reduzierung der Matrixlumineszenz. Die defektinduzierte Lumineszenz an den Te(g)-Versetzung tritt im Tieftemperaturbereich ($T \leq 110K$) auf. Das dementsprechende temperaturabhängige Verhalten der Y-Lumineszenz wird in Kapitel 4.6 untersucht.

Die laterale Verteilung der Dunkel- und Hellkontraste entspricht für die gegebene Probenorientierung gut der in Kapitel 2 auf der Basis des Gleitprismenmodells vorhergesagten Defektverteilung nach Indentierung einer (111)-Oberfläche. Durch Umkehrung der Polarität der {111}-Probenoberfläche vertauscht sich in erwarteter Weise die Anordnung der polaren Versetzungssegmente. Die Y-Lumineszenz ist damit eindeutig den Te(g)-Versetzung zuzuschreiben. Eine weitere Möglichkeit der Identifizierung ergibt sich durch die Beobachtung von indenterinduzierten oberflächenparallelen Versetzungshalbschleifen. Hier ist der Typ der führenden 60° -Anteile eineindeutig durch die Oberflächenorientierung vorgegeben. Für die

(111)A-Oberflächen sind es Cd(g)-Versetzungssegmente, bei umgekehrter Polarität sind es Te(g)-Anteile.

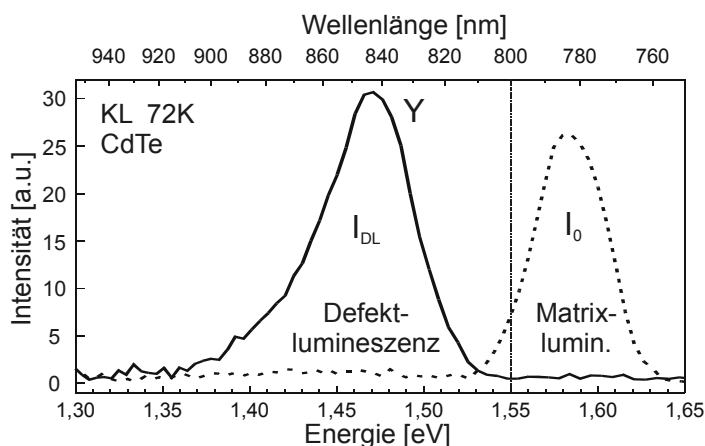


Abb. 4.4 KL-Spektren von CdTe aufgenommen bei 72K. Die gestrichelte Messkurve repräsentiert die Lumineszenz der ungestörten Matrix, die durchgehende Linie ist die Defektlumineszenz an einem hochdeformierten Probenbereich (nahe eines Kratzers).

Wie in Kapitel 3.2.3 beschrieben wurde, ist es für die quantitative Defektkontrastanalyse an Versetzungen mit defektgebundener Lumineszenz notwendig, eine spektrale Trennung dieser Lumineszenz von der Matrixemission zu erhalten. In Abb. 4.4 sind lokale KL-Spektren für einen un- sowie hochdeformierten Bereich bei einer Temperatur von 72K¹ dargestellt. Man erkennt eine komplette spektrale Trennung beider Lumineszenzbanden. Durch Einsatz von Hochpass-/Tiefpass-Filtern mit cut-on- bzw. cut-off Wellenlänge bei 800nm (1,55eV) kann eine solche Trennung bei der Bildaufnahme ohne nennenswerten Intensitätsverlust realisiert werden (siehe Strich-Punkt-Linie in Abb. 4.4). Zur Messung der einzelnen Lumineszenzbanden ist somit nicht die Aufnahme spektral hochaufgelöster monochromatischer Bilder notwendig, der Messvorgang gestaltet sich einfacher und die Signaleffizienz ist wesentlich höher. Die Bildaufnahme unter Zuhilfenahme von Kantenfiltern wird als ‚quasimonochromatisch‘ bezeichnet.

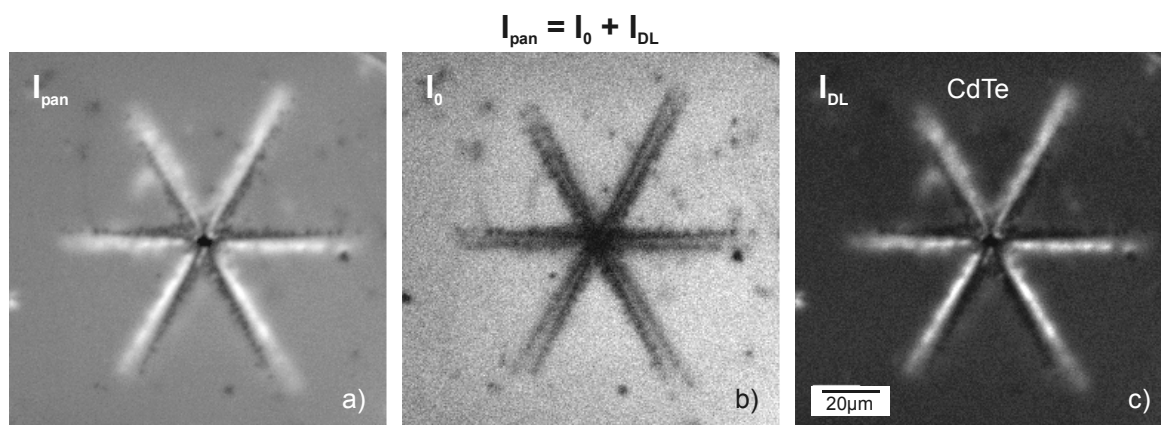


Abb. 4.5 Vergleich von KL-Bildern unterschiedlicher spektraler Information. Panchromatischer KL-Modus (a), Kurzpassbild (b) und Langpassbild (c). Verwendet wurden Kantenfilter mit cut-off/cut-on Kante bei 800nm.

¹ Eine Temperatur von 72K wird mit Hilfe flüssigen Stickstoffs im Oxford Cryosystem CF302 erreicht. Durch Ansaugen des Stickstoffs und der damit verbundenen Druckverminderung sinkt der Siedepunkt.

In Abb. 4.5 sind drei entsprechende Bilder gezeigt. Das linke Bild (a) zeigt die panchromatische KL-Aufnahme I_{pan} analog Abb. 4.3. In (b) und (c) sind die Aufnahmen der Matrixemission I_0 bzw. Defektlumineszenz I_{DL} dargestellt. Für die quantitative Defektkontrastanalyse reicht prinzipiell die Messung von I_0 und I_{DL} (Abb. 4.5.b) und c)) aus, da sich die panchromatische Intensität durch $I_{\text{pan}} = I_0 + I_{\text{DL}}$ berechnen lässt.

4.4 Untersuchungen von CdTe-Schichten

Zur hochauflösenden spektralen Analyse der Spektrenstruktur der defektgebundenen Lumineszenzphänomene ist es notwendig, Photolumineszenzuntersuchungen bei tiefen Temperaturen ($\leq 10\text{K}$) durchzuführen. Aufgrund der Anregungsbedingungen bei PL-Messungen ist es ebenfalls notwendig, hohe Versetzungsdichten im Probenmaterial vorliegen zu haben. Dies ist bei heteroepitaktisch gewachsenen Schichten mit großem Gittermisfit der Fall. Zur Verfügung standen die beiden Epitaxieschichtsysteme CdTe/Si(111) [schi00] und CdTe/GaAs(001) [kuh92], sie haben einen Gittermisfit von 19,4% bzw. 21,9% bei Raumtemperatur, so dass eine Spannungsrelaxation durch den Einbau von Misfitversetzungen schon bei geringen Schichtdicken von einigen Monolagen zu erwarten ist. Deshalb ist auch keine langreichweitig geordnete Defektstruktur in dickeren Schichten vorhanden. Dies wird mit den KL-Aufnahmen in Abb. 4.6 offensichtlich gut bestätigt.

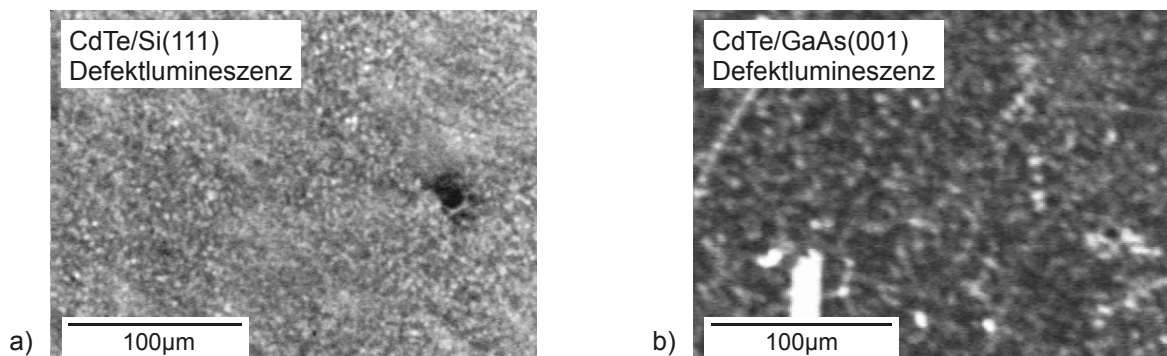


Abb. 4.6 Quasimonochromatische KL-Aufnahmen der Defektlumineszenz von verschiedenen CdTe-Epitaxieschichten (a) - CdTe/Si(111), (b) - CdTe/GaAs(001).

In den beiden Heterosystemen erkennt man eine hohe Versetzungsdichte, repräsentiert durch die punktförmigen Kontraste in den KL-Bildern für den Matrixlumineszenzbereich (hier nicht gezeigt) wie auch für den Bereich der Defektlumineszenz. Aus dem Misfit kann eine Versetzungsdichte abgeschätzt werden ($N_D > 10^9 \text{cm}^{-2}$), die mit der KL-Mikroskopie nicht mehr auflösbar ist. Mikrodeformationsexperimente auf den Probenoberflächen konnten keine zusätzlichen ausgedehnten Versetzungsstrukturen erzeugen. Die hohe Dichte von Misfitversetzungen unterdrückt eine weiterreichende ausgedehnte Versetzungsbewegung.

Da die Heteroschichtstrukturen mittels Molekularstrahlepitaxie (MBE) gewachsen wurden, ist die Reinheit der Schichten relativ hoch und eine Interpretation der optischen Spektrenstruktur gut möglich. Das Ergebnis der PL-Messungen an der CdTe/GaAs(001)-Heteroschicht ist in Abb. 4.7 dargestellt. Der dominierende Akzeptor ist Kupfer (A_{Cu}^0, X). (D^0, X) ist eine donatorgebundene Exzitonenlumineszenz, die Chlor (D_{Li}^0, X) zugeschrieben wird. Es tritt eine starke Elektronen-Akzeptor-Rekombination (e, A^0) auf. Weitere Restverunreinigungen sind aus den PL-Spektren nicht ohne weiteres abzulesen.

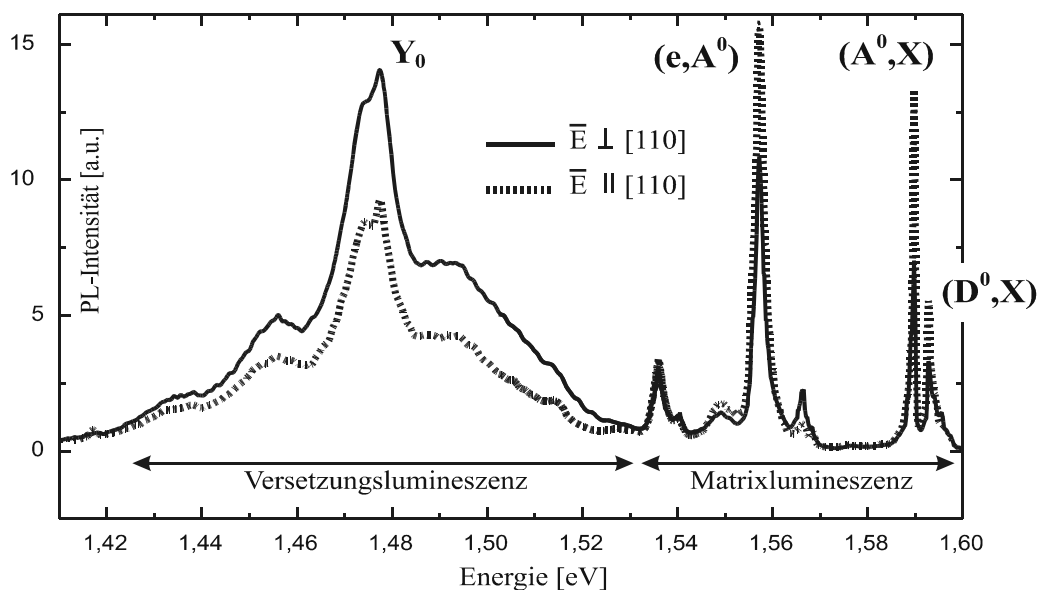


Abb. 4.7 PL-Spektren der Epischicht CdTe/GaAs(001). Man erkennt entgegengesetzte Polarisation von Matrix- bzw. Defektlumineszenz.

Ein interessanter Befund ist, dass für die CdTe/GaAs(001)-Proben die Matrix- und Defektlumineszenz orthogonal zueinander polarisiert sind. Aufgrund der Polarisation der Matrixlumineszenz kann auf einen asymmetrischen Verspannungszustand der Epitaxieschicht geschlossen werden. Die versetzungsgebundene Y-Lumineszenz tritt sehr stark in Erscheinung. Dies zeigt eine hohe Dichte von rekombinationswirksamen Te(g)-Versetzungen an. Aus der Polarisation der Defektlumineszenz mit $\vec{E}_Y \parallel [1\bar{1}0]$ kann auf die Lage gebildeter Te(g)-Versetzungssegmente in den $(\bar{1}11)$ - und $(1\bar{1}1)$ -Ebenen im Schichtvolumen geschlossen werden. Daraus wird angenommen, dass emittierende Te(g)-Versetzungsliniensegmente in $[1\bar{1}0]$ - und $[\bar{1}10]$ -Richtungen angeordnet sind.

Das Polarisationsverhalten der Y-Lumineszenz zeigt, dass obwohl aus den KL-Untersuchungen die Defektstruktur der CdTe-Heteroepitaxieschichten aufgrund der hohen Defektdichte nicht näher bestimmt werden kann, mittels PL-Messungen jedoch eine Identifikation orientierter polarer Defektliniensegmente möglich ist. Aus polarisationsaufgelösten Untersuchungen ergeben sich so gleichzeitig Informationen über die Lage der Misfitversetzungen als auch den Restverspannungszustand der Schichten, wie er durch die Polarisation der Matrixemission repräsentiert wird.

4.5 Identifikation der Defektlumineszenz im ZnSe

In [dea79, dea84a] wird ZnSe eine defektinduzierte Emissionsbande bei 2,61eV in Analogie zur Y-Lumineszenz in CdTe Versetzungen zugeordnet. In [schr99b] konnte gezeigt werden, dass diese ebenfalls als Y-Lumineszenz bezeichnete Bande ausschließlich an den Se(g)-Versetzungen lokalisiert ist (vgl. Abb. 4.1.b).

Im Rahmen der hier durchgeführten Betrachtungen wurden verschiedene ZnSe-Homo- und Heteroepitaxieschichten hinsichtlich ihrer Defektverteilung und spektralen Eigenschaften untersucht. Abb. 4.8.a) zeigt das KL-Spektren einer Homoepitaxieschicht und einer unter gleichen Bedingungen gewachsenen, 1,5 μ m dicken ZnSe-Schicht auf GaAs(001)-Substrat, gemessen bei 72K. Die bandkantennahen exzitonischen Übergänge bei 2,79eV verdeutlichen

die gute Qualität der Schichten. Eine bessere spektroskopische Auflösung ist bei den KL-Untersuchungen in diesem Temperaturbereich nicht möglich.

Eindeutig zu erkennen ist der Unterschied in der Intensität der Defektlumineszenz in beiden Proben. Während in der Homoepitaxieschicht nur eine schwache Y-Lumineszenzintensität registriert werden kann, ist in der Heteroepitaxieschicht die Y-Intensität bereits auf dem halbem Niveau der Matrixlumineszenz. Die monochromatischen KL-Bilder (Abb. 4.8.b) und c)) zeigen punktförmige Hellkontraste, die Durchstoßversetzungen zugeordnet werden können. Die Dichte der gebildeten Versetzungen ist in der Homoepitaxieschicht im Vergleich zur Heteroschicht kleiner. Letzteres ist auf die Spannungsrelaxation aufgrund des Gittermisfits zurückzuführen. In (c) sind Einzelkontraste zu erkennen ($N_D \approx 10^5 \text{cm}^{-2}$), in (b) ist die Punktkontrastdichte groß ($N_D > 10^7 \text{cm}^{-2}$).

Es bleibt jedoch festzustellen, dass auch in der Homoepitaxischicht Versetzungen in einer Dichte entstanden sind, die zu einer registrierbaren Y-Lumineszenz führt. Die Heteroepitaxieschicht ist bei einer Dicke von $1,5 \mu\text{m}$ bereits vollständig relaxiert und weist mit dem Gittermisfit von $-2,7 \times 10^{-3}$ übereinstimmend hohe Dichte von Versetzungen in der Schicht auf. Im Anhang 9.6 wird ein Modell zur Versetzungskonfiguration in der ZnSe/GaAs(001) Heterostruktur vorgestellt. KL-Bilder belegen die verschiedenen Stadien der anisotropen Spannungsrelaxation. Bei einer Schichtdicke von $1,5 \mu\text{m}$ und den KL-Anregungsbedingungen (10kV, 1nA) sind vorrangig Durchstoßversetzungen in der KL-Verteilung zu beobachten.

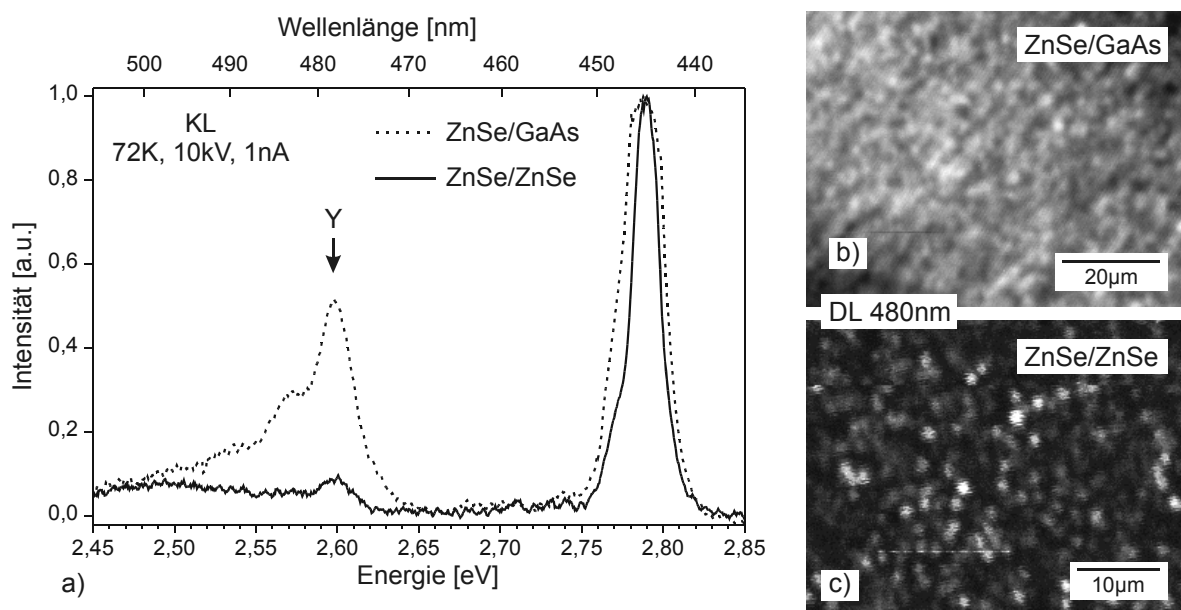


Abb. 4.8 Vergleich einer ZnSe-Homo- mit einer Heteroepitaxieschicht ZnSe/GaAs. In (a) sind die zugehörigen KL-Spektren gezeigt. Deutlich zu erkennen ist der Unterschied in der Intensität beider Defektlumineszenzbanden. Die monochromatischen Bilder (b) und (c) bestätigen diesen Unterschied durch die Defektdichten. In der Homoepitaxieschicht sind nur vereinzelt ausgeprägte Defektkontraste sichtbar (c), während in der Heteroschicht (b) eine hohe Defektdichte festzustellen ist.

In weiterführenden KL-Untersuchungen wurde die ZnSe/ZnSe-Homoepitaxieprobe indentiert, um frisch erzeugte Defektkonfigurationen zu beobachten. Jedoch konnte keine ausgedehnte Versetzungsausbreitung nach der Indentierung beobachtet werden. Aufgrund der bereits vorhandenen Versetzungen ist eine ausgedehnte Bewegung von frisch erzeugten Gleitversetzungen scheinbar nicht möglich. Eine ähnliche Untersuchung an anderem Probenmaterial erbrachte jedoch typische Hell-Dunkel-Kontrastverteilungen in den 4-armigen

Versetzungsrosetten der (001)-Probenoberfläche (vgl. Abb. 5.10), die Se(g)-Versetzungen als Zentren der Y-Lumineszenz bestätigen.

4.6 Spektrenstruktur und Temperaturabhängigkeit der Y-Lumineszenz

Abb. 4.9 zeigt die Temperaturabhängigkeit der PL-Spektren der Y-Lumineszenz von CdTe/GaAs(001) [schr01]. Die Spektren bestehen aus einer LO-phononenassistierten Serie mit dem Nullphononenpeak bei 1,476eV (5K). Die Spektrenstruktur kann gut mit Formel (3.7) angepasst werden. Zusätzlich ist eine bisher nicht anpassbare höherenergetische Schulter \tilde{Y} vorhanden.

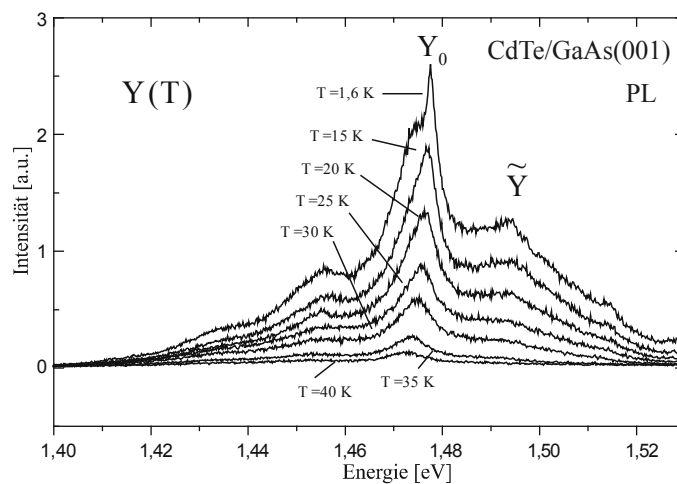


Abb. 4.9 Temperaturabhängigkeit der Versetzungsgebundene Lumineszenz im CdTe. Die Y-Lumineszenz besteht in CdTe aus der LO-phononenassistierten Serie Y_0 und zusätzlicher höherenergetischer Emission \tilde{Y} .

Die ZnSe/GaAs(001)-Proben zeigen ebenfalls LO-phononenassistierte Y-Lumineszenzspektren, jedoch keine höherenergetische Schulter. Der Nullphononenpeak liegt hier bei 2,606eV (5K).

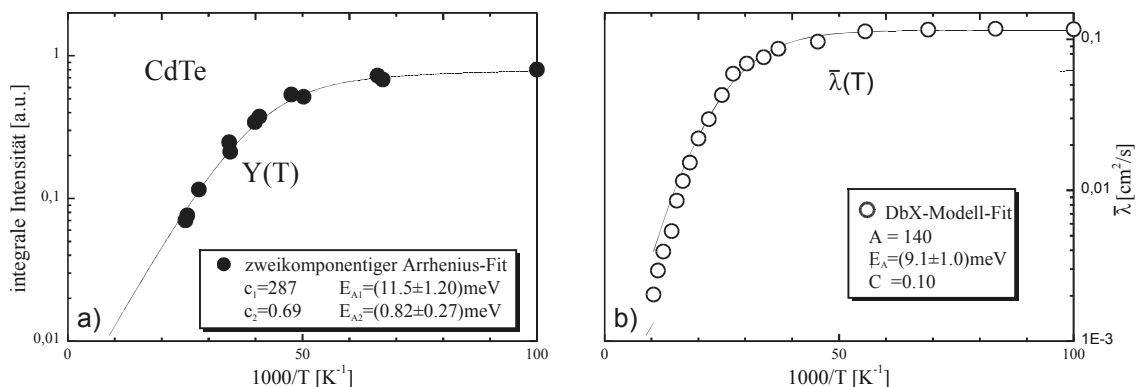


Abb. 4.10 Arrhenius-Plots der integralen Intensität der Y-Lumineszenz in CdTe (a) als Funktion der Temperatur [schr01]. In (b) ist die Temperaturabhängigkeit der Linienrekombinationsgeschwindigkeit $\tilde{\lambda}(T)$ dargestellt. Hier wurde ein Fit nach dem DbX-Modell [shr96] durchgeführt. Die berechnete Aktivierungsenergie ist 9.1meV und unterscheidet sich damit nur wenig vom Wert in der Anpassung der integralen Intensität.

In beiden Materialien zeigen die LO-Serien eine schwache Phononenkopplung, repräsentiert durch einen Huang-Rhys-Faktor kleiner 0,5. Nach Dean [dea84a] deutet dies eindeutig auf Rekombinationsprozesse an ausgedehnten Defekten hin.

Die Temperaturabhängigkeit der integralen Intensität der Y-Lumineszenz in CdTe ist in Abb. 4.10 gezeigt. Aus dem Arrhenius-Plots kann durch numerische Anpassung direkt die Aktivierungsenergie der thermischen Tilgung der Lumineszenz ermittelt werden. Ihr Wert beträgt 9,1meV in CdTe. Der höhere Wert von 43,7meV in ZnSe weist auf ein unterschiedliches Verhalten der Versetzungslumineszenzen in beiden Materialien hin.

In Tab. 4.2 sind die ermittelten spektroskopischen Parameter zusammengestellt. Die Nullphononenbande der Y-Lumineszenz im ZnSe zeigt eine charakteristische Feinstruktur (Kapitel 4.7). Hier liegen die Halbwertsbreiten der Subkomponenten bei 1,5meV und sind damit wesentlich kleiner als der in Tab. 4.2 angegebene Wert für die Halbwertsbreite der Y_{LO} Serienpeaks.

Die Photonenenergie der Y-Lumineszenzstrahlung kann mit Hilfe der Rekombinationsenergiebilanz

$$E_0^Y = E_g - E_{loc}^{bX} - E_{bX}^{c/h} \quad (4.1)$$

interpretiert werden. Hier ist E_0^Y die Nullphononenübergangsenergie, E_g ist die Gapenergie, E_{loc}^{bX} ist die Lokalisationsenergie eines Exzitons am Defekt und $E_{bX}^{c/h}$ ist die Elektronen-Loch Wechselwirkungsenergie im lokalisierten Exzitonenzustand. $E_{bX}^{c/h}$ entspricht der thermischen Aktivierungsenergie E_A . E_{loc}^{bX} stellt die effektive Exzitonen-Defekt Bindungsenergie dar. Es handelt sich somit in beiden Materialien um tiefe, gebundene Zustände an den B(g)-Versetzen. Sie sind vergleichbar mit berechneten Energiepositionen von 1D-Elektronen- bzw. 1D-Lochbändern, die durch das Verspannungsfeld von Stufenversetzungen induziert werden können [far01].

Tab. 4.2 Berechnete spektroskopische Parameter der Y-Lumineszenz in ZnSe und CdTe. (*[hil98], **[wor99]). Die Bezeichnung E_{LO} entspricht $\hbar\Omega$ in Gleichung (3.7).

spektroskopischer Parameter		Y_{ZnSe}	Y_{CdTe}
Energie der Nullphononenlinie	E_0 [eV]	2,606	1,476
LO-Phononenenergie	E_{LO} [meV]	31,6	21,3
Huang-Rhys-Faktor	S	0,1..0,5	0,22
Halbwertsbreite (FWHM)	Γ [meV]	10	10*
Ursprung der Nullphononenlinie		inhom. Feinstruktur**	
thermische Aktivierungsenergie	E_A [meV]	43,7	9,1..11,5
berechnete Lokalisierungsenergie	E_{loc} [meV]	171	120

Andererseits deuten die unterschiedlichen thermischen Aktivierungsenergien E_A auf verschiedene Konfigurationen der gebundenen Exzitonen für die Te(g)- bzw. Se(g)-Versetzen hin. In [shr96] werden die Modelle des versetzungsgebundenen Exzitons (DbX) einerseits sowie des Versetzungsexzitons (DEX) andererseits grundlegend diskutiert. Das DbX-Modell beschreibt den Einfang eines freien Exzitons durch einen Versetzungszustand. Das DEX-Modell geht im Gegensatz dazu von 1D-Elektronen- und 1D-Lochzuständen an der Versetzung aus. Beide Partner gehen nach ihrem Einfang in einen 1D-Exzitonenzustand über.

4.7 Die Feinstruktur der Y-Lumineszenz

Neue Aspekte in der Diskussion der offensichtlichen Beziehung zwischen der Y-Lumineszenz und der Versetzungsstruktur ergeben sich aus den spektral hochauflösenden Photolumineszenzuntersuchungen in [wor99]. Diese zeigen innerhalb der Y-Lumineszenz in ZnSe eine Feinstruktur Y_0^n , in der bis zu 9 Subkomponenten gefunden werden. Diese Feinstruktur wird mit der Dissoziation der 60° Se(g)-Versetzungssegmente unter Bildung von $90^\circ/30^\circ$ -Partialversetzungen und den Einschluss eines Shockleyschen Stapelfehlerbandes in Verbindung gebracht. Es wird insbesondere ein unmittelbarer Einfluss der Dissoziationsweite angenommen. Danach ergibt sich die Energieposition der Y_0^n -Linien entsprechend einer variierenden Stapelfehlerweite $r_0 - nb$ ($n = 0, \pm 1, \pm 2, \dots$) nach folgender Beziehung:

$$E(Y_0^n) = E_0(Y^0) - A' / (r_0 - n \cdot b)^2 \quad (4.2)$$

mit $r_0 = (10,0 \pm 0,5) \text{ nm}$, $b = 5,7 \text{ \AA} \cdot \sqrt{3/8}$, $A' = (4,5 \pm 0,5) \times 10^2 \text{ eV \AA}^2$, $E_0 = (2,606 \pm 0,005) \text{ eV}$. Die spektrale Feinstruktur der Y-Lumineszenz in ZnSe konnte mittels REM- μ -KL als auch μ -PL bestätigt werden. In CdTe wird eine Y_0^n -Feinstruktur ebenfalls vermutet.

5 Defektstrukturuntersuchungen

5.1 Experimentelle Bestätigung des Gleitprismenmodells

Im Kapitel 2.3 wurde das generalisierte Gleitprismenmodell eingeführt, das die Versetzungsanordnung nach Mikrodeformation niedrigindizierter Oberflächen von Kristallen mit Zinkblendestruktur beschreibt. Es gestattet eine Vorhersage über die Verteilung insbesondere der polaren Versetzungsanteile in der mikroskopischen Defektkonfiguration. Aufgrund des unterschiedlichen KL-Defektkontrastes der A(g)- und B(g)-Typ-Versetzungen im CdTe und der schon bei Raumtemperatur hohen Defektbeweglichkeiten wurde dieses Material zum Studium der durch Mikrodeformation erzeugten Versetzungsanordnungen ausgewählt (siehe Kapitel 5).

Erste Untersuchungen zur tangentialen bzw. tetraedrischen Gleitprismenstruktur $\{111\}$ -orientierter CdTe-Einkristallproben nach Indentierung wurden bereits in [bra86, riv91] durchgeführt. Dort konnte die erwartete tetraedrische Gleitprismengeometrie jedoch nicht beobachtet werden. In den hier durchgeführten Arbeiten ist es gelungen, umfassendere experimentelle Ergebnisse zum Nachweis der dreidimensionalen Ausbreitung von polaren Versetzungen des Gleitsystems $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ in der Zinkblendestruktur zu erhalten. Die Existenz der tetraedrischen Gleitprismenstruktur wurde in [hoe97] erstmals nachgewiesen.

5.1.1 Mikroindentierung niedrigindizierter CdTe-Oberflächen

Im Rahmen dieser Arbeit wurden Untersuchungen zur Mikrodeformation durch Indentierung an den $\pm(111)$ -, (110) - und (001) -Oberflächen von CdTe-Volumenproben durchgeführt. Dabei ergaben sich für Mikrohärteeindrücke mittlerer Last ($\approx 0,1\text{N}$) im Bereich der Probenoberfläche die typischen Versetzungskonfigurationen, wie sie in den Abb. 5.1.a) bis c) zu sehen sind.

In den KL-Bildern ist die Versetzungsanordnung anhand der hellen und dunklen Defektkontraste klar zu identifizieren. Im Falle der Hellkontraste handelt es sich um Te(g)-Durchstoßversetzungen, die Dunkelkontraste werden von Cd(g)-Durchstoßversetzungen hervorgerufen. Deutlich zu erkennen ist die Dreizähligkeit der Versetzungsrosette in der $(111)\text{Cd}$ -Oberfläche. Jeder der sechs Rosettenarme besteht aus den beiden Zweigen der polaren 60° -Versetzungen. In der (110) -Oberfläche existiert nur die $[1\bar{1}0]$ -Gleitrichtung. Es entsteht eine „Versetzungsrosette“ mit Spiegelsymmetrie bezüglich der durch den Indenterpunkt gehenden $[\bar{1}10]$ -Achse. Die Rosette besteht aus den zwei sich in die $\pm[1\bar{1}0]$ -Richtungen erstreckenden Armen mit jeweils A(g)- und B(g)-Zweigen der Durchstoßver-

setzungen. Die zusätzlich am Indenter erkennbaren Dunkelkontraste werden den Volumengleitsystemen zugeordnet ([hoe97], Kapitel 5.1.3). Die nach Mikroindentierung der (001)-Oberfläche beobachtete Defektverteilung besteht aus einer vierarmigen Versetzungsrosette, die eine zweizählige Symmetrie besitzt. Hier ist im Gegensatz zu den anderen Oberflächenorientierungen in jedem Rosettenarm in beiden Zweigen jeweils derselbe polare Versetzungstyp zu finden. In $[110]$ -Richtung sind B(g)-Versetzungen vorherrschend, während in $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung vorrangig A(g)-Versetzungen auftreten.

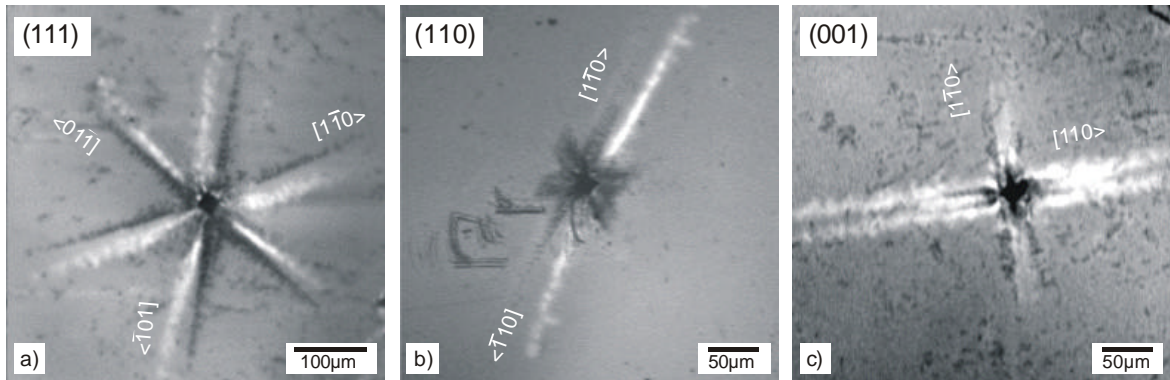


Abb. 5.1 Panchromatische KL-Bilder von Versetzungsrosetten auf den (111)-, (110)- und (001)-Oberflächen von CdTe-Volumenproben. Zwischen der Oberflächenorientierung und der jeweiligen Versetzungsstruktur wird eine direkte Korrelation ausgewiesen, wie sie im Rahmen des Gleitprismenmodells erwartet wird (Kapitel 2.3).

Die für die lokalen Defektstrukturen nach Mikroindentierung niedrigindizierter Oberflächen experimentell ermittelten Symmetriebeziehungen sind in unmittelbarer Übereinstimmung mit den Kristallsymmetrien der Zinkblendestruktur (Kapitel 2.2.1).

In den folgenden Kapiteln werden die weiterführenden Defektstrukturuntersuchungen nach Mikrodeformation der polaren $\{111\}$ -, der (110)- sowie (001)-Oberfläche von CdTe-Volumenproben vorgestellt und interpretiert.

5.1.2 Indentierung der polaren $\{111\}$ -Oberflächen von CdTe

Während der Durchführung der Untersuchungen hat es sich als günstig erwiesen, eine Charakterisierung der Versetzungskonfiguration auf den polaren $\{111\}$ -Probenoberflächen an den Beginn der experimentellen Arbeiten zu stellen. Die dabei zu beobachtenden Defektverteilungen bietet einen unmittelbaren Zugang zur Erkennung der Generation und Ausbreitung von A(g)- und B(g)-Versetzungsanteilen.

In Abb. 5.2 sind im KL-Bild die Versetzungsrosetten nach Indentierung einer (111)- und einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche dargestellt. In beiden Fällen ist die Dreizähligkeit der Versetzungsverteilung offensichtlich, was dem erwarteten Auftreten der polaren Versetzungsanteile in beiden Fällen entspricht. Experimentell ergibt sich jedoch ein charakteristischer Unterschied. Bei genauerer Betrachtung erkennt man um die Indenterpunkte einen Bereich hoher Defektdichte, in welchem man Dreiecksstrukturen erkennen kann. Es handelt sich dabei um Ansätze der Volumengleitsysteme. Die Dreiecksspitzen liegen für die (111)-orientierte Oberfläche jeweils mittig zwischen den Cd(g)-Versetzungszweigen zweier benachbarter Rosettenarme. Für die $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche kehren sich die Verhältnisse um.

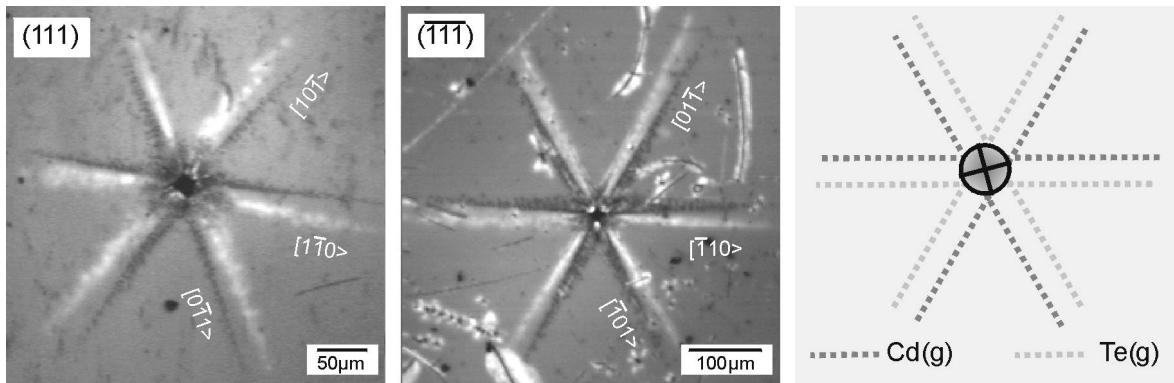


Abb. 5.2 Tangentialgleitung nach Mikrodeformation auf den polaren $\{111\}$ -Oberflächen von CdTe. Dargestellt sind KL-Bilder (links und Mitte, Last: 200mN) und die vorhergesagte Konfiguration nach Kapitel 2.3 (rechts). Die Ähnlichkeit der gebildeten Versetzungsrosetten ist klar zu erkennen, die Größen beider Rosetten sind unter Berücksichtigung der benutzten Indenterlast vergleichbar. Im Nahbereich der Indentereindrücke ergeben sich charakteristische Differenzen (siehe Text).

Im Bereich der Rosettenarme sollten sich nach dem Gleitprismenmodell (vgl. Abb. 2.9) darüber hinaus oberflächenparallele Versetzungshalbschleifen nachweisen lassen, die sich vom Deformationszentrum weg in die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ausbreiten. Die Versetzungsstrukturen in einer Tiefe von einigen Mikrometern unterhalb der Oberfläche enthalten derartige Halbschleifenstrukturen, wie die Abb. 5.3.a) und b) zeigen. Diese Informationen werden durch kontrollierten Ätzabtrag zugänglich. Beobachtet werden die unterschiedlichen KL-Kontraste der oberflächenparallelen Versetzungshalbschleifen des Tangentialgleitsystems. Die führenden 60° -Versetzungssegmente der Halbschleifen haben für die beiden Probenorientierungen jeweils verschiedene Polarität.

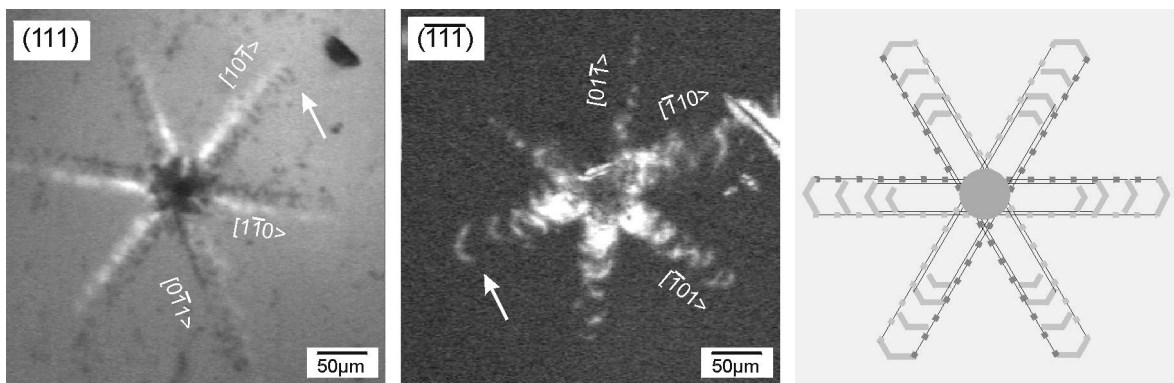


Abb. 5.3 Nachweis oberflächenparalleler Versetzungshalbschleifen in etwa $6\text{-}8\mu\text{m}$ Tiefe unter der Probenoberfläche. Die Information wurde durch einen Ätzabtrag der Probenoberfläche zugänglich (siehe Kapitel 3.1.3). Für die (111) -Oberfläche gilt: Halbschleifen parallel zur Oberfläche werden aus Cd(g)-Versetzungen gebildet. Bei einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche sind es im Gegensatz dazu Te(g)-Versetzungen. Das Modell entspricht der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberflächenorientierung (Abb. 2.12.b).

Das Gleitprismenmodell sagt für die (111) -Oberfläche Cd(g)-Versetzungen als führende 60° -Schleifenanteile voraus. Das konnte experimentell durch das Auftreten von KL-Dunkelkontrasten bestätigt werden und ist mit Abb. 5.3 belegt. Im Gegensatz dazu bestehen generierte oberflächenparallele Versetzungshalbschleifen in der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche aus führenden Te(g)-Versetzungssegmenten, die ebenso wie die Te(g)-Durchstoßversetzungen im KL-Bild aufgrund eines sichtbaren Hellkontrastes identifizierbar sind. Der hinreichende Nachweis dafür ist in Abb. 5.3 erbracht.

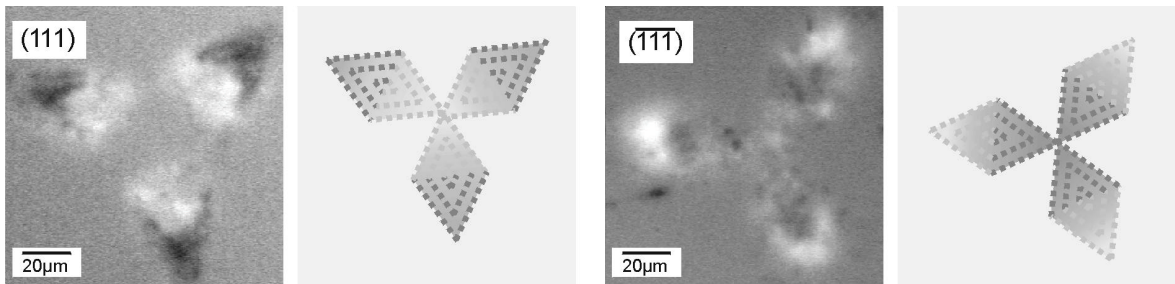


Abb. 5.4 Versetzungskonfigurationen in einer Tiefe von etwa $30\mu\text{m}$ unterhalb der indentierten Probenoberfläche, nach Ätzabtrag auf Te- bzw. Cd-Oberflächen von $\{111\}$ -orientierten CdTe-Proben. Die KL-Bilder repräsentieren die gleichzeitige Anwesenheit von Cd(g)- und Te(g)-Versetzungen in den ausgebildeten Volumengleitprismen. Die Schemata zeigen die aus dem Gleitprismenkonzept hervorgehenden Versetzungskonfigurationen (vgl. Abb. 2.12.c), die gut mit den experimentellen Ergebnissen übereinstimmen. (72K, Last: 0,2N)

Die weiterführende Untersuchung der Volumengleitsysteme konnte durch fortschreitenden Ätzabtrag der Kristalloberfläche realisiert werden. Hier ergeben sich in Übereinstimmung mit der Gleitprismengeometrie der Tetraedergleitung dreizählige Versetzungskonfigurationen (Abb. 5.4). Mit zunehmender Tiefe vergrößert sich die laterale Ausdehnung der Defektstruktur entsprechend der Form eines „external apex“ Tetraeders. Die drei $\langle 110 \rangle$ -Volumengleitrichtungen können in den KL-Bildern gut identifiziert werden. Während nahe der Oberfläche alle drei Gleitprismen nahe beieinander liegen, erfolgt eine klare Trennung mit wachsender Tiefe (siehe Anhang). Für den Fall der Indentierung auf der (111)-Oberfläche liegen die Cd(g)-Versetzungen im äußeren Bereich der Volumengleitprismen, die Te(g)-Versetzungen befinden sich innen. Im Fall der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche ist die Verteilung der Cd(g)- und Te(g)-Versetzungsanteile vertauscht. Vollständige Serien tiefenabhängiger Defektstrukturuntersuchungen sind im Anhang in Abb. 9.4 und Abb. 9.5 zu finden.

Die an $\{111\}$ -Oberflächen von CdTe erhaltenen Ergebnisse zur Defektkonfiguration nach Mikroindentierung zeigen eine hervorragende Übereinstimmung mit den in Kapitel 2.3 entwickelten, generalisierten 3D-Gleitprismenmodell. Die Generation und Ausbreitung von Gleitversetzungen in den $\langle 110 \rangle$ -Gleitprismen wird anschaulich bestätigt.

5.1.3 Mikroindentierung der (110)-Oberfläche

In Abb. 5.5 sind KL-Bilder einer tiefenabhängigen Untersuchung der Defektstruktur nach Indentierung einer (110)-Oberfläche von CdTe dargestellt. Ebenso wie für die Untersuchungen an den $\{111\}$ -Oberflächen kann eine gute Korrelation zum relevanten Gleitprismenmodell in Abb. 2.14 festgestellt werden. Es ergeben sich jedoch einige Besonderheiten, die hier kurz beschrieben werden sollen. Abb. 5.5 zeigt die KL-Bilder der lokalen, tiefenabhängigen Defektverteilung an einem Indentereindruck, Bild (a) ist die Aufnahme der indentierten Oberfläche, die Bilder (b)-(d) sind nach schrittweisem Oberflächenabtrag aufgenommen worden.

In Bild (a) erkennt man zusätzlich zur Tangentialgleitung in $\pm[1\bar{1}0]$ -Richtung weitere Defektstrukturen nahe des Indentereindrucks. Diese resultieren aus der Tetraedergleitung in die $[\bar{1}01]$ -, $[\bar{1}0\bar{1}]$ -, $[0\bar{1}\bar{1}]$ - und $[0\bar{1}1]$ -Volumengleitrichtungen, die relativ flach im Winkel von 30° zur Oberfläche liegen. Damit sind die in Bild (a) erkennbaren zusätzlichen Strukturen durch die Oberfläche stoßende Schraubenanteile aus den Volumengleitprismen. Ihre Projektion in die Oberfläche ergeben die $\langle 112 \rangle$ -Richtungen in Abb. 5.5.c. Nach geringem

Oberflächenabtrag (b) überlagern sich die unterschiedlich polaren Zweige der $[1\bar{1}0]$ -Rosettenarme zu einem diffuseren Defektgebiet. Die Hellkontraste der $\text{Te}(g)$ -Versetzungen dominieren, sie haben nun zumeist eine kommaförmige Form. Die Volumengleitversetzungsstrukturen weisen ebenfalls die Kontraste polarer 60° -Versetzungen auf. Erkennbar ist dies am hellen Saum, der von $\text{Te}(g)$ -Versetzungen gebildet wird. Bild (c) repräsentiert die schnelle laterale Ausbreitung der Volumengleitversetzungen in der Tiefe. In Bild (d) ist die klare Aufspaltung der vier geneigt zur Oberfläche liegenden $\langle 110 \rangle$ -Volumengleitprismen zu erkennen. Ferner kann auch das oberflächensenkrechte Volumengleitprisma mit seiner $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Orientierung eindeutig erkannt werden.

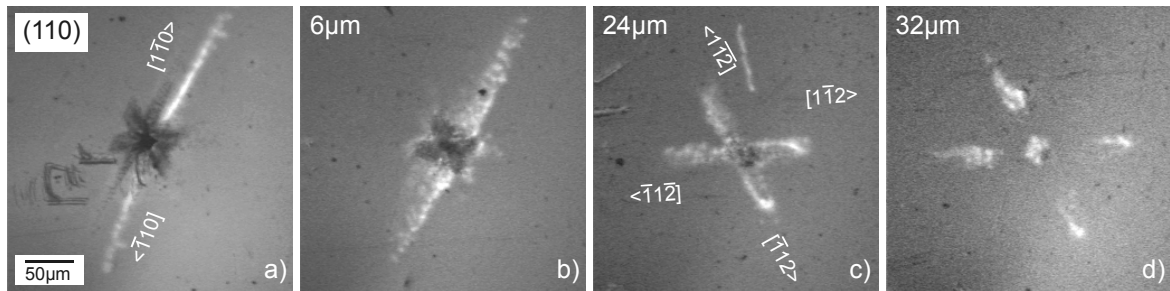


Abb. 5.5 Tiefenabhängige Untersuchung der Tangential- und Volumengleitung nach Indentierung auf einer (110)-Oberfläche von CdTe. Dargestellt sind panchromatischen KL-Bilder. (a) ist das KL-Bild vor dem Abtrag, (b), (c) und (d) entsprechend nach einem Abtrag von etwa $6\mu\text{m}$, $24\mu\text{m}$ und $32\mu\text{m}$ (72K, 0,2N). Die vollständige Defektstrukturuntersuchung ist im Anhang in Abb. 9.6 zu finden

5.1.4 Mikroindentierung der (001)-Oberfläche

Im Falle der (001)-Oberfläche von CdTe konnte eine Versetzungsanordnung im oberflächennahen Bereich gemäß Abb. 5.1.c) gefunden werden. (Analoge Untersuchungen wurden ebenfalls an ZnSe-Proben durchgeführt). Die Befunde zeigen eine gute Übereinstimmung zu Literaturarbeiten [bou93, fiv98, bou00]. Die durch ihre Länge unterscheidbaren Rosettenarme werden i.a. der Ausbreitung der $\text{Cd}(g)$ - und $\text{Te}(g)$ -Durchstoßversetzungen in die $[1\bar{1}0]$ - bzw. $[110]$ -Tangentialgleitrichtungen der Oberfläche zugeordnet. Eine Unterscheidung anhand ihrer unterschiedlichen Rekombinationswirksamkeit wird erstmals in dieser Arbeit in die Betrachtungen einbezogen. Bisher hat man die Bildung der Rosettenarme einer (001)-Rosette exklusiv aus je einem Versetzungstyp angenommen. Die Abb. 5.1.c) widerlegt jedoch diese Annahme. Man erkennt dominante, lange Versetzungszweige. Zusätzlich sind jedoch zwischen diesen Zweigen weitere Zweige zu erkennen, die aufgrund des umgekehrten Kontrastes auf das Vorhandensein des jeweils anderen polaren Versetzungstyps hindeuten. Dies ist erklärbar, wenn man in die Überlegungen den Fakt einbezieht, dass das Deformationszentrum nicht exakt an der Oberfläche, sondern etwas tiefer im Material liegt (vgl. Kapitel 5.2.1). Unter Benutzung des Gleitprismenmodells kann dann die in Abb. 5.1.c) gezeigte Defektstruktur hinreichend erklärt werden.

Die Volumengleitung (\rightarrow Tetraedergleitung) bei Indentierung der (001)-Oberflächen wurde bisher kaum analysiert [bou00]. In dieser Arbeit wurden diesbezüglich Untersuchungen durchgeführt, es konnte jedoch keine dem Gleitprismenmodell entsprechende Defektstruktur im Volumen beobachtet werden. Die in [bou00] und [lei00] vorgestellten TEM-Messungen an GaAs-Proben (Kapitel 5.2.2) zeigen im Gegensatz dazu hervorragend korrelierbare Volumengleitversetzungsanordnungen.

5.2 Der Prozess der Mikroindentierung

Zur besseren Erklärung der bei der Mikrodeformation beobachteten Versetzungs-erzeugung und -ausbreitungsphänomene muss der Gesamtprozess der Mikroindentierung genauer betrachtet werden. Dabei wären die elementaren Vorgänge bei der lokalen, mikroskopischen Deformation zu klären, beginnend bei der elastischen Kristalldeformation bis hin zur plastischen Deformation einschließlich der mikroskopischen Ausbreitung der Versetzungsstrukturen. Im folgenden Kapitel wird hierauf näher eingegangen.

5.2.1 Nanoindentierung

Die Methodik der Mikroindentierung und ihre weiterführende Version als Nanoindentierung werden in dieser Arbeit zur Erzeugung lokal definierter Kristallstörungen an Halbleiterproben eingesetzt². Mittels Nanoindentierung sollte eine quasihomogene Versetzungsnukleation aufgelöst werden können. Neben dem Lastbereich spielt die Indentergeometrie eine Rolle. Am gebräuchlichsten sind der Vickers-Indenter (→ vierzählige Pyramide) und der Berkovich-Indenter (→ dreizählige Pyramide). Herstellungs- bzw. abnutzungsbedingt haben die Indenterpyramiden keine idealen Spitzen, sondern weisen Verrundungsradien $R > 50\text{nm}$ auf, die das induzierte elastische Spannungsfeld beeinflussen (siehe Abb. 5.6.a).

Im Allgemeinen geht man davon aus, dass das Indentermaterial ausreichend hart ist (z.B. Diamant, Elastizitätsmodul $E = 1140\text{GPa}$) und sich bei der Deformation der Probe kaum verformt. Im Rahmen der linearen Kontakttheorie für isotrope Medien (Hertz'sche Kontakttheorie [law98]) lässt sich das elastische Spannungs-Dehnungs-Feld in der Probe berechnen. Für die wirkende Kraft als Funktion der Indenter Eindringtiefe h gilt:

$$F = 4/3 \cdot \sqrt{R} \cdot E^{\text{eff}} \cdot h^{3/2}. \quad (5.1)$$

E^{eff} ist der effektive Elastizitätsmodul und berechnet sich aus den Elastizitätsmoduln von Probe (E_p) und Indenter (E_i):

$$\frac{1}{E^{\text{eff}}} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_p^2}{E_p} \quad (5.2)$$

ν_i und ν_p sind die Querkontraktionszahlen von Indenter und Probe.

Kommt der Indenter in Kontakt mit der Probenoberfläche, so entsteht aufgrund der Verrundung eine Kontaktfläche A und bei einer auf den Indenter ausgeübten Kraft F ein Kontaktdruck p , der mit zunehmender Kraft gemäß Gleichung (5.1) ansteigt:

$$p = \frac{F}{A} = \frac{F}{\pi \cdot R \cdot h} = \frac{1}{\pi} \cdot \left(\frac{4 \cdot \sqrt{F} \cdot E^{\text{eff}}}{3 \cdot R} \right)^{2/3} \quad (5.3)$$

² Ich danke an dieser Stelle speziell den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe Experimentelle Physik I am Fachbereich Physik der Martin-Luther-Universität Halle (Prof. Dr. P. Grau, D. Lorenz, A. Zeckzer) für die Nanoindentierungs-Untersuchungen und den intensiven Erfahrungsaustausch.

Das Material wird zunächst rein elastisch verformt. Das simulierte Tresca-Spannungsfeld³ [gro96] der elastischen Deformation veranschaulicht Abb. 5.6.a). Die Punkt maximaler Spannung liegt nicht direkt an der Oberfläche sondern in geringer Tiefe unterhalb des Indenters.

Der Kontaktdruck p führt zu einer deformationswirksamen Scherspannung von $\tau = 0,465 \cdot p$ [law98]. Erreicht diese Scherspannung einen kritischen Wert $\tau_{loop} \sim G/10$ [hul84], erfolgt ein Sprung in der Eindringtiefe. Dieser Punkt wird als „pop-in“ Effekt bezeichnet [fel92, mic98] und kennzeichnet den Übergang von der rein elastischen zur plastischen Deformation. Eine typische Kraft-Endringtiefe-Messkurve für CdTe zeigt Abb. 5.6.b). Der pop-in Effekt wird mit der Entstehung erster Versetzungsschleifen in Verbindung gebracht [lei01]. Atomistische Modellierungen der Nukleation von Versetzungsschleifen bei Nanoindentierung sind z.B. in [kel98] zu finden. Es wird vom Entstehen einer ersten vollständigen Versetzungsschleife ausgegangen. Danach erfolgt eine weitergehende Versetzungsgeneration und –multiplikation an dieser Schleife. Die Versetzungsschleifen breiten sich in das Material aus. Da die notwendige Energie zur Nukleation der ersten Schleife am größten ist, erfolgt bei gleich bleibendem Kontaktdruck nach deren Nukleation eine schnelle Schleifenmultiplikation. Die Deformationsspannung wird dadurch reduziert. Aufgrund des bestimmenden Gleitsystems kommt es dann zur Ausbreitung der Schleifen in die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen auf den $\{111\}$ -Ebenen.

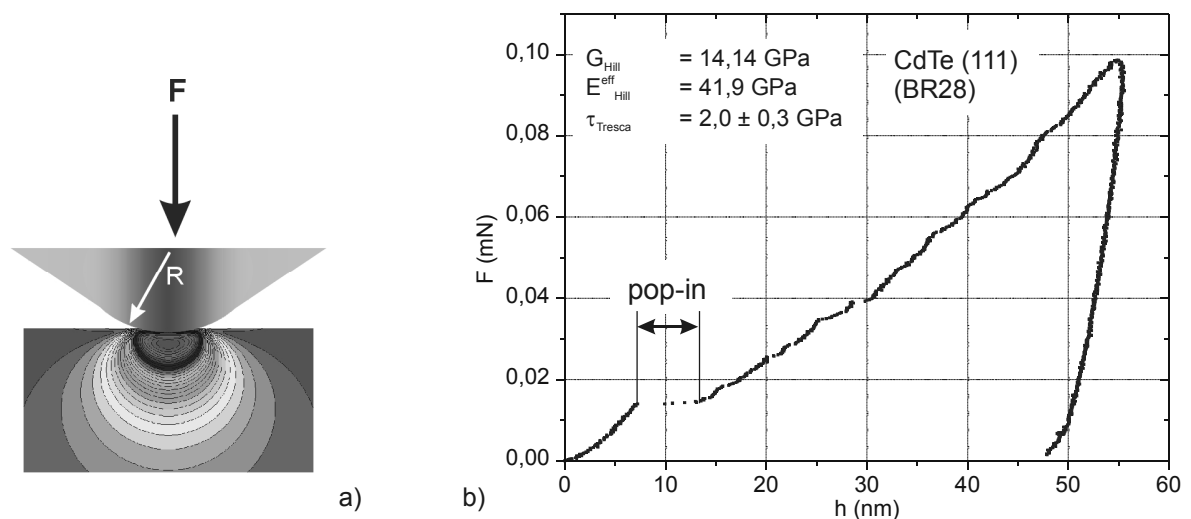


Abb. 5.6 (a) Modellierung des bei der Indentierung einer Probenoberfläche entstehenden Spannungsfeldes (Tresca-Spannung). (b) Typische Kraft-Eindringtiefe-Messung des Nano-Indenters[®] II für CdTe mit einer pop-in-Stufe bei 0,014mN.

Aufgrund der speziellen Indenterformen als drei- bzw. vierzählige Pyramiden und/oder der Anisotropie der elastischen Materialeigenschaften können ausgeprägt anisotrope Deformationsfelder entstehen. Ihre Berechnung mit Hilfe der Finite-Elemente-Methode erweist sich als sehr rechenintensiv und ist leider nur für spezielle Indenterformen und bestimmte Materialien durchgeführt worden [mur94, fiv98]. Aus der mikroskopischen Verteilung im Plastizitätsbereich des Indenters lässt sich der Einfluss dieser Anisotropie auf die Versetzungsausbreitung innerhalb der relevanten Gleitgeometrien nachweisen.

³ Die Fließbedingung von Tresca geht von der Annahme aus, dass plastisches Fließen auftritt, wenn die maximale Schubspannung einen bestimmten Wert τ_{max} annimmt bzw. überschreitet [gro96].

5.2.2 Lastabhängige Defektkonfigurationen

5.2.2.1 Defektstruktur direkt nach dem pop-in

Im folgenden werden Versetzungsstrukturen betrachtet, die durch stark unterschiedliche Krafteinwirkung erzeugt wurden. Zur genauen Strukturbetrachtung der Versetzungsanordnungen bei geringen Indenterlasten werden TEM-Untersuchungen herangezogen.

Der Gesamtzielstellung der Arbeit entsprechend wäre der Einsatz der TEM-KL Methode [wan88, mit88, mit00] zweckmäßig gewesen, sie wurde im Rahmen dieser Arbeit leider nicht eingesetzt. Dies sollte in zukünftigen Untersuchungen realisiert werden.

Wie im vorangegangenen Abschnitt 5.2.1 erwähnt, ist der Übergang von der rein elastischen zur plastischen Deformation während der Indentierung durch den pop-in Effekt gekennzeichnet. Dabei erfolgt eine Störung der „idealen“ Kristallstruktur durch den Einbau von Versetzungen. Offensichtlich kommt es zu einer kurzzeitigen Nukleation einer großen Anzahl von Versetzungsschleifen. Eine in GaAs(001) direkt nach dem pop-in entstandene Versetzungskonfiguration ist in [lor00a, lei01] mittels TEM untersucht worden. Die entstandene Defektstruktur ist in Abb. 5.7 gezeigt. Aufgrund der sofortigen Entlastung nach der pop-in Phase wird angenommen, dass die beobachtete Defektkonfiguration direkt während des pop-in Effektes gebildet wurde. Zu erkennen ist eine Versetzungsanordnung, die einem vierblättrigen Kleeblatt ähnelt. Diese Verteilung wird auf Versetzungshalbschleifen des Volumengleitsystems zurückgeführt. In der TEM-Abbildung sieht man die Projektionen dieser Versetzungssegmente in die (001)-Ebene.

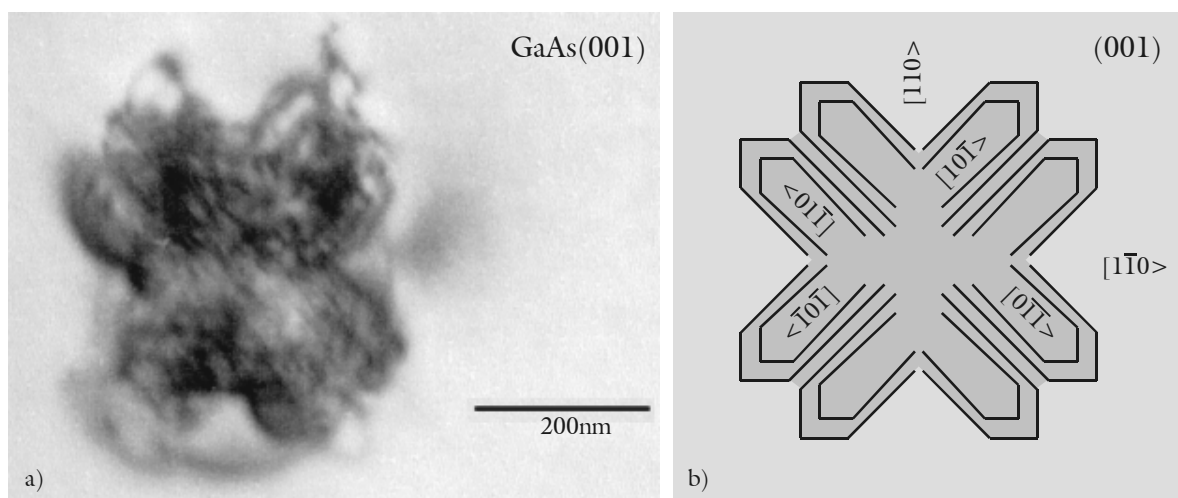


Abb. 5.7 TEM-Hellfeldabbildung der Rosettenstruktur um ein lokales Deformationszentrum auf (001)GaAs (a, [lor00a, lei01]). In (b) ist schematisch die Projektion der Anordnung der Versetzungshalbschleifen der hier dominierenden $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Volumengleitsysteme in die (001)-Probenebene wiedergegeben. Die Gleitrichtungen in der Oberfläche bzw. ins Volumen sind eingezeichnet. Vereinzelt sind in der TEM-Abbildung prismatische Schleifen zu erkennen (in der Mitte ganz unten).

Die Skizze im rechten Teil veranschaulicht die räumliche Struktur. Entsprechend der räumlichen Verteilung des Tresca-Feldes ist im Anfangsstadium der Deformation mit der fast ausschließlichen Nukleation von tetraedrischen Versetzungshalbschleifen zu rechnen. Damit

ergibt sich ein erster Unterschied zu den Ergebnissen an CdTe, die bisher vorgestellt wurden. Hier wurde generell eine ausgedehntere Tangentialgleitung beobachtet.

5.2.2.2 Defektkonfigurationen in GaAs für moderate Lasten

Wird die Indenterlast nach dem pop-in stetig erhöht, so werden Versetzungsbewegungen weit in das Kristallmaterial hinein angeregt. Ebenso findet eine fortlaufende Nukleation von Versetzungshalbschleifen statt. Das Maximum der Scherspannung liegt nicht direkt unterhalb des Indenters, sondern bildet einen Ring in einer Tiefe von etwa $1\mu\text{m}$. Dies führt zur gleichberechtigten Nukleation von oberflächenparallelen sowie tetraedrischen Versetzungshalbschleifen. Wie im Gleitprismenmodell in Abschnitt 2.3 beschrieben ist, wird durch die Versetzungsbildung Material in begrenzten Bereichen der Gleitprismen entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen in den Kristall verschoben. Mit wachsender Indenterlast und damit wachsendem Kontaktbereich zwischen Indenter und Probenoberfläche wächst auch die Menge verschobenen Materials und die Reichweite der Deformation. In [fiv98, kou00] wurden lastabhängige TEM-Untersuchungen durchgeführt. Eine Messung aus [kou00] ist in Abb. 5.8 dargestellt.

In der Abbildung ist eine Hellfeldaufnahme eines Mikrohärteeindrucks auf (001)GaAs wiedergegeben. Man erkennt die vierarmige Versetzungsrosette. Die Kristallrichtungen sind eingezeichnet. Man sieht Versetzungsschleifen der Tangentialgleitung (\rightarrow oberflächenparallele Burgersvektoren). Hier weisen die Schraubenversetzungsanteile in die $[110]$ - bzw. $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung. Die Gesamtheit der Tangentialgleitsysteme bildet ein Doppelkreuz. Die Versetzungsstrukturen bestehen aus Viertelschleifen mit an der Oberfläche endenden Durchstoßversetzungen.

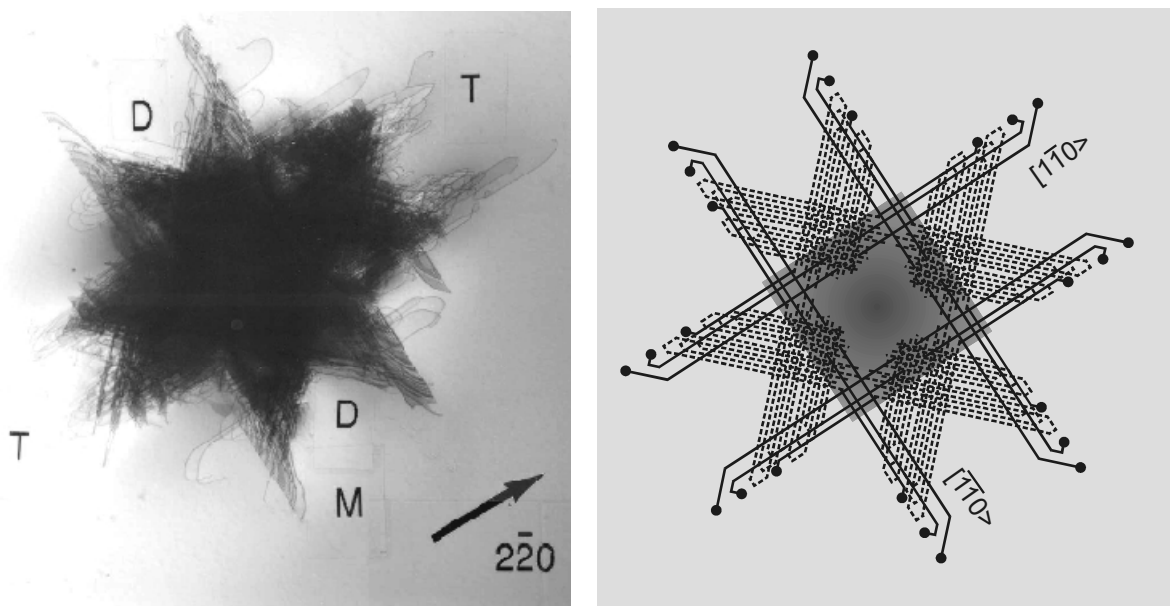


Abb. 5.8 TEM-Hellfeldabbildung für $g=(2\bar{2}0)$ des plastizierten Bereiches um einen Mikrohärteeindruck auf (001)GaAs (links, plane view, aus [Kou00]). T-vollständige Versetzungen der Tangentialgleitung, M-Mikrozwillinge, D-Versetzungen auf tetraedrischen Gleitebenen. Das rechte Bild ist eine schematische Darstellung der Lage der tangentialen (durchgezogene Linien) und tetraedrischen (gestrichelte Linien) Versetzungsschleifen.

Im Innern des Kreuzes befinden sich die Versetzungsschleifen der tetraedrischen Gleitung. Die Burgersvektoren weisen in den Kristall. Die Schraubenversetzungsanteile sind durch

Linienkontraste zu identifizieren die in die $[100]$ - und $[010]$ -Richtungen weisen. Dies ergibt sich aus der Projektion der in den Kristall weisenden $\langle 110 \rangle$ -Richtungen in die Oberfläche.

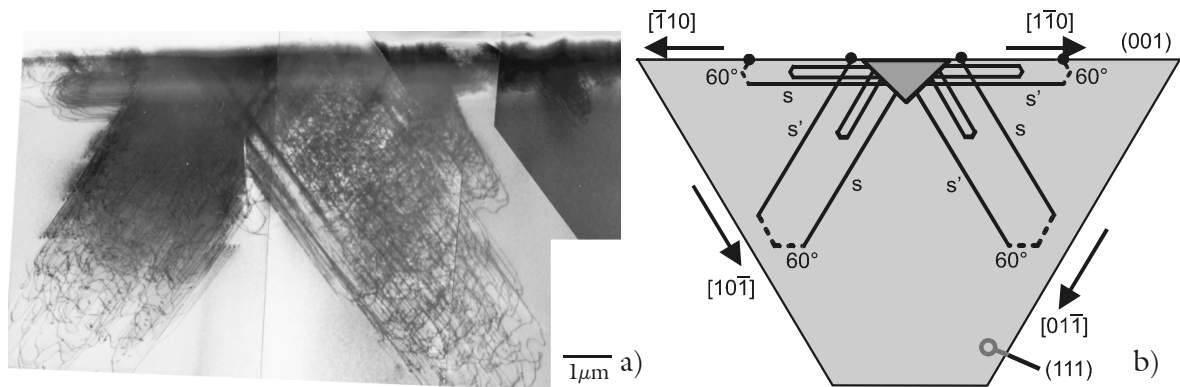


Abb. 5.9 (a) TEM-Hellfeldabbildung einer (110) -orientierten Querschnittsfolie von einer (001) GaAs-Probe im Hellfeld (für $g=(2\bar{2}0)$, aus $[1\bar{1}00]$). Zu sehen sind die plastizierte Bereiche um einen Mikrohärteneindruck. (b) Schematische Darstellung der Lage der tangentialen und tetraedrischen Versetzungsschleifen.

Das rechte Bild stellt die Versetzungsstruktur schematisch dar. Durchgehende Linien repräsentieren Versetzungen des Tangentialgleitsystems, gestrichelte Linien stellen tetraedrische Versetzungen dar. Im Anhang ist in Abb. 9.13 das Ergebnis der vollständigen TEM-Untersuchung abgebildet. Durch die Analyse verschiedener Beugungsbilder besteht experimentell die Möglichkeit, die verschiedenen Versetzungstypen und deren räumliche Lage zu identifizieren.

Eine weitere Möglichkeit der Beobachtung von tangentialer als auch tetraedrischer Gleitung ist durch die Querschnittspräparation einer indentierten Probe an einem Mikrohärteneindruck gegeben. In Abb. 5.9.b) ist ein Beispiel einer solchen TEM-Untersuchung $[1\bar{1}00]$ dargestellt. Deutlich zu erkennen sind die tetraedrischen Versetzungsschleifen, wie sie im Schema in Abb. 5.9.a) veranschaulicht sind. Hier sind ebenfalls tangentiale Versetzungsschleifen mit führenden 60° -Durchstoßsegmenten zu sehen. Die Tangentialgleitsysteme sind in der TEM-Abbildung nur in Oberflächennähe bis etwa $1,5\mu\text{m}$ Tiefe zu sehen.

Die TEM-Untersuchungen (vgl. Abb. 5.7, Abb. 5.8, Abb. 5.9) veranschaulichen den Mechanismus der Nukleation und Ausbreitung von Versetzungsschleifen während der Indentierung von (001) -Oberflächen. Die hier vorgestellte TEM-Untersuchungsserie stützt in überzeugender Weise das Gleitprismenmodell für die Tangential- und Volumengleitung.

5.2.2.3 Versetzungsanordnungen bei Nanoindentierung von (001) ZnSe-Schichten

Zur Untersuchung der lastabhängigen Ausbildung des Tangentialgleitsystems an Mikroindentierungen wurden dicke Heteroepitaxieschichten ZnSe/GaAs (001) (Dicke: $>4\mu\text{m}$) mit einem Raster aus Mikrohärteneindrücken verschiedener Last versehen $[1000b]$. Gleichzeitig wurde zu jedem Eindruck die Kraft-Eindringtiefe-Messkurven aufgenommen, um den pop-in Bereich zu registrieren. Daran anschließend wurde die Probe im Rasterelektronenmikroskop mittels der SE- und KL-Mode untersucht. In der Abb. 5.10 sind die panchromatische KL-Abbildung des indentierten Probenareals sowie zwei Kraft-Eindringtiefe-Messkurven dargestellt.

Am linken Bildrand befindet sich eine vertikale Reihe von Versetzungsrosetten um Eindrücke hoher Last (10mN , \odot). Sie dienten als Marker zum Auffinden des Indenterrasters.

Mit ②, ③ und ④ sind je 2 horizontale Reihen von Mikroindentierungen unterschiedlicher Last bezeichnet (②-1mN, ③-0,1mN, ④-0,05mN). Der pop-in Punkt wurde bei durchschnittlich 0,097mN registriert. Demzufolge sollten in den oberen beiden Reihen noch keine Defektkontraste zu finden sein. In der KL-Abbildung ist in Übereinstimmung damit kein KL-Defektkontrast zu beobachten. Offensichtlich hat eine rein elastische Deformation stattgefunden. In den mittleren beiden Reihen kann man im Gegensatz dazu jeweils dunkle Kontrastpunkte feststellen. Dementsprechend ist der pop-in Effekt registriert worden, erste kleine Versetzungsschleifen sind entstanden. Eine Auflösung der entstandenen Defektstruktur ist mittels REM-KL jedoch nicht möglich. Die Defektkonfiguration sollte analog der an GaAs gefunden Rosettenstruktur ausgebildet sein (vgl. Abb. 5.7). Die unteren beiden horizontalen Reihen belegen die Ausbildung der Tangentialgleitsysteme in Übereinstimmung mit dem Gleitprismenmodell. Jede Rosette besteht aus einem gekreuzten hellen und dunklen Arm entsprechend dem Auftreten von Se(g)- und Zn(g)-Versetzungssegmenten in den oberflächenparallelen $\langle 110 \rangle$ -Gleitprismen. Die links im Bild vorhandenen Markereindrücke repräsentieren das nächste Stadium der Rosettenbildung in der (001)-Oberfläche aufgrund einer ausgedehnteren Versetzungsbewegung. Jeder der Rosettenarme spaltet sich hier bereits in die zwei gleichartigen Zweige auf.

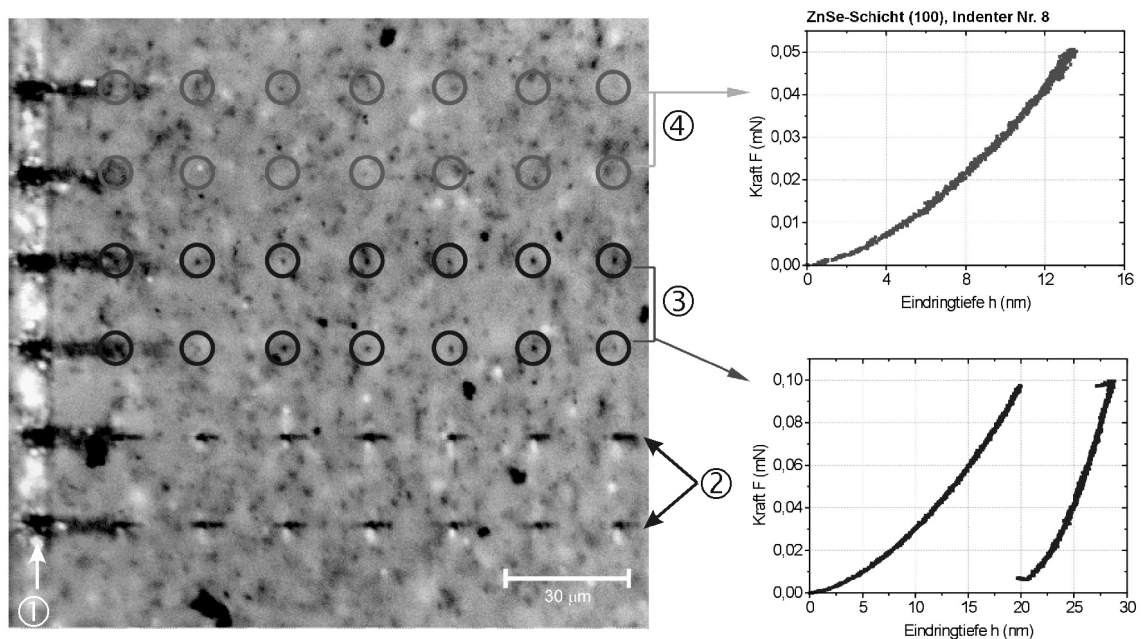


Abb. 5.10 Panchromatische KL-Abbildung einer (001)ZnSe/GaAs-Schicht (links, [100]). Die Oberfläche wurde mit einer Matrix aus Nanoindentereindrücken verschiedener Last versehen. Die Positionen der lokalen Deformationen sind mit Kreisen umschrieben. Die Kraft-Eindringtiefe-Messkurven sind für die geringen Lasten rechts veranschaulicht.

Anhand der vorliegenden Befunde kann sehr gut die lokale Deformation als Gesamtprozess nachvollzogen werden. Beginnend mit der elastischen Deformation über das Auftreten erster Versetzungsschleifen beim pop-in Punkt bis hin zur ausgedehnten Versetzungsrosette konnten alle Phasen beobachtet werden. Aussagen zum zeitlichen Verhalten der Bildung der Defektstrukturen konnten durch diese Messungen jedoch nicht getroffen werden. An CdTe-Volumenproben wurden Indentierungen gleicher Last, jedoch mit verschiedenen Eindringgeschwindigkeiten und Standzeiten durchgeführt. Unterschiede in den Defektkonfigurationen konnten nicht festgestellt werden.

5.2.2.4 Lastabhängige Defektkonfigurationen an CdTe-Volumenkristallen

Ausgehend von der vorangegangenen Untersuchung auf der (001)-Oberfläche von ZnSe wurden an CdTe-Proben mit (110)- und (111)-Orientierung der Einfluss der Last und der Indenterform auf die Versetzungskonfiguration betrachtet. In den aus der Literatur bekannten Modellen wird solch eine Abhängigkeit bisher vernachlässigt (z.B. [law98]). Wie man in den vorangegangenen TEM-Untersuchungen feststellen konnte, hängt die ausgebildete Defektkonfiguration stark von der Indenterlast ab. Eine einfache räumliche Skalierung mit der Last wird nicht beobachtet. Vielmehr ist festzustellen, dass am Beginn der plastischen Deformation vorrangig Volumengleitprozesse aktiviert werden, während die Tangentialgleitversetzungen erst bei steigender Last zur Spannungsrelaxation beitragen. Dieser Einfluss resultiert aus dem Zusammenhang zwischen der Indenterlast und dem induziertem Spannungsfeld sowie der generierten Defektdichte. Mit den folgenden KL-Untersuchungen soll zusätzlich geklärt werden, wie die Indenterform die sich ausbildende Defektanordnung beeinflusst.

Dazu wurden CdTe Proben mit Mikrohärteeindrücken der Lasten 0,1mN, 1mN, 10mN und 100mN versehen. Da die pop-in Stufe bereits bei geringer Belastung von etwa 0,014mN auftritt (siehe Abb. 5.6.b) wurden an allen Eindrücken Defektstrukturen (→ Versetzungen) erwartet.

Abb. 5.11 zeigt panchromatische KL-Abbildungen der plastizierten Bereiche um die Mikroindentierungen auf (110). Im linken Bild (a, 0,1mN) ist das Deformationsgebiet nur anhand eines „punktförmigen“ Dunkelkontrastes in der Bildmitte zu erkennen. Dort wurde wahrscheinlich eine Reihe kleiner Versetzungsschleifen generiert, die in der KL-Mode nicht auflösbar sind. Eine ausgedehnte Versetzungsbewegung hat nicht stattgefunden. Die direkt am Indenterpunkt vorhandenen Versetzungsschleifen geringer Größe ($<1\mu\text{m}$) zeigen vorrangig strahlungsloses Ladungsträgerrekombinationsverhalten. Defekthellkontraste isolierter Te(g)-Versetzungen sind nicht zu finden.

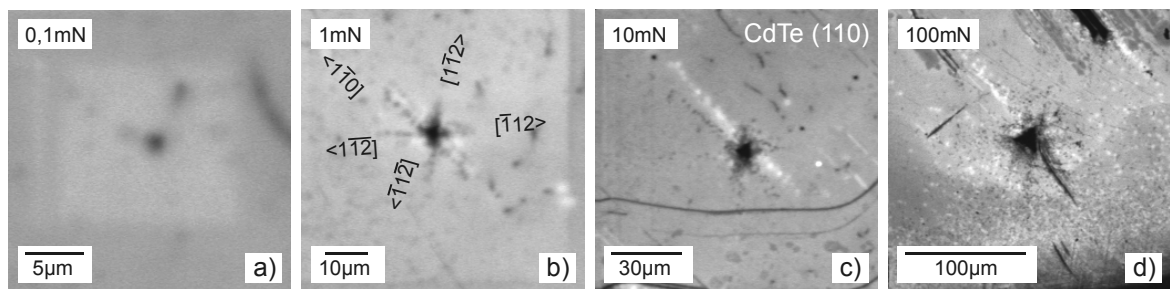


Abb. 5.11 Panchromatische KL-Abbildungen des plastizierten Bereiches um Nanoindenterindrücke verschiedener Lasten auf (110)CdTe.

Im Bild b) (Last: 1mN) ist bereits eine gut ausgebildete Versetzungsrosette erkennbar. Eingezeichnet sind die kristallografischen Richtungen der Projektion aller $<110>$ -Gleitrichtungen in die Oberfläche. Man erkennt die in die $[1\bar{1}0]$ -Richtung verlaufenden Tangentialgleitsysteme sowie Durchstoßsegmente von vier tetraedrischen Gleitversetzungssystemen. Eine paarweise Anordnung der tangentialen Versetzungsarme ist bereits erkennbar. Im Defektlumineszenzbild (siehe Anhang Abb. 9.9) erkennt man eine stark asymmetrische Verteilung der Te(g)-Versetzungssegmente der tetraedrischen Gleitung, repräsentiert durch Hellkontraste in den KL-Bildern. Cd(g)-Versetzungen sind hier kaum nachzuweisen.

Bei einer Last von 10mN hat sich eine zweiarmige Versetzungsrosette gebildet, wie sie auch schon in Kapitel 5.1.3 gezeigt wurde. In der oberflächennahen Defektverteilung dominiert das Tangentialgleitsystem. Teile der Volumengleitsysteme mit Durchstoßversetzungen verschiedenen Typs sind zusätzlich zu erkennen. Das rechte Bild (c) zeigt einen Kristallbereich nahe einer Bruchkante (unterer Bildrand), der durch eine sehr hohe Versetzungsdichte aufweist. Die Versetzungsrosette um den Indentereindruck (Last: 100mN) ist dennoch gut erkennbar.

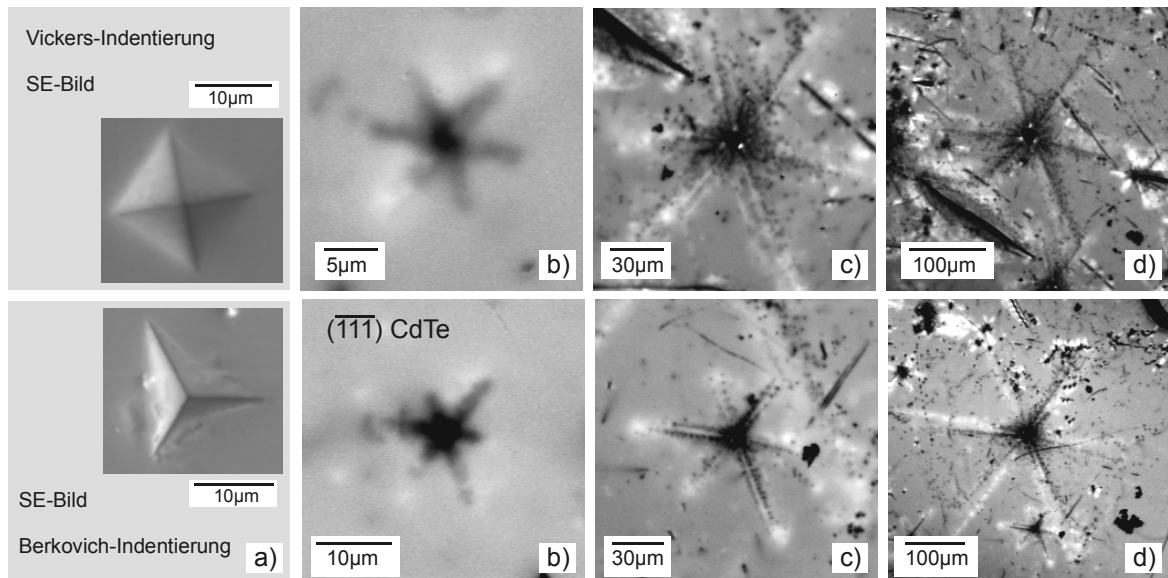


Abb. 5.12 Vergleich zwischen Versetzungsrosetten auf $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})\text{CdTe}$ nach lastabhängigen Indentierungen mit Vickers-Indenter (obere Bildreihe) und Berkovich-Indenter (untere Reihe). Dargestellt sind panchromatische KL-Bilder (Last: b-1mN, c-10mN, d-100mN). Die SE-Bilder in a) zeigen die Form der Nanoindentereindrücke (100mN) für Vickers- und Berkovich-Indentierung.

Abb. 5.12 zeigt eine vergleichende Untersuchung der Versetzungsverteilung an Vickers- bzw. mit Berkovich-Indentereindrücken auf einer identischen $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche von CdTe. Die KL-Bilder zeigen Ergebnisse für die Indentierung mit einem Vickers-Indenter in der oberen Bildreihe und einem Berkovich-Indenter in der unteren Bildreihe. Bei Indentierung mit 0,1mN ergibt sich jeweils ein punktförmiger Defektkontrast direkt am Indenterpunkt, der auf das Vorhandensein kleiner Versetzungsschleifen schließen lässt. Besonders interessant ist der Vergleich der Bilder b) (Last: 1mN). Während im oberen Bild eine Rosette mit nahezu gleichmäßig ausgebildeten Armen zu sehen ist, erkennt man eine deutliche Asymmetrie im unteren Bild. Der Vergleich mit den SE-Bildern (links oben) zeigt, dass für Gleitrichtungen, die mit Normalen der Indenterflächen übereinstimmen, die Versetzungsausbreitung am größten ist. KL-Bilder der Matrix- bzw. Defektlumineszenz (siehe Anhang Abb. 9.7 und Abb. 9.8) verdeutlichen noch eindeutiger dieses Verhalten. Demzufolge muss das einfache Modell der radialsymmetrischen Spannungsverteilung, wie es in Kapitel 5.2.1 benutzt wurde, hier modifiziert angewendet werden.

Die Bilder in c) zeigen Versetzungsrosetten nach Indentierung mit einer Last von je 10mN. Neben der Beobachtung der Zweige der polaren Durchstoßversetzungen ist auf die Generation oberflächenparalleler Versetzungshalbschleifen mit führenden 60° -Te(g)-Segmenten zu schließen. Ihre Generation erfolgt in einer Tiefe im Kristall, die bei der Messung noch gut zugänglich ist. Besonders für die Berkovich-Indentierung ist dies gut zu sehen. Die äußeren Bereiche der Rosette werden aus diffusen Hellkontrasten gebildet. Im Defektlumines-

zenzbild ist die Asymmetrie klar zu erkennen. Die Rosettenform nach der Vickers-Indenterung ist gekennzeichnet durch eine hohe Versetzungsdichte im Indenternahbereich. Die Rosetten nach Indenterung mit 100mN zeigen bekannte Rosettenstrukturen.

Die Versetzungskonfigurationen nach Indenterung mit dem Berkovich-Indenter zeigen klar den Einfluss der Indenterform. Eine Asymmetrie des Spannungsfeldes ist zu schlussfolgern. Aus den Messungen geht klar hervor, dass das Maximum der wirksamen Spannung in Richtung der Flächennormalen des Indenters liegt. Dies führt zu Vorzugsrichtungen im Anfangsstadium der ausgedehnten Versetzungsbewegung (Last: 1mN). Steigt die Indenterlast an, so reduziert sich der Einfluss der Indenterform, die Asymmetrie der Defektkonfiguration geht zurück. Bei höheren Lasten hat das Spannungsfeld näherungsweise sphärische Symmetrie.

5.2.2.5 Indenterung mit hohen Lasten (>200mN)

Für hohe Indenterlasten ist erfahrungsgemäß zu erwarten, dass sich Kristallmaterial um den Indenterpunkt aufwirft, dadurch, dass eine Materialverschiebung in Richtung zur Oberfläche hin stattfindet. Der plastische Rückfluss kann als Tetraedergleitung mit umgekehrten Vorzeichen betrachtet werden [rob83, hirs85, rob88].

Abb. 5.13 zeigt ein Beispiel eines Hochlastexperimentes. Es handelt sich um eine in-situ Untersuchung, wie sie in Kapitel 6.3 vorgestellt wird. Durch die speziellen Bedingungen der in-situ Deformation kann es zu einer ausgeprägten Indenter-Probe-Wechselwirkung während des Versuches kommen. Wie aus dem linken Bild ersichtlich ist, entsteht eine Versetzungsrosette mit einer Größe von mehr als einem Millimeter. Die sechsarmige Struktur entspricht noch weitgehend der Tangentialgleitung im Gleitprismenmodell. Zusätzlich sind jedoch im inneren Rosettenbereich zwei um 60° gegeneinander verdrehte, einem gleichseitigen Dreieck ähnelnde Versetzungsanordnungen mit entgegengesetztem Kontrast zu finden. Eine Erklärung für diese kristallografisch determinierte Defektverteilung ergibt sich daraus, dass Versetzungshalbschleifen mit führenden Cd(g)-Versetzungsegmenten auf den $\{111\}$ -Gleitebenen eines A-Typ Thompson-Tetraeders in der „internal apex“ Lage in Richtung Oberflächen gleiten (1), während sich gleichzeitig Te(g)-Versetzungsegmente auf den Gleitebenen eines B-Typ Thompson-Tetraeders mit „external apex“ Position ausbreiten (2).

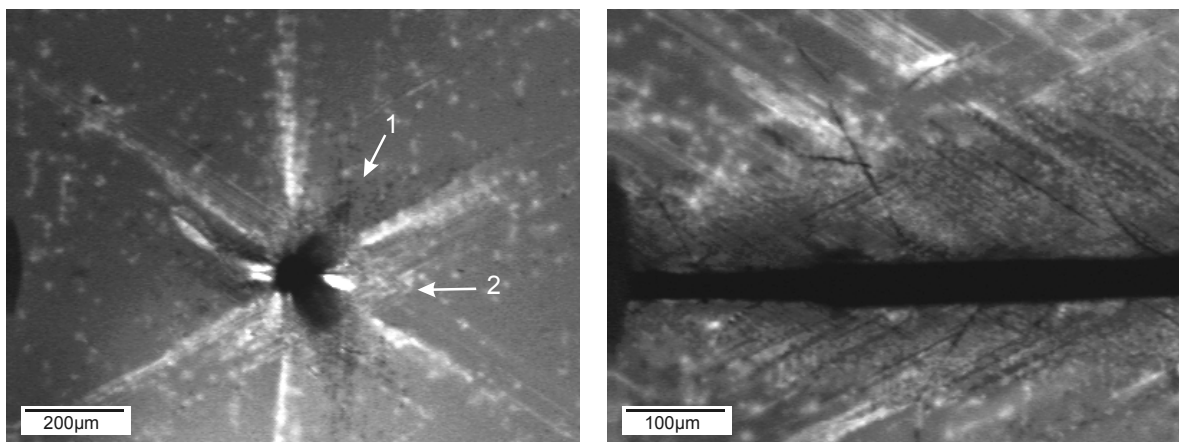


Abb. 5.13 Beispiele von Defektkonfigurationen nach Indenterung mit hohen Lasten. Im linken Bild ist eine Versetzungsrosette zu sehen, deren laterale Ausdehnung 1mm überschreitet. Das rechte Bild zeigt den Umgebungsbereich eines Kratzers.

In beiden Fällen erfolgt durch die Versetzungsausbreitung ein Materialfluss zur Oberfläche. Die Materialanhäufung um die Indentereindrücke kann in SE-Bildern beobachtet werden (vgl. Abb. 5.14).

In der Umgebung eines mit hoher Last erzeugten Oberflächenkratzers ist eine hohe Versetzungsdichte festzustellen. Anhand des Vorhandenseins heller und dunkler Kontrastlinien kann auf die Existenz polarer Cd(g)- und Te(g)-Versetzungen geschlossen werden. In größerer Entfernung vom Kratzer werden vorrangig Hellkontraste beobachtet. Folglich kann auf eine ausgedehntere Bewegung von Te(g)-Versetzungen geschlossen werden. Hier sind oberflächenparallele sowie Durchstoßversetzungen, ausgewiesen durch die linienartigen bzw. Punktkontraste, vorhanden.

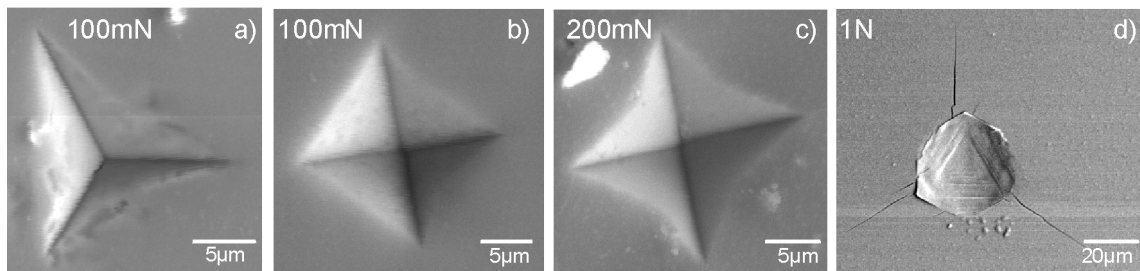


Abb. 5.14 SE-Bilder von Mikrohärteeindrücken. Bilder (a) und (b) stellen vergleichend Eindrücke von einem Berkovich- bzw. einem Vickers-Indenter dar. Im Fall niedriger Last ist ein Materialrückfluss beim Entlasten kaum zu verzeichnen. Bei höherer Indenterlast (Bild c) entsteht ein Eindruck mit deutlicher Kissenverzerrung. In Bild (d) ist ein Indentereindruck mit Kugelform ($r > 100\mu\text{m}$) verwendet worden. Oberflächenstufen im Kernbereich des Indenters sowie Mikrorisse sind zu erkennen.

Mit den in Kapitel 5 durchgeführten Untersuchungen wurde eine umfassende Analyse des Prozesses der Versetzungsausbreitung bei Mikrodeformation durchgeführt. Es wurde gezeigt, dass nach dem pop-in Defektstrukturen beobachtet werden können, die sich in dem für das Zinkblendegitter relevanten $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Gleitsystemen ausbreiten. Die Annahme der homogenen Versetzungsnukleation unter den Bedingungen der Mikrodeformation scheint gerechtfertigt und wird durch die TEM-Untersuchungen an GaAs gestützt.

6 Untersuchungen zur Versetzungsdynamik

Der Hauptteil der experimentellen Arbeiten bestand im in-situ Studium von Versetzungsbewegungen mit Hilfe der dynamischen REM-KL Technik. Dabei sollten erstmals die Möglichkeiten der kinematischen REM-KL Mikroskopie ausgenutzt werden. Zielstellung war es, das intrinsische Rekombinationsverhalten frisch erzeugter Versetzungen während des Gleitprozesses zu beobachten. Durch den Einsatz der quantitativen Signalmessverfahren auf der Basis der Lock-in-Technik und des Photon-Counting sollte eine Analyse der dynamischen Defektkontraste realisiert werden.

Im Vordergrund dieser Arbeit stand die technische Entwicklung der dynamischen KL-Mikroskopie einerseits und die gleichzeitige Einführung geeigneter in-situ Mikrodeformationstechniken für die Rasterelektronenmikroskopie andererseits. Dynamische REM-KL Untersuchungen unter der Zielstellung der quantitativen Defektkontrastanalyse wurden hier erstmals durchgeführt.

Im folgenden Abschnitt wird zunächst auf die theoretischen Grundlagen der Versetzungsbewegung im Rahmen der mikroskopischen Sichtweise des Peierls-Mechanismus [pei40] und deren Korrelation zu makroskopisch messbaren Kenngrößen Scherspannung und Temperatur eingegangen. Bei den Betrachtungen zur Versetzungsdynamik wird zwischen dem Fall der thermisch aktivierten Defektbewegung einerseits sowie der stimulierten Versetzungsgleitung bei Elektronenstrahlanregung (\rightarrow REDG-Effekt) andererseits unterschieden. Letzteres erfordert die zusätzliche Einführung rekombinationsinduzierter Kinkengenerations- und -migrationsprozesse in die Beschreibung der Versetzungsgleitgeschwindigkeit.

Mit CdTe und GaAs wurden zwei Modellsubstanzen untersucht, die hinsichtlich der thermisch aktivierten und rekombinationsinduzierten Defektbewegungen deutliche Unterschiede aufweisen. Der sehr stark ausgeprägte REDG-Effekt im GaAs ermöglichte die Beobachtung vielfältiger Prozesse bei der Bewegung von Gleitversetzungen. So konnte die Aktivität von Versetzungsquellen, die langreichweitige Bewegung von Einzelversetzung in verschiedenen Gleitgeometrien sowie die Interaktion von Versetzungen ausführlich studiert werden. Wichtiger Bestandteil der Untersuchungen waren die in-situ Deformationsexperimente am CdTe bei tiefen Temperaturen. Da in diesem Material Versetzungen bereits bei Raumtemperatur leicht beweglich sind, eine gleichzeitige Diffusion von Punktstörungen eher ausgeschlossen werden kann, liefert die Beobachtung der Generation und Migration von frisch erzeugten Defektstrukturen und deren intrinsischer Rekombinationswirksamkeit bei tiefen Temperaturen neue Aussagen zur Mobilität und elektronischen Aktivität der auftretenden, unterschiedlichen Versetzungsstrukturen.

6.1 Grundlagen der Versetzungsbewegung

Plastische Deformation erfolgt in kristallinen Materialien vorrangig durch die Nukleation, Migration, Multiplikation und Annihilation von Versetzungen. Die Versetzungsbewegung selbst kann in Form von gleitenden Stufen- und Schraubenversetzungen und kletternden Stufentypversetzungen erfolgen. Schraubenversetzungen können darüber hinaus Quergleitprozesse („cross-slip“ [yon00]) ausführen. Unter Gleiten ist dabei die Bewegung der Versetzung in der durch Versetzungslinie und Burgersvektor aufgespannten Gleitebene zu verstehen. Klettern ist die Bewegung der Versetzung von der ursprünglichen in eine benachbarte Gleitebene. Dies kann nur unter Emission von Leerstellen oder Zwischengitteratomen bzw. deren Anlagerung erfolgen. Im folgenden wird nur das Phänomen der Versetzungsgleitung betrachtet, da diese Form der Versetzungsbewegung in den vorliegenden Experimenten dominiert und außerordentlich gut geeignet ist, einen Zugang zu den intrinsischen Eigenschaften zu bieten.

6.1.1 Phänomenologische Betrachtungen

Die folgenden Betrachtungen beziehen sich zunächst auf eine rein thermisch aktivierte Versetzungsbewegung unter dem Einfluss einer Verspannung des Kristalls. Für die Temperaturabhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit wird ein exponentieller Ansatz der Form

$$v \sim \exp(-Q/kT) \quad (6.1)$$

gewählt [cha62]. Dieser Zusammenhang gilt für Scherspannungen (τ) oberhalb eines kritischen Wertes (\rightarrow kritische Schubspannung τ_k). Unterhalb steigt die Aktivierungsenergie (Q) für Versetzungsbewegungen stark an, es kommt nur zu geringen Versetzungsbewegungen. Die Versetzungsgeschwindigkeit wächst mit der Scherspannung, wobei

$$v \sim (\tau/\tau_0)^m \quad (6.2)$$

mit $1 \leq m \leq 2$ gilt [yon87]. Aus (6.1) und (6.2) folgt:

$$v = v_0 (\tau/\tau_0)^m \exp(-Q/kT) . \quad (6.3)$$

Hier ist v_0 eine Materialkonstante, τ_0 stellt eine dimensionserhaltende Größe dar (die hier zitierten Autoren wählten $\tau_0 = 1 \text{ MPa}$.), und Q ist für entsprechend große Scherspannungen ebenfalls als konstant anzunehmen.

Der Exponent m zeigt eine leichte Temperaturabhängigkeit. Dabei setzt sich m aus zwei Komponenten zusammen, der erste Anteil hängt dabei vom Typ der Versetzung und von der Temperatur ab, der zweite beinhaltet die kristallografischen Verhältnisse:

$$m = E_i/kT + m_0 . \quad (6.4)$$

E_i unterscheidet sich für 60° - bzw. Schraubenversetzungen, m_0 ist meist kleiner als Null.

Aus den Gleichungen (6.3) und (6.4) ergibt sich für die Aktivierungsenergie:

$$Q = Q_0 - E_i \ln(\tau/\tau_0) . \quad (6.5)$$

Die Versetzungsgeschwindigkeit hängt somit von der Temperatur, der im Gleitsystem wirkenden Schubspannung τ und über die Parameter E_i und Q_0 vom Versetzungstyp ab.

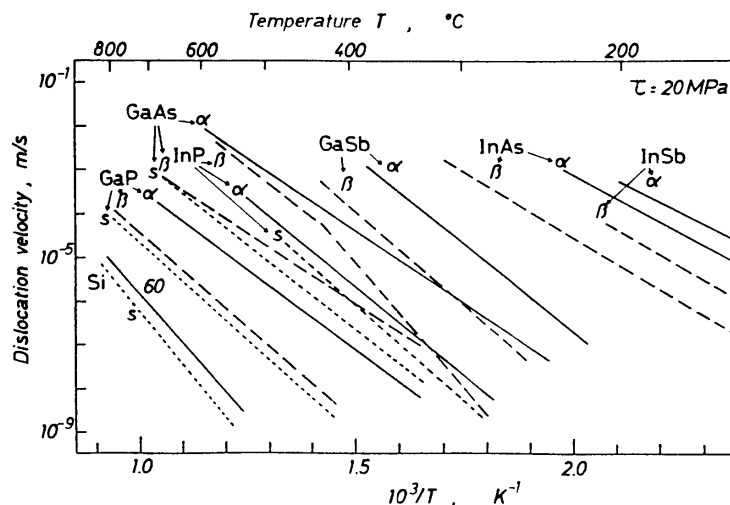


Abb. 6.1 Geschwindigkeiten verschiedener Versetzungstypen in Silizium und verschiedenen III/V-Verbindungen bei einer Schubspannung $\tau=20\text{MPa}$ als Funktion der reziproken Temperatur (aus [sum93]).

Aus der Literatur sind TEM-Untersuchungen zur Abhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit entsprechend Gleichung (6.3) bekannt (\rightarrow [kue86, yon87, yon91, sum92, wer94, wer95]), siehe Abb. 6.1).

Tab. 6.1 Literaturwerte für v_0 , m und Q für verschiedene Gleitversetzungstypen in verschiedenen, undotierten Halbleitermaterialien. (*) Siliziumdotiertes GaAs ($n\sim 4\times 10^{18}\text{cm}^{-3}$) wurde in folgenden Untersuchungen als Modellmaterial verwendet und ist deshalb hier mit aufgeführt.

Material	Versetzungstyp	v_0 [m/s]	m	Q [eV]	Referenz
Si	60°	$1,0\times 10^4$	1,0	2,20	[sum92]
	Schraube	$3,5\times 10^4$	1,0	2,35	
$\text{Si}_{0,9}\text{Ge}_{0,1}$	60°	$1,4\times 10^4$	1,0	2,40	[yon99]
Ge	60°	$2,9\times 10^2$	1,7	1,62	[yon99]
GaAs	α	$1,9\times 10^3$	1,7	1,30	[sum92]
	β	$5,9\times 10^1$	1,6	1,30	
	Schraube	$1,2\times 10^2$	1,8	1,40	
GaAs:Si* $n:4\times 10^{18}\text{cm}^{-3}$	α	8,0	1,4	1,10	[yon87]
	β	$1,8\times 10^2$	1,2	1,60	[yon87]
	Schraube		1,9	1,7	[sum89]
InP	α	4×10^4	1,4	1,6	[sum92]
	β	5×10^5	1,8	1,7	
	Schraube	4×10^4	1,7	1,7	

Typische Werte für v_0 , m und Q für undotierte Materialien sind in Tab. 6.1 zusammengestellt. Die thermisch aktivierte Versetzungsbewegung erweist sich als sehr stark dotierungsabhängig [sum89, sum92, yon88]. In Abb. 6.2 sind beispielgebend die dotierungsabhängigen Aktivierungsenergien und Versetzungsgeschwindigkeiten für GaAs zusammengestellt (aus [ale89]).

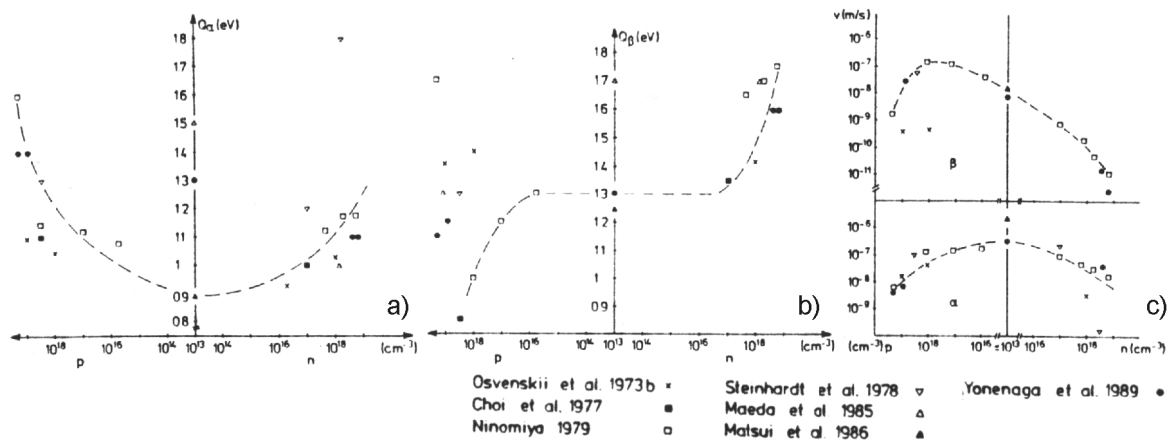


Abb. 6.2 Aktivierungsenergien Q für α - und β -Versetzungsbewegung (a,b), sowie gemessene Versetzungsgeschwindigkeiten ($T=300^\circ\text{C}$, $\tau=10\text{MPa}$) in (c). Einige Daten wurden durch Extrapolation ermittelt (aus [ale89]).

Zur phänomenologischen Beschreibung der Versetzungsbewegung erweist sich Gleichung (6.3) als ausreichend.

6.1.2 Mikroskopische Versetzungsdynamik und Peierls-Mechanismus

Elektronenmikroskopische Bilder zeigen Versetzungssegmente als gerade Linien, die in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen des Kristallgitters verlaufen. Die kristallografisch determinierte Lage der Defektlinien weist auf den Peierls-Mechanismus [pei40] hin, welcher die Lage der Liniensegmente durch die Potentialtäler im Abstand von $h = (\sqrt{3}/2) \cdot b$ und der Tiefe P (\rightarrow Peierlspotential 1. Ordnung) parallel zu den $\langle 110 \rangle$ -Richtungen vorgibt (Abb. 6.3.a).

Das Gleiten einer geraden Versetzungslinie entspricht dem Herausheben der Versetzung aus einem Potentialtal über den Potentialwall in das nächste Tal. Der Potentialwall ist am niedrigsten für die dichtgepacktesten Ebenen in den dichtgepacktesten Richtungen. Eine Bewegung der gesamten Versetzungslinie erweist sich jedoch als energetisch ungünstig. Statt dessen erfolgt die Bewegung unter Zuhilfenahme der sog. „Kinken“ (Abb. 6.3.a) [kol96, joo97, spe97, iun99]. Die Versetzung erreicht auf diese Weise segmentweise das nächste Tal. Die Kinken haben bei ihrer Bewegung entlang der Versetzung ebenfalls ein Potentialrelief (\rightarrow Peierlspotential 2. Ordnung) zu überwinden. Zur Bewegung einer geradlinigen Versetzung müssen zuerst Kinken bzw. Kinkenpaare generiert werden. Letzteres geschieht durch Bildung von „Doppelkinken“ (DK), die die Bewegung der Versetzung in das nächste Tal einleiten. Der elementare Prozess des Peierls-Mechanismus besteht somit aus der Generation ①, der Migration ② der Einzelkinken (Kinkdiffusion) und der Vernichtung ③ von Kinkpaaren. Die entstehenden Einzelkinken müssen zunächst einen kritischen Abstand X^* erreichen, um ein Kollabieren der Doppelkinke zu vermeiden (Abb. 6.3.b).

Die Bildungsenergie der DK zeigt eine Spannungsabhängigkeit und beträgt:

$$E_{\text{DK}}^*(\tau) = E_{0\text{DK}} - a' \tau^{1/2}. \tag{6.6}$$

$E_{0\text{DK}}$ ist die Selbstenergie der DK, a' ist ein Proportionalitätsfaktor.

Die Versetzungsgeschwindigkeit ergibt sich aus dem Produkt der Liniendichte λ [m^{-1}], der Geschwindigkeit v_k der DK und dem Abstand h der Potentialtäler:

$$v = \lambda h v_k. \tag{6.7}$$

Die Liniendichte berechnet sich aus der Nukleationsrate pro Einheitslänge J [1/ms]

$$J = J_0 \exp(-E_{DK}^* / kT) \quad (6.8)$$

und der Lebensdauer X/v_k : $\lambda = JX / v_k$. X sei die mittlere freie Weglänge. Es folgt für v :

$$v = JXh \quad (6.9)$$

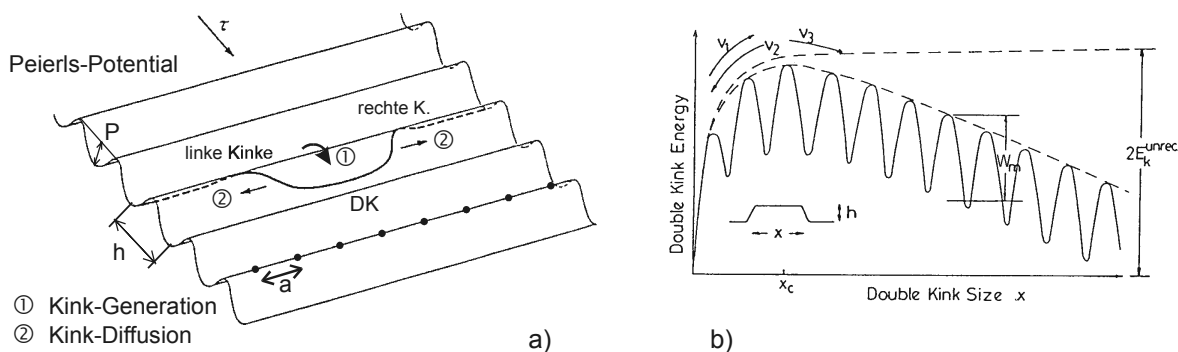


Abb. 6.3 (a) Modell des Peierls-Mechanismus. Eine Versetzung hat in geradliniger Orientierung ein Minimum an Energie (Peierls-Tal). Für eine Bewegung muss die Peierls-Barriere (P) durch Bildung einer Doppelkinke überwunden werden. Nachfolgend entfernen sich die Einzelkinken voneinander, die Versetzung ist um einen Schritt h verschoben worden. (b) Doppelkinkenenergie E als Funktion des Abstandes beider Einzelkinken x .

Es gibt zwei Prozesse, die zur Vernichtung einer Kinke führen können [lou88]:

1. Die Kinke erreicht ein Hindernis auf der Versetzungslinie bzw. das Ende des Versetzungssegmentes.
2. Die Kinke annihiliert mit einer Kinke entgegengesetzten Vorzeichens. Der mittlere Abstand zweier Hindernisse sei L . Dann gilt:

$$1/X = 1/L + \lambda/2 \quad (6.10)$$

Damit folgen als mögliche Grenzfälle:

1. Niedrige Kinkdichte ($\lambda \ll 1/L$), fast alle Kinken erreichen das Ende des Versetzungssegmentes ($X \gg L$):

$$\text{Fall 1: } X = L \quad \text{und} \quad v = JLh \quad (6.11a)$$

2. Annihilation von Kinken ($X \rightarrow 2/\lambda$), hier ist die Bildungsrate J gleich der Kollisionsrate $v_k \lambda^2$, woraus resultiert ($X \ll L$):

$$\text{Fall 2: } X = 2\sqrt{v_k/J} \quad \text{und} \quad v = 2h\sqrt{Jv_k} \quad (6.11b)$$

Es ergibt sich für die Versetzungsgeschwindigkeit:

$$\text{Fall 1: } v = LhJ_0 \exp(-E_{DK}^* / kT) \quad (6.12a)$$

bzw.

$$\text{Fall 2: } v = 2h\sqrt{v_k J} = 2h\sqrt{v_k J_0} \exp(-E_{DK}^* / 2kT) \quad (6.12b)$$

Die Kinken müssen bei ihrer Bewegung eine Energiebarriere W_m überwinden. Diese ist für gegebene Bedingungen sehr viel größer als kT . Deshalb folgt die Temperaturabhängigkeit von v_k einer Boltzmann-Verteilung:

$$v_k = \frac{\tau b h}{kT} a^2 v_D \exp\left(-\frac{W_m}{kT}\right) \quad (6.13)$$

mit v_D als Debye-Frequenz und der Strecke a zwischen zwei Peierls-Tälern 2. Ordnung. In [hir82] wird für die Nukleationsrate J folgender Ausdruck angegeben:

$$J = \frac{v_k}{b^2} \exp\left(-\frac{E_{DK}^*}{kT}\right) \quad (6.14)$$

Damit folgt:

$$\text{Fall 1:} \quad v = LXh = \frac{\tau b h^2}{kT} \left(\frac{a}{b}\right)^2 L v_D \exp\left(-\frac{E_{DK}^* + W_m}{kT}\right) \quad (6.15a)$$

bzw.

$$\text{Fall 2:} \quad v = 2h\sqrt{v_k J} = 2 \frac{\tau b h^2}{kT} \frac{a^2}{b} v_D \exp\left(-\frac{E_{DK}^* / 2 + W_m}{kT}\right) \quad (6.15b)$$

Betrachtet man das Ergebnis für Fall 1, so ist die Versetzungsgeschwindigkeit proportional der Versetzungslänge. Dies konnte für Versetzungssegmentlängen bis 200nm aus Messungen am Silizium bestätigt werden [lou81]. Fall 2 tritt i.a. für größere Versetzungssegmentlängen ein.

Aus Formel (6.15b) kann die in Gleichung (6.3) angegebene Aktivierungsenergie Q abgeleitet werden:

$$Q = E_{DK}^* / 2 + W_m . \quad (6.16)$$

Nun kann aus Formel (6.11b) und (6.14) eine Abschätzung der Bildungsenergie von Doppelkinken getroffen werden:

$$X = 2b \exp(E_{DK}^* / 2kT) \quad (6.17)$$

Die Migrationsenergie der Kinken W_m wird in [geo87] wie folgt abgeschätzt:

$$W_m = kT \cdot \ln\left(n_0 \frac{2hba^2}{kT}\right) / v_k \quad (6.18)$$

n_0 ist die Sprungfrequenz einer Kinke.

In diesem Abschnitt angestellte theoretische Überlegungen gelten für Kristalle mit ausreichend hohen Peierls-Potentialen. Geht man in der Überlegung zu Verbindungshalbleitern mit Zinkblendestruktur über, so ist der polare Charakter der Versetzungskerne in die Überlegungen einzubeziehen. Dies führt zu einer Verkomplizierung des Formalismus. Für die hier untersuchten Materialien, vor allem GaAs und CdTe, ist die Bindungsenergie der AB-Atome wesentlich kleiner. Das führt zu einer Reduktion der Bildungsenergie von Doppelkinken E_{DK}^* als auch der Migrationsenergien der Einzelkinken W_m . Im CdTe ist die Selbstenergie E_{ODK} einer Doppelkinke so gering, dass bei Raumtemperatur selbst bei geringen Verspannungen eine Bewegung der Versetzungen möglich ist. Es kommt zum „Schwingen“ der Versetzung um ihre Ruhelage. Das macht eine in-situ Beobachtung von Versetzungsbewegungen bei Raumtemperatur bzw. tiefen Temperaturen möglich. In verspanntem GaAs wird eine ausgedehnte, thermisch angeregte Versetzungsbewegung oberhalb von etwa 350°C beobachtet [hoe84]. In eigenen experimentellen Untersuchungen konnte jedoch auch bereits

bei Raumtemperatur eine ausgedehnte Versetzungsbewegung stimuliert und beobachtet werden. Dies wurde mit Hilfe zusätzlichen Energieeintrages aufgrund der Elektronenbestrahlung erreicht. Dieser Effekt kann als rekombinationsgestützter Peierls-Mechanismus betrachtet werden und soll im folgenden vorgestellt und näher beschrieben werden.

6.1.3 Grundlagen des REDG-Effektes

Die rekombinationsinduzierte Versetzungsbewegungen (REDG, radiation enhanced dislocation glide bzw. REDM -motion) konnte in der Literatur bereits an einer Reihe von unterschiedlichen Halbleitermaterialien beobachtet werden. Basis des Effektes ist der Transfer der bei der strahlungslosen e-h-Rekombination an den Versetzungen in Form von Phononen frei werdenden Energie ΔE in die Aktivierung der Versetzungsbewegung. Für den REDG-Effekt gilt nach [mae83a, lev94] folgendes:

- (i) Die stimulierte Versetzungsgeschwindigkeit setzt sich aus einem Term für thermische Gleitung (v_d) und einem zusätzlichen REDG-Term (v_i) zusammen:

$$v = v_d + v_i \tag{6.19}$$

Beide Geschwindigkeitsanteile folgen einem Arrhenius-Gesetz:

$$v_d = v_{0d} \exp(-E_d / kT) \quad v_i = v_{0i} \exp(-E_i / kT) \tag{6.20}$$

E_d und E_i sind die entsprechenden Aktivierungsenergien im Dunkeln bzw. unter Anregung. Weiterhin ist $E_i = E_d - \Delta E$.

- (ii) Rekombinationskinetisches Gleiten von Versetzungen tritt typischerweise bei Temperaturen auf, bei denen eine thermisch aktivierte Bewegung nicht festzustellen ist, so dass gilt $v_i \gg v_d$. In Gleichung (6.20) ist der Vorfaktor v_{0i} um mehrere Größenordnungen kleiner als v_{0d} , und er ist proportional zur Anregungsdichte. E_i ist unabhängig von der Anregung und kleiner als E_d .

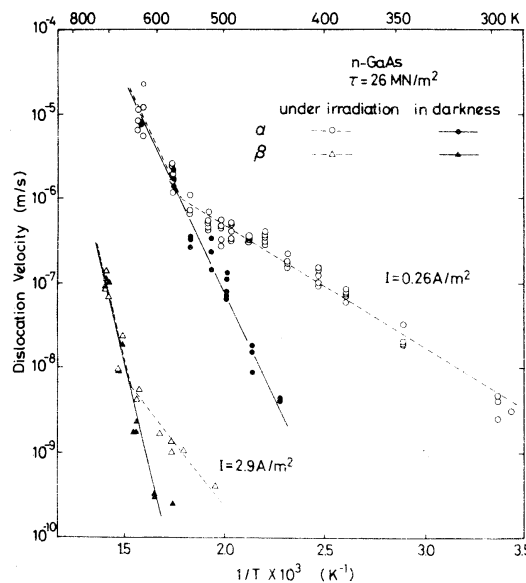


Abb. 6.4 Temperaturabhängige Versetzungsgeschwindigkeit von α - und β -Versetzung in n-dotiertem GaAs:Si ($n=1,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$) [mae83b].

In Tab. 6.2 sind die Parameter der Gleichung (6.20) für verschiedene GaAs-Materialien gegenübergestellt. Sie sind stark vom Versetzungstyp abhängig.

Tab. 6.2 REDG-Parameter für n-GaAs:Si, $n=1,4 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$; i-GaAs:Cr, $\rho=2,5 \times 10^8 \Omega \text{ cm}$; p-GaAs:Cr, $p=1,2 \times 10^{19} \text{ cm}^{-3}$. *) Anregungen wie in Abb. 6.4 [mae83b].

		v_{0d} [m/s]	v_{0i}^* [m/s]	E_d [eV]	E_i [eV]	ΔE [eV]
α	n	9×10^2	4×10^{-4}	1,00	0,29	0,71
	i	2×10^6	7×10^{-11}	1,5	0,0	1,5
β	n	8×10^4	3×10^{-4}	1,7	0,6	1,1
	i	3×10^8	1×10^{-5}	1,7	0,4	1,3
	p	2×10^6	7	1,3	0,7	0,6
s	n	9×10^5	3×10^{-2}	1,7	0,6	1,1

Im Modell des REDG-Effektes nach [lev94] werden die Versetzungen als tiefe Störstellen angesehen. Generierte Ladungsträgerpaare werden demzufolge in die Störterme eingefangen und rekombinieren nichtstrahlend. Die dabei emittierten Phononen können den Prozess der Versetzungsbewegung unterstützen, indem die notwendige Doppelkinkenbildungsenergie durch Phononenabsorption aufgebracht wird.

Die Korrelation des REDG-Effektes mit dem Kinken-Modell führt zu folgenden Hypothesen:

- (i) Die elektronische Struktur von geraden Versetzungssegmenten ist verschieden von jener an Kinken. Demzufolge ist der Energiegewinn (ΔE_s - gerade Versetzungssegmente, ΔE_k - Kinken) bei strahlungsloser Rekombination ebenfalls verschieden.
- (ii) Die Kinksprungfrequenzen n_0 für den Prozess unter Anregung und im Dunkeln ebenso für gerade und gekrümmte Versetzungssegmente mit Kinken unterscheiden sich.

Tab. 6.3 Intensitätsabhängigkeit der Geschwindigkeit der Versetzungsbewegung und die Reduzierung der Aktivierungsenergie (GV – gerade Versetzungen; K – Kinken).

Kinkdichte	Ort der Anregung	Intensitätsabhängigkeit	Verminderung der Aktivierungsenergie
$X \ll L$ Kinkannihilation	GV + K	$\sim I$	$\frac{1}{2}(\Delta E_s + \Delta E_k)$
	GV	$\sim I^{1/2}$	$\frac{1}{2}\Delta E_s$
	K	$\sim I^{1/2}$	$\frac{1}{2}\Delta E_k$
$X \gg L$ geringe Kinkdichte	GV + K	$\sim I$	ΔE_s
	GV	$\sim I$	ΔE_k
	K	keine	keine

Es können drei Fälle betrachtet werden:

- (1) Erhöhte Rekombination findet sowohl an kinkenfreien als auch an kinkenenthaltenden Versetzungssegmenten statt, d.h. Doppelkinkengeneration sowie Kinkbewegung wird unterstützt.

- (2) Ein Einfluss besteht nur an geraden Versetzungssegmenten, es wird nur die Doppelkinkgeneration stimuliert.
- (3) Erhöhte Rekombination findet nur an Kinken statt, ausschließlich deren Bewegung wird angeregt.

Die Schlussfolgerungen derartiger Betrachtungen hinsichtlich zu erwarteter Abhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeiten von der Anregungsintensität und der Änderung der Aktivierungsenergie sind in Tab. 6.3 zusammengestellt. Die einfache Proportionalität zur Intensität der Anregung gilt nur bei geringer Anregung.

Im Vorgriff auf die experimentellen Ergebnisse zum REDG-Effekt ist anzumerken, dass Hinweise für die Rekombinationswirksamkeit von Kinken nicht erbracht werden können, so dass ihr Anteil am rekombinationsinduzierten Peierls-Mechanismus nicht weiter betrachtet wird. Das REDG-Verhalten der Gleitversetzungen wird dementsprechend phänomenologisch als intrinsische elektronische Defekteigenschaft behandelt. Aus Tab. 6.2 geht hervor, dass die ermittelten Werte der Verminderung der Aktivierungsenergie der Versetzungsbewegung ΔE nicht in direkter Korrelation zum Wert des Energiegaps E_g stehen. Der bei der nichtstrahlenden Rekombination an einer Versetzung vom Gitter absorbierte Energiebetrag wird in unterschiedlichem Maße zur Aktivierung der Versetzungsbewegung genutzt. Eine starke Abhängigkeit von der Dotierung ist festzustellen. Eine mikroskopische Beschreibung des REDG-Prozesses ist in Literaturarbeiten nicht zu finden.

6.2 Experimentelle Ergebnisse zum REDG-Effekt an GaAs

Zur systematischen Untersuchung des REDG-Effektes an GaAs wurden die niedrigindizierten $\{111\}$ - und $\{001\}$ -Probenoberflächen mit definierten Lasten bei Raumtemperatur indentiert und kristallografisch orientiert gekratzt. Bei Raumtemperatur existieren nach der Mikrodeformation ausreichend Versetzungsquellen und lokale Verspannungen, die zur Untersuchung der rekombinationsinduzierten Versetzungsbewegung in der dynamischen REM-KL Mode ausgenutzt werden konnten. Aus der Literatur ist bekannt, dass zur thermischen Aktivierung ausgedehnter Versetzungsbewegungen im Spannungsfeld von Mikrohärtedrücker und Kratzern eine Temperung der GaAs-Proben bei 350°C notwendig ist [hoe84]. Der Energieeintrag durch nichtstrahlende Ladungsträgerrekombination an den Versetzungen bzw. den entsprechenden Nukleationszentren ermöglicht Versetzungsbewegungen bei Raumtemperatur und sogar bis in den Bereich von 80K.

Untersuchungen zum REDG-Effekt im REM sind bisher vorrangig zur Beobachtung und Vermessung der Defektbewegung durchgeführt worden. In [mae81] werden Untersuchungen an GaAs:Si-Probenmaterial ($n=1,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$) ausführlicher beschrieben. Das dort untersuchte Material ist vergleichbar mit den im Rahmen dieser Arbeit benutzten GaAs-Proben. Maeda et al. verwendeten für die REDG-Aktivierung eine Elektronenstrahlanregung von $U_b=30\text{kV}$ und $I_b=92\text{nA}$, dies ist eine relativ hohe Anregungsdichte für die Rasterelektronenmikroskopie. Die Proben wurden vor der Messung lokal deformiert (Diamantindenter) und danach in einen 4-Punkt Deformationstisch eingespannt. Die Versetzungsbewegungen wurden durch Verspannung der Probe und gleichzeitigem Beschuss mit einem defokussierten Elektronenstrahl ausgelöst (Elektronenfluss $0,39\text{A/m}^2$); KL-Bilder konnten im quasistationären Zustand aufgenommen werden, indem die Scherspannung von $\tau=40\text{MN/m}^2$ auf $\tau=9\text{MN/m}^2$ reduziert

sowie die Elektronenstrahlleistung heruntergefahren wurde. Die Restverspannung verhinderte ein Zurücklaufen der Versetzungen.

In dieser Arbeit werden Untersuchungen vorgestellt, die auf einer modifizierten Vorgehensweise beruhen. Die Proben werden wahlweise ex-situ indentiert oder orientiert geritzt. Eine weitere Verspannung während der Messung erfolgt nicht. Die Restverspannungen an den Indentereindrücken und Kratzern genügen zur Beobachtung ausgedehnter Versetzungsbewegungen. Die Versetzungen gleiten demzufolge in lokalen Spannungsgradienten. Die hier benutzte Elektronenstrahlanregungsdichte ist deutlich kleiner. Bei einer Elektronenstrahlleistung von etwa $1\mu\text{W}$ (10kV ; $0,1\text{nA}$) kann i.a. noch keine Versetzungsbewegung festgestellt werden. Bei einem Strahlstrom von etwa 1nA ist eine erste Versetzungsbewegung an den Kratzerrändern registrierbar. Bei weiterer Erhöhung des Stromes findet eine ausgedehnte Versetzungsausbreitung von den Deformationszentren weg gerichtet statt. Die REM-KL Untersuchung erfolgt durch eine kontinuierliche Bildaufnahme mit fokussiertem Elektronenstrahl. Dieser dient folglich gleichzeitig zur Anregung und als Sonde für das lokale KL-Signal.

Zu beachten ist, dass im Gegensatz zu den Ergebnissen in [mae81] und zu in-situ TEM-Untersuchungen (z.B. [lev94, lev99a]) in der hier eingesetzten DynCL-Mode eine lokale Anregung unter der speziellen Bedingung des Scanregimes erfolgt. Die eingebrachte Energiedichte ist bestimmt durch die Größe des e-h-Paar Generationsgebietes. Dieses nimmt bei sinkender Beschleunigungsspannung ab. Jedoch wird die Fokussierung bei steigendem Strahlstrom und sinkender Spannung schwieriger. Im defokussierten Anregungsmodus wie in [mae81] konnten für die entsprechend geringen Anregungsdichten keine Versetzungsbewegungen registriert werden. Die Anregung bei 10kV und $\geq 2\text{nA}$ wurde als optimale Bedingung für eine rekombinationsinduzierte Versetzungsbewegung in den untersuchten GaAs-Proben bei Raumtemperatur bestimmt.

Die Rasterung des Elektronenstrahls führt zu einer Einschränkung in den Möglichkeiten der Bestimmung der Versetzungsgeschwindigkeit. Die Informationen, die aus den Sequenzen der KL-Bilder erhalten werden, müssen hinsichtlich des Scanregimes eingehender analysiert werden. So erfolgt die Anregung im Bereich des lokal fokussierten Elektronenstrahls. Nur hier ist eine Versetzungsbewegung möglich. Während der Anregung wird die Versetzung ihren Ort wechseln und somit u.U. das Anregungsgebiet verlassen. Eine weitere Bewegung ist nur dann möglich, wenn der Elektronenstrahl den neuen Versetzungsort während seiner Scanbewegung wieder überstreicht. Die Konsequenz dieser Tatsache ist, dass für die vorliegende anregungsabhängige Versetzungsgeschwindigkeit immer nur ein Minimalwert abgeschätzt werden kann. Dieser ist gegeben durch die Geschwindigkeit des Elektronenstrahls beim Scan einer Bildzeile. Die Ausbreitungsrichtung der Versetzung muss in diesem Fall mit der Scanrichtung übereinstimmen, und die Versetzung sollte sich eine gewisse Distanz mit dem Strahl mitbewegen. Im KL-Bild ist eine solche Bewegung als ein 1-Pixel-breiter Versetzungskontrast zu erkennen, da die Versetzung nur während eines Zeilendurchlaufs auf ihrem Weg wirksam ist. Eine genauere Beschreibung dieser Form des dynamischen Defektkontrastes erfolgt in Kapitel 6.2.5.

6.2.1 Überblick über die experimentellen Beobachtungen

Ein typisches Beispiel für die Beobachtung einer elektronenstrahlinduzierten Versetzungsdynamik zeigt die Abb. 6.5. Es ist ein Teilergebnis einer systematischen Untersuchung. Auf

einer GaAs-Probe mit $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberflächenorientierung wurde ein kristallografisch orientierter Kratzerstern aufgebracht (vgl. Abb. 6.16). Dabei wurden von einem gesetzten Zentrum ausgehend 12 Kratzer in die $\langle 110 \rangle$ - bzw. $\langle 1\bar{1}2 \rangle$ -Richtungen gezogen. Zu erwarten sind richtungsabhängige Defektkonfigurationen, die deutliche Unterschiede bezüglich der aktivierten Gleitsysteme ausweisen sollten. Die $\{111\}$ -Oberflächen eignen sich dafür sehr gut, weil in ihnen insbesondere auch oberflächenparallele Gleitebenen involviert sind. Damit ist die Ausbildung von ausgedehnteren oberflächenparallelen Versetzungsschleifen zu erwarten, in denen gleichzeitig verschiedene Versetzungssegmente, d.h. die polaren 60° - sowie Schraubenversetzungssegmente nebeneinander identifiziert werden können.

Der Ablauf der Versetzungsausbreitung ist anhand der beiden Bilder in Abb. 6.5 sehr anschaulich nachzuvollziehen. Das linke Bild zeigt den ersten Bilddurchlauf aus einer dynamischen Messung. Hier erkennt man aus den teilweise asymmetrischen Kontrasten, besonders rechts des Kratzers, eine während des Bilddurchlaufs stattfindende schnelle Versetzungsausbreitung („high-speed“ Versetzungen, siehe Kapitel 6.2.5), die an das Scanregime gekoppelt ist. Die Versetzungen werden vom Elektronenstrahl „vorangetrieben“. Somit ist schon nach dem ersten Bildeinzug eine hohe Anzahl bewegter Versetzungen zu finden. Im rechten Bild ist eine sich später einstellende Anordnung von Versetzungskontrasten zu sehen. Man kann zwischen tetraedrischen Versetzungsschleifen (vorrangig rechts/unterhalb des Kratzers) und oberflächenparallelen Halbschleifen (links/oberhalb vom Kratzer) klar unterscheiden. Rechts sind vielfach Punktkontraste zu sehen, die Durchstoßversetzungen zuzuordnen sind. Hier hat sich der zugehörige Schraubenanteil der Versetzungsschleife im Deformationsfeld des Kratzers in die Tiefe der Probe ausgebreitet und ist für die Messung nicht mehr zugänglich.

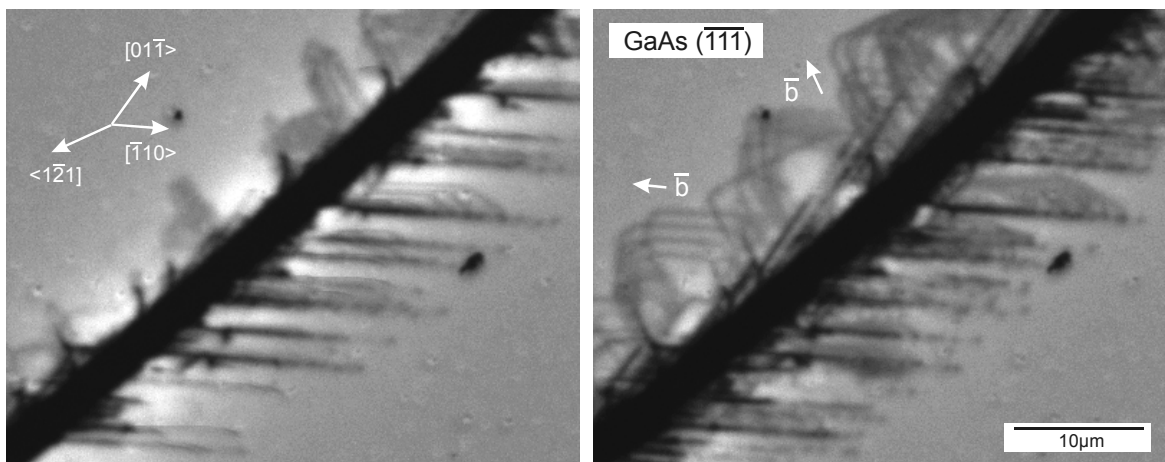


Abb. 6.5 Elektronenstrahlinduzierte Versetzungsausbreitung an einem Kratzer, eingebracht auf eine $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ GaAs-Oberfläche bei Raumtemperatur. Linkes Bild: Erster Bildeinzug (16s/Bild). Rechtes Bild: 42. Bildeinzug (nach 10min 56s Messzeit).

Der Kontrastwert an den oberflächenparallelen Versetzungsschleifen links ändert sich im Verlauf der Messung nicht, das bedeutet, die Tiefenlage dieser Versetzungssegmente bleibt entsprechend der oberflächenparallelen Gleitebene erhalten. Würde dies nicht der Fall sein, so müsste Klettern oder Quergleiten der Versetzungen in Betracht gezogen werden. Letzteres konnte in den dynamischen Messungen an einzelnen Versetzungsschleifen nachgewiesen werden (Kapitel 6.2.6). In den oberflächenparallelen Versetzungsschleifen sind neben 60° - und Schraubenversetzungssegmenten auch solche mit 90° - und 30° -Charakter zu beobachten.

Sie treten in den Messungen regelmäßig in Erscheinung. In Kapitel 6.2.6 wird darauf ebenfalls näher eingegangen.

6.2.2 Zuordnung lokaler Gleitsysteme

Mit Hilfe des REDG-Effektes wird hauptsächlich der Bereich der Tangentialgleitung bei lokaler Mikrodeformation erfasst. In Abb. 6.6 ist ein überzeugendes Beispiel unterschiedlicher lokaler Tangentialgleitprozesse im Spannungsfeld eines Oberflächenkratzers wiedergegeben. Als ausgezeichnete Gleitgeometrien sind die Systeme $(1\bar{1}\bar{1})[01\bar{1}]$, $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[0\bar{0}11]$ und $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})[\bar{1}01]$ zu finden. Die dynamische Messung in Abb. 6.6.a) zeigt die Versetzungsausbreitung oberhalb des Kratzers. Es sind vorwiegend Durchstoßversetzungs-kontraste zu beobachten, die auf die Ausbildung von Versetzungsviertelschleifen auf geneigt zur Oberfläche liegenden Gleitebenen schließen lassen. Die kontinuierliche Aktivität einzelner Versetzungsquellen und die damit verbundene Ausbreitung mehrerer Viertelschleifen auf ein und derselben Gleitebene führt zu einer Aneinanderreihung von Punktkontrasten zu einer Kontrastlinie. Im linken KL-Bild ist der erste Bildeinzug der dynamischen Messung zu sehen, im rechten Bild ist eine deutlich ausgeprägtere Defektkonfiguration erkennbar. Das rechts abgebildete Schema veranschaulicht die Lage der Versetzungsviertelschleifen auf den geneigt zur Oberfläche liegenden Gleitebenen.

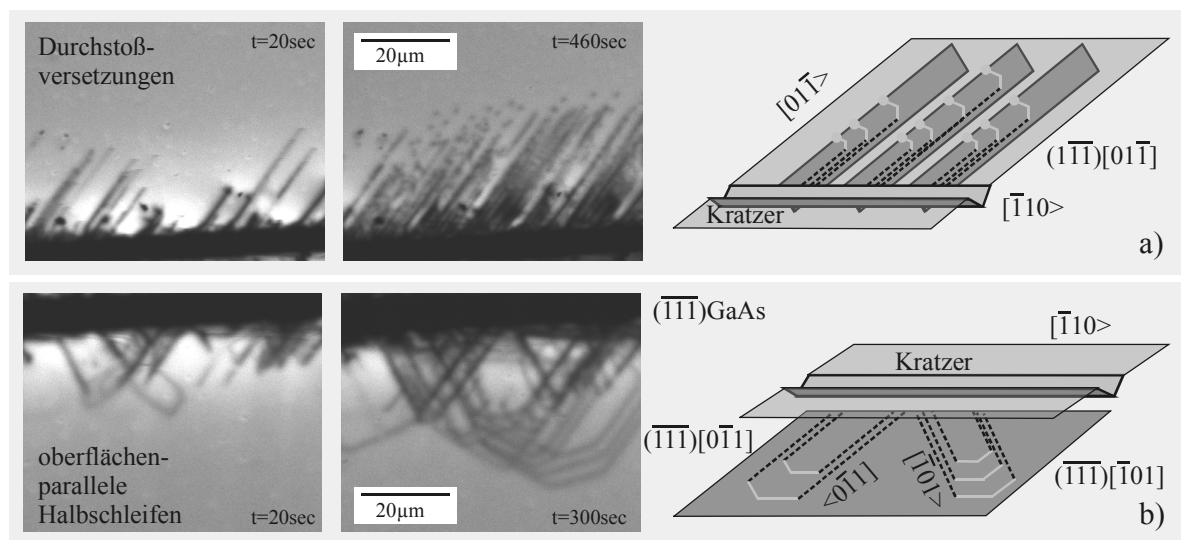


Abb. 6.6 Beispiel für eine eindeutig asymmetrische Versetzungsausbreitung an einem Kratzer in $[110]$ -Richtung. Oberhalb des Kratzers (a) ist ein Tangentialgleitsystem mit geneigt zur Oberfläche liegenden Gleitebenen aktiviert, während unterhalb (b) vorrangig in den oberflächenparallelen Gleitebenen positionierte Versetzungsschleifen zu beobachten sind. Dargestellt sind jeweils zwei Einzelbilder, die den ersten Bildeinzug bzw. ein fortgeschrittenes Stadium der dynamischen Messung repräsentieren. Rechts ist die jeweilige Lage der Versetzungen schematisch veranschaulicht. Schraubenversetzungssegmente sind gestrichelt gezeichnet, 60° -Segmente sind hellgrau dargestellt [hoe01].

Unterhalb des selben Kratzers wurde eine dynamische Messung unter identischen Bedingungen durchgeführt (Abb. 6.6.b). Hier ist vorrangig die Ausbreitung oberflächenparalleler Versetzungshalbschleifen zu beobachten. Im linken KL-Bild (erster Einzug) ist die schnelle Ausbreitung einzelner Schleifen zu sehen. Im rechten KL-Bild sind mehrere einzelne, weit ausgelaufene Versetzungsschleifen zu erkennen. Eine einfache Versetzungsschleife besteht aus führenden polaren 60° - sowie Schraubenversetzungssegmenten (Abb. 2.3). Das

Schema im rechten Bildteil stellt die Lage der oberflächenparallelen Versetzungshalbschleifen in der Gleitebene dar.

Abb. 6.7 ist ein weiteres Beispiel einer unterschiedlichen Tangentialgleitung im Spannungsfeld eines Oberflächenkratzers dargestellt. Die Unterschiede in der Gleitgeometrie ergeben sich hier aus dem Richtungssinn des Ritzens. Beim Ritzen in $[\bar{2}11]$ -Richtung wird eine Verspannung erzeugt, die offenbar die Nukleation oberflächenparalleler Halbschleifen begünstigt. In Abb. 6.7.a) ist der erste Bildeinzug der dynamischen Messung zu sehen. Einzelne Versetzungsschleifen sind bereits vorhanden. Am Ende der dynamischen Messung ist eine hohe Dichte oberflächenparalleler Schleifen zu sehen (Abb. 6.7.a). Wird der Kratzer in die $[2\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung gezogen, so entsteht ein Spannungsfeld, welches die Nukleation von Versetzungsviertelschleifen in geneigt zur Oberfläche liegenden Gleitebenen bevorzugt. Die Versetzungsschleifen besitzen entsprechend der Polarität der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Probenoberfläche führende 60° -Versetzungsegmente mit As-Kernstruktur.

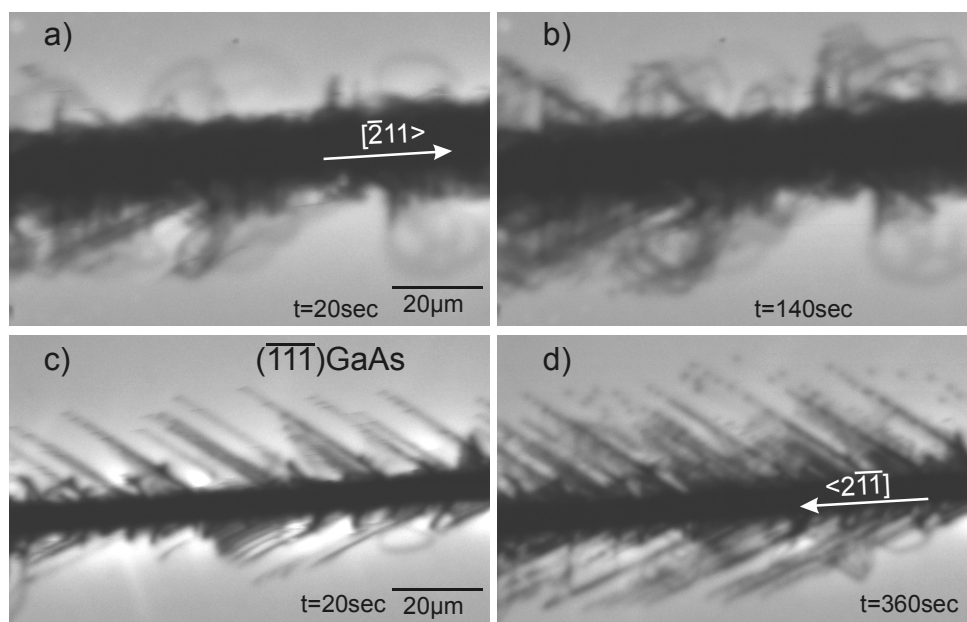


Abb. 6.7 Unterschiedliche Defektanordnungen an zwei Kratzern, die beide in $[\bar{2}11]$ -Richtung orientiert sind, sich jedoch durch den verschiedenen Richtungssinn beim Ritzen der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche unterscheiden.

Da mit der zur Verfügung stehenden Methode der dynamischen REM-KL die Versetzungsbewegungen direkt beobachtet werden können, sind Rückschlüsse auf die Mechanismen der bei der lokalen Deformation entstehenden Defektkonfigurationen möglich. Das in Abb. 6.5 dargestellte Beispiel zeigt, dass sich die in Kapitel 2 entwickelten Modelle zu den mikroskopischen Versetzungsanordnungen auch bei der dynamischen Betrachtung bestätigen.

6.2.3 Versetzungsausbreitung an Mikrohärtceindrücken

Mikroindentierung auf $\{001\}$ - und $\{111\}$ -Probenoberflächen wurde durchgeführt, um die in-situ Ausbildung der im Gleitprismenmodell postulierten Konfigurationen der Versetzungsrosetten zu beobachten. Ausgehend vom Gleitprismenmodell kann auch für den Fall des GaAs eine Unterscheidung der polaren 60° -Versetzunganteile in den Defektverteilungen vorgenommen werden. Von Interesse ist dies aufgrund eines erwarteten Unterschiedes in den Mobilitäten der polaren Versetzungen. Im Gegensatz zu CdTe können im GaAs keine Unterscheidungen anhand der KL-Kontraste vorgenommen werden [schr96]. In der dyna-

mischen REM-KL ist das Verhalten der A(g)- und B(g)-Versetzen in den Rosettenarmen zu erfassen.

6.2.3.1 Versetzungsbewegungen an Mikrohärteeindrücken auf $\pm(111)$ GaAs

Aus Kapitel 5.2.2 ist bekannt, dass die zu erwartenden Defektstrukturen nach Mikroindentierung auch stark von der Indenterlast abhängen. Während die in Abb. 2.12.a) theoretisch vorhergesagte Defektstruktur an der Oberfläche aus Durchstoßversetzungen gebildet wird und die oberflächenparallelen Versetzungsschleifenanteile tief in das Material vorgedrungen und damit aus dem messbaren Oberflächenbereich verschwunden sind, sollten bei der Abbildung der Ausbreitung der Versetzungen mit Hilfe des REDG-Effektes auch oberflächenparallele Versetzungsanteile beobachtbar sein. Ferner müssten vermehrt oberflächenparallele Versetzungsschleifen zu sehen sein, wie sie in Abb. 2.12.b) dargestellt sind.

In den Abb. 6.8 sind drei Bilder einer dynamischen Messung der Versetzungsausbreitung an einem Mikrohärteeindruck geringer Last auf einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ GaAs-Oberfläche dargestellt. Man erkennt bereits im linken Bild (erster Bildeinzug) die ausgebildete Rosettenstruktur. Die Zweige in den Versetzungsrosettenarmen, die wahrscheinlich durch die As(g)-Versetzen gebildet werden, sind bereits bei der Aufnahme des ersten Bildes (links) vorhanden, während die Zweige des Ga(g)-Typs nur ansatzweise zu sehen sind. Im rechten Bild erkennt man, dass in den jeweiligen Rosettenarmen beide Zweige vergleichbare Längen haben. Bei der Ausbreitung des später auftretenden Versetzungstyps bewegen sich die Defektkontraste relativ schnell, was aus dem Vergleich mit dem mittleren Bild hervorgeht. Die Asymmetrie innerhalb der Rosettenarme ist jetzt nicht mehr vorhanden. Nur schwer zu erkennen ist, dass die Rosettenarme durch Aufreihung von Durchstoßversetzungen entstehen. Aufgrund der hohen Versetzungsdichte verschmieren die Einzelkontraste zu dichten Dunkelkontrastbändern in den jeweiligen Versetzungszweigen.

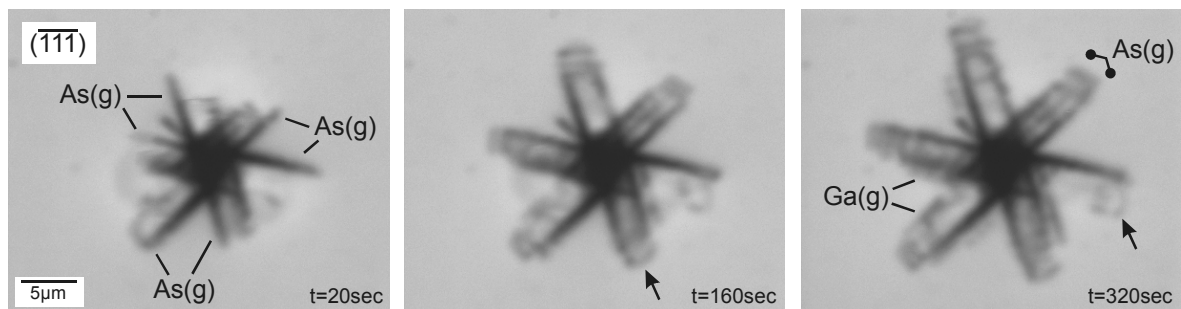


Abb. 6.8 Entwicklung einer Versetzungsrosette durch elektronenstrahlinduzierte Versetzungsbewegung nach Mikroindentierung (0,1N) einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ GaAs-Oberfläche. Man erkennt das Auslaufen von geneigt zur Oberfläche liegenden polaren Versetzungssegmenten sowie die Emission von oberflächenparallelen Versetzungsschleifen zwischen den zwei parallelen, verschiedenartigen Versetzungszweigen der Rosettenarme. Es entsteht eine nahezu vollständige Versetzungsrosette entsprechend der schematischen Defektkonfigurationen in Abb. 2.12.a) und Abb. 2.12.b).

Sehr gut zu erkennen sind oberflächenparallele Halbschleifen, deren führende 60° -Segmente sich zwischen den parallelen Zweigen der Rosettenarme ausbreiten. Bei den 60° -Anteilen dieser Schleifen handelt es sich nach dem Gleitprismenmodell um ein, hinsichtlich seiner polaren Kernstruktur eindeutig determiniertes Versetzungsliniensegment, deren Identifikation aus der A- oder B-Terminierung der polaren $\{111\}$ -Probenoberfläche möglich ist. Im vorliegenden Beispiel der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche liegen As(g)-Typ Schleifen vor, die auch schon

beim ersten Bildeinzug sichtbar sind. Das beobachtete Verhalten der oberflächenparallelen Halbschleifen bestätigt die hohe Mobilität der polaren 60° -Versetzung.

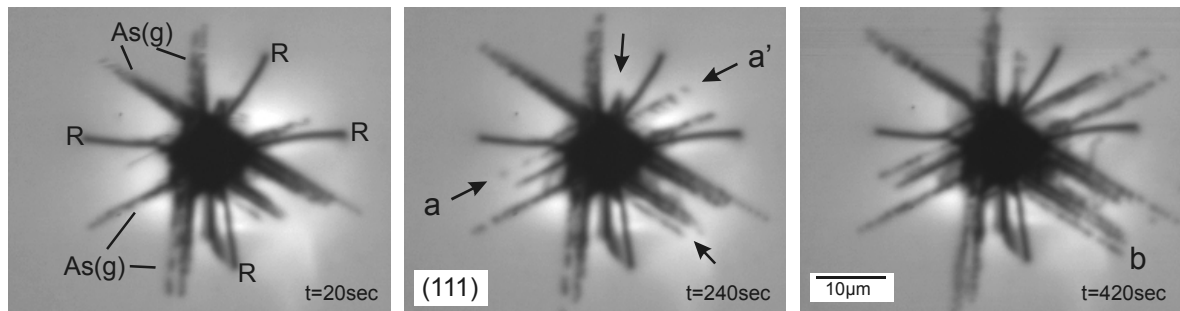


Abb. 6.9 Entwicklung einer ausgedehnten Versetzungsrosette durch elektronenstrahlinduzierte Versetzungsbewegung nach Mikroindentierung ($0,2\text{N}$) einer (111)GaAs-Oberfläche. Im Gegensatz zu Abb. 6.8 sind hier kaum oberflächenparallele Versetzungsschleifen zu finden. (Aufgrund der höheren Indenterlast bildet sich während des Indentierens neben der Rosettenstruktur ein System von Mikrorissen (R).)

Die Versetzungsrosetten für die Indentierung auf einer (111)-Probenoberfläche weisen eine etwas abweichende Defektkonfiguration auf. Hier ist fast keine Bildung von oberflächenparallelen Versetzungsschleifen zu finden. Dargestellt ist in Abb. 6.9 der Ausschnitt aus einer Messserie an einem Mikrohärteeindruck höherer Last. Es bildet sich neben der Rosettenstruktur ein System von Mikrorissen. Diese behindern zum Teil die Ausbreitung der Versetzungen in den einzelnen Zweigen der Rosettenarme. In allen sechs Rosettenarmen ist die bevorzugte Ausbildung jeweils des As(g)-Typ Zweiges festzustellen. Vereinzelt erfolgt nachträglich die Bildung von Ga(g)-Zweigen (a, a', b). Die bereits am Anfang vorhandenen Ga(g)-Zweige erreichen durch REDG gleiche Längen wie die jeweiligen As(g)-Zweige.

6.2.3.2 Versetzungsbewegungen an Mikrohärteeindrücken auf (001)GaAs

Ein Beispiel der Versetzungskonfiguration nach Indentierung auf einer (001)GaAs-Oberfläche ist in Abb. 6.10 dargestellt. Man erkennt die typisch asymmetrische Struktur der 4-armigen Versetzungsrosette. Die Rosettenarme in $[110]$ -Richtung besitzen fast die doppelte Länge der Arme in $[1\bar{1}0]$ -Richtung. Dies stützt die allgemein akzeptierten Annahmen, dass die Mobilität der As(g)-Versetzung deutlich höher als die der Ga(g)-Versetzung ist. Aus dem dichten Kontrast der kürzeren Ga(g)-Arme und der Kontrastverteilung in den A(g)-Armen kann jedoch vermutet werden, dass die Zahl nukleierter Versetzungen in allen Armen ungefähr gleich ist. Folglich muss ein Unterschied in der Migration der verschiedenen polaren Versetzungen angenommen werden.

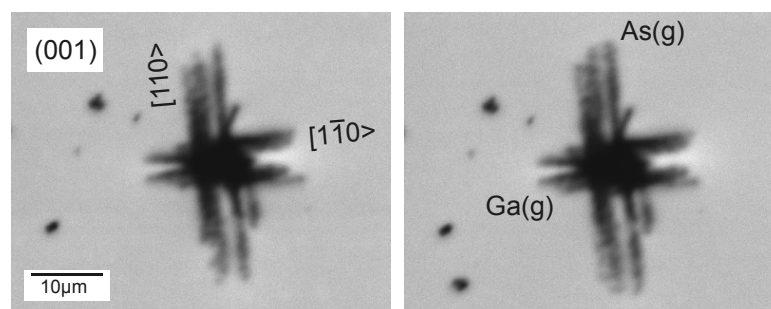


Abb. 6.10 REDG-Experiment an einem Mikrohärteeindruck auf einer (001)GaAs-Oberfläche. Die erwartete Versetzungsverteilung ist bereits beim ersten Bildeinzug (links, $25,7\text{s}$ /Bild) ausgebildet. Im rechten Bild ($33.$ Bildeinzug) erkennt man wenige zusätzliche Versetzungscontraste.

Aufgrund des früheren Auftretens der As(g)-Versetzungszweige scheint die Schwellenenergie für den Start der Versetzungsbewegung der As(g)-Versetzenungen geringer als der der Ga(g)-Versetzenungen. Ein Unterschied in der Versetzungsgeschwindigkeit ist aus den Messungen nicht zu entnehmen.

Bei der dargestellten Messung ist eine ausgedehnte Versetzungsbewegung unter REDG-Bedingungen nicht mehr festzustellen. Die gefundene Versetzungskonfiguration ist bis auf geringe Defektbewegungen bereits am Beginn vorhanden.

Die an den Mikrohärteeindrücken auf den niedrigindizierten Oberflächen beobachteten Versetzungsanordnungen bestätigen die Vorhersagen des Gleitprismenmodells. Es ist jedoch kaum möglich, den Kontrast sich bewegender Einzelversetzungen quantitativ zu verfolgen und auszuwerten. Aufgrund der hohen lokalen Spannungen nach Mikroindentierung setzt eine ausgedehnte Versetzungsausbreitung schon vor den REDG-Experimenten ein. Bei kleinen Indenterlasten und der damit verbundenen Reduzierung des Spannungsfeldes ist die Rosettenstruktur zu klein zur Identifikation von Einzelversetzungen.

6.2.4 Versetzungsausbreitung im Spannungsfeld von Oberflächenkratzern

Im Spannungsfeld von Kratzern, die mit vergleichsweise geringen Lasten von weniger als 0,05N eingebracht werden, ist das dynamische Verhalten von individuellen Versetzungen gut zu beobachten. Durch die geringe Last ist es für die Versetzungen ohne weiteren Energieeintrag offenbar nicht möglich, den Kernbereich des Kratzers zu verlassen. Damit scheinen bessere Bedingungen zur Beobachtung von Einzelversetzungen vorzuliegen.

Betrachtet man Abb. 6.5 im Vergleich zu Abb. 6.8 und Abb. 6.10, so erkennt man den offenkundigen Unterschied der Versetzungsausbreitung am Kratzer und am Mikrohärteeindruck. Am Kratzer bewegen sich bestimmte Versetzungen mit Hilfe der Elektronenstrahlanregung über eine größere Distanz (erster Bildeinzug). Auch bei vorangeschrittener Messzeit sind noch genügend Versetzungsbewegungen festzustellen. Es sind Einzelversetzungen zu erkennen, deren Kontrastverhalten während der Bewegung quantitativ auswertbar ist. Die mehrfache Abfolge von auswandernden Versetzungen in derselben oder in nächst benachbarten Gleitebenen zeigt die Aktivität einzelner Versetzungsquellen an.

6.2.4.1 Beobachtung von Versetzungsquellen

In den folgenden Betrachtungen steht die Wirksamkeit von Versetzungsquellen im Mittelpunkt. Bei Mikroindentierung bzw. beim Kratzen wird neben der Aktivierung vorhandener Versetzungsquellen eine Versetzungsnukleation durch die starke lokale Deformation ausgelöst. Dabei können auch Mikro-/Nanorisse eine Rolle spielen.

Sind bereits Versetzungsquellen im Kristall vorhanden, so besteht die Möglichkeit der Vervielfältigung durch den Frank-Read-Mechanismus. Eine direkte Beobachtung derartiger Phänomene kann sicher nur mit Hilfe der TEM durchgeführt werden (z.B. [das56]). Ein experimenteller Zugang durch die REM-KL Mikroskopie ist nur bedingt möglich. Mit Hilfe der dynamischen REM-KL können jedoch Versetzungsbewegungen aus Quellen heraus über Distanzen von mehreren Mikrometern beobachtet werden. Aus dem Vergleich der jeweiligen Defektkontrastanordnungen kann so leicht auf eine Nukleation mehrerer Versetzungsschleifen aus einer Quelle geschlossen werden.

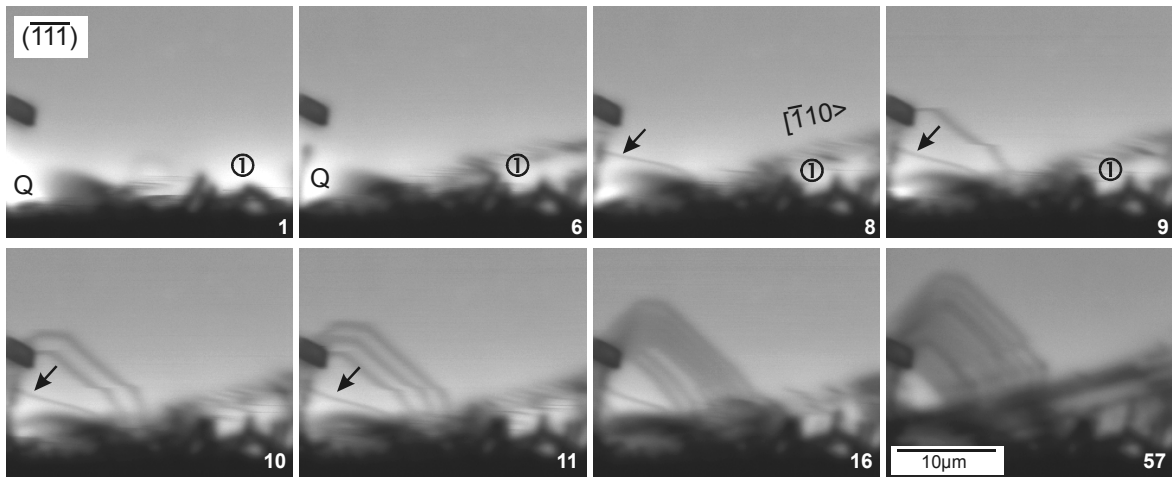


Abb. 6.11 Aktivität von Versetzungsquellen während Elektronenstrahlanregung an einem Kratzer auf $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ GaAs. Es kann klar zwischen der Emission von Versetzungsschleifen in oberflächenparallelen und zur Oberfläche geneigt liegenden Gleitebenen unterschieden werden (25,7sec/Bild).

Ein Beispiel einer aktiven Versetzungsquelle ist in Abb. 6.11 dargestellt. Der erste Bildeinzug zeigt den ungestörten Kristallbereich oberhalb des Kratzers. Direkt am Kratzer ist eine schnelle Ausbreitung von Versetzungen ⊙ zu sehen („high-speed“ Versetzungen, siehe Kapitel 6.2.5). Das sechste Bild zeigt die dichter werdende Verteilung dieser Versetzungen in der rechten Bildhälfte. Dies setzt sich bis zum Ende der Messung kontinuierlich fort.

Links befindet sich ein ausgedehnter Dunkelkontrast einer Oberflächenstörung, in deren Nähe sich eine aktive Versetzungsquelle Q befinden muss. Auf dem achten Bild erscheint an dieser Stelle der Dunkelkontrast einer oberflächenparallelen Versetzungsschleife (⌞). Die Zahl der hier emittierten Versetzungen nimmt pro weiterem Bildeinzug kontinuierlich zu (Bild 9, 10, 11, 16). Die Schleifen werden eindeutig als Einzelobjekte generiert und weisen immer den gleichen Kontrastwert auf. Durch die Vielzahl von Schleifen verschmiert im weiteren Verlauf der Messung der Kontrast zu einer bereichsweise nahezu homogenen Defektkontrastfläche.

Das vorliegende Beispiel demonstriert die rekombinationsinduzierte Aktivität einer Versetzungsquelle in einer oberflächenparallelen Gleitebene im Spannungsfeld des Kratzers.

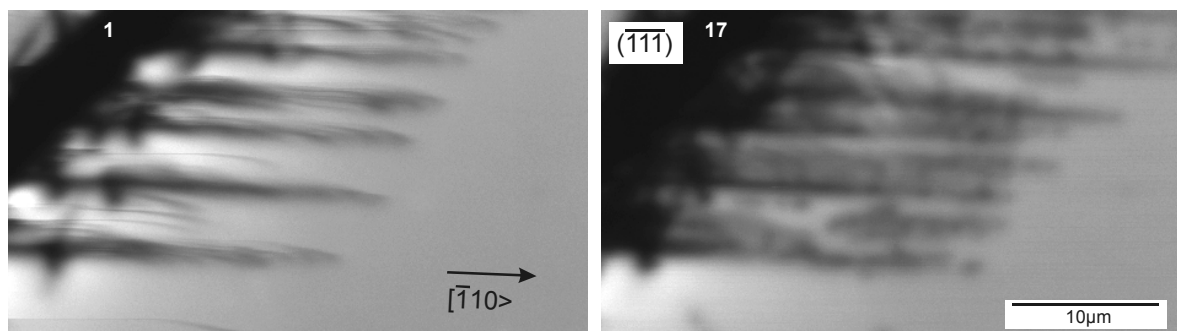


Abb. 6.12 Aktivität von Versetzungsquellen während Elektronenstrahlanregung an einem Kratzer auf $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ GaAs. Vorherrschend ist die Emission geneigt zur Oberfläche liegender Versetzungsschleifen (25,7sec/Bild). Sichtbar sind im ersten Bildeinzug sog. high-speed Versetzungen, die im Beispiel der Versetzung am unteren Bildrand eine Strecke von mehr als $10\mu\text{m}$ zurücklegen können. Nach der Anregung ergeben sich Bänder, die aus Punktkontrasten gebildet werden, welche von Durchstoßversetzungen stammen.

Ein anderes Beispiel aktiver Versetzungsquellen ist in Abb. 6.12 dargestellt. Hier ist die multiple Aktivität von Versetzungsquellen in den zur Oberfläche geneigt liegenden Gleitebenen der Tangentialgleitung dargestellt. Besonders gut ist die schnelle Versetzungsemission

während der ersten Messung zu erkennen. Aufgrund des Scanregimes werden Versetzungen aus dem Kratzerkerngebiet nach rechts getrieben („high-speed“-Versetzungsbewegung, siehe Kapitel 6.2.5). Sie bewegen sich nahezu parallel zum Weg des Elektronenstrahls bis an den Rand des vom Kratzer erzeugten Spannungsfeldes.

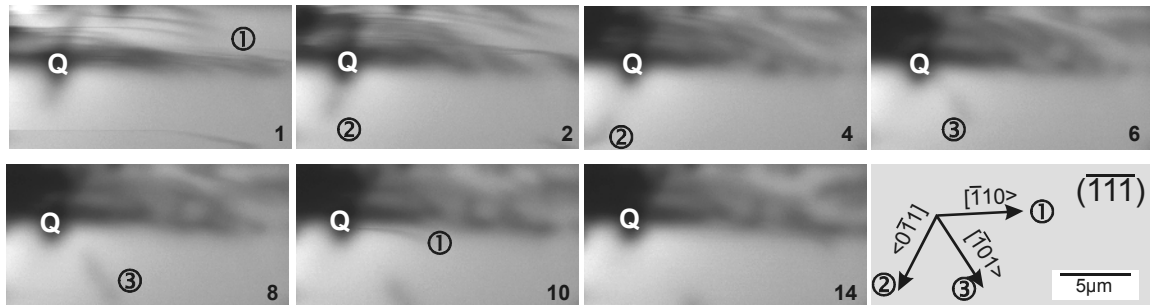


Abb. 6.13 Aktivität eines Versetzungs-generationsbereiches, in dem Versetzungsschleifen in verschiedenen Gleitsystemen generiert werden (Ausschnitt aus Abb. 6.12).

Ein Ausschnitt dieser Messung ist detaillierter in Abb. 6.13 wiedergegeben. Zu erkennen ist hier, dass ein lokal eng begrenztes Quellgebiet Q hier für die Nukleation von Versetzungsschleifen in verschiedenen Gleitsystemen verantwortlich ist. Zunächst erfolgt die schnelle Ausbreitung von Versetzungen in die $[1\bar{1}0]>$ -Richtung ①, entsprechend der Verhältnisse in Abb. 6.12. Zusätzlich erfolgt jedoch auch eine Emission von Versetzungen in die $[0\bar{1}1]>$ - sowie $[\bar{1}01]>$ -Richtung ②, ③.

6.2.4.2 Kratzer auf (001)GaAs

In der (001)-Oberfläche liegen die $\langle 110 \rangle$ -Gleitrichtungen senkrecht zueinander und korrespondieren mit den A(g)- und B(g)-bestimmten Gleitsystemen. Zur Ermittlung der induzierten Defektkonfigurationen wurde ein Kratzerstern auf die (001)-Probenoberfläche aufgebracht. Dabei wurde, ausgehend von einem zentralen Punkt, in jede der $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 100 \rangle$ -Richtungen Kratzer gezogen. An den so eingebrachten Kratzern werden unterschiedliche Versetzungsanordnungen erwartet.

In der Abb. 6.14 sind zwei Beispiele für die dynamische Messung zur Ausbildung der Defektkonfiguration an den unterschiedlich orientierten Oberflächenkratzern dargestellt. In den linken Bildern (Bild (a) - erster Bildeinzug und Bild (b) - 31. Durchlauf, 16,7s/Bild) ist eine Messung an einem Kratzer in $[100]$ -Richtung zu sehen. Man erkennt eine hinsichtlich der Reichweite vergleichbare Emission von Versetzungen in die $[110]>$ - und die $[1\bar{1}0]>$ -Richtung. Defektdichten und die Anordnung der Einzeldefekte unterscheiden sich.

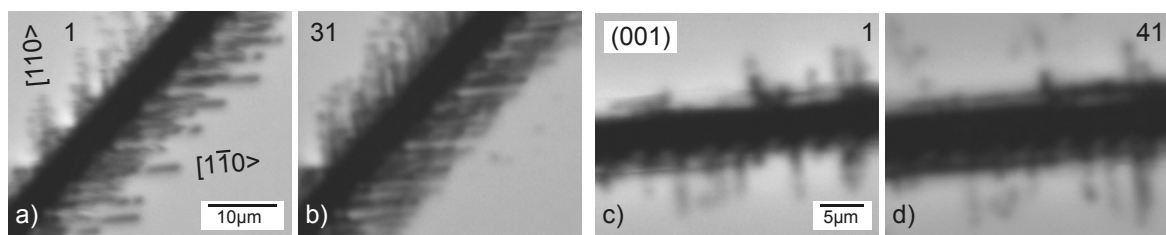


Abb. 6.14 Versetzungsbewegungen an $[100]$ - und $[1\bar{1}0]$ -Kratzern auf (001)GaAs.

Im rechten Beispiel (Bild (c) - erster Bildeinzug, Bild (d) - 41. Durchlauf) wurde der Kratzer in $[1\bar{1}0]>$ - Richtung gezogen. Ein effektiver Abbau der Verspannung scheint bevorzugt

durch den Einbau von kratzerparallelen Versetzungen zu erfolgen. Dementsprechend kann eine ausgeprägte Versetzungsbewegung längs der Kratzerrichtung beobachtet werden. Die defektgebundenen Dunkelkontraste lassen den Kratzer nach Elektronenstrahlexposition deutlich breiter erscheinen. Einzelkontraste sind seltener gut auflösbar. Es gibt zusätzlich wenige Versetzungen senkrecht zum Kratzer, die sich jedoch nur relativ wenig bewegen.

Die (001)-Oberfläche bietet für die Betrachtung der Versetzungsdynamik und die Analyse von Defektkontrasten frisch erzeugter Versetzungen die Möglichkeit des direkten Vergleiches zwischen den polaren A(g)- und B(g)-Versetzungen. Ein etwas überraschendes Ergebnis ist den Befunden am [100]-Kratzer zu entnehmen (Bild a), b)). Danach lassen sich ähnlich wie im Fall der Rosettenstruktur Unterschiede in der Dynamik der Ga(g)- und As(g)-Versetzungen nur bezüglich der Schwellenenergie der Versetzungsbewegung schlussfolgern. Im Gegensatz zu den Beobachtungen aus Abb. 6.10 wird am Anfang der Messung eine deutlichere Ausbildung der Viertelschleifen mit führenden Ga(g)-Versetzungen in $[\bar{1}\bar{1}0]$ -Richtung rechts des Kratzers beobachtet. Im Verlauf der Elektronenstrahlexposition findet eine deutliche Emission der As(g)-Versetzungen in $[110]$ -Richtung statt, die zu einer vergleichbaren Konfiguration zu beiden Seiten des Kratzers hinsichtlich der Länge und Zahl der Versetzungsviertelschleifen führt. Ein höherer Kontrastwert c_0 der Ga(g)-Versetzungen ist festzustellen.

6.2.4.3 Kratzer auf $\{111\}$ GaAs

Es hat sich im Verlauf der experimentellen Untersuchungen gezeigt, dass Messungen an Kratzern auf $\{111\}$ -Oberflächen den größten Informationsgehalt besitzen. Hierbei ist im besonderen das Auftreten der oberflächenparallelen Versetzungsschleifen zu nennen, die dem Modell in Abb. 2.3.a) entsprechen und durch welche alle Arten der Stufen- und Schraubenversetzungssegmente des $\{111\}\langle 1\bar{1}0\rangle$ -Gleitsystems verifiziert werden können. Durch die Beobachtung einer vollständigen, geschlossenen Versetzungsschleife wäre ein direkter Vergleich der Rekombinationswirksamkeit der unterschiedlich polaren 60° - und der Schraubenversetzungsanteile möglich. Anhand des Defektkontrastes könnten unmittelbar bestehende rekombinationskinetische Unterschiede herausgefunden werden. Die dynamische REM-KL bietet hier die Möglichkeit eines direkten Vergleiches der Mobilitäten.

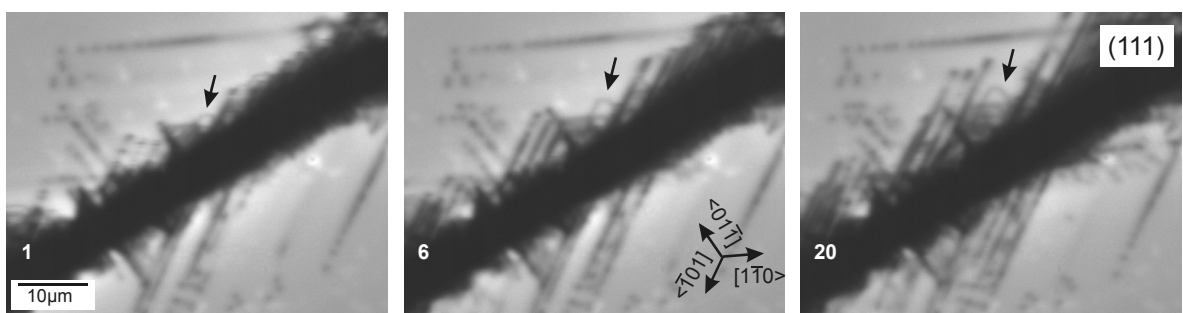


Abb. 6.15 Versetzungsausbreitung an einem $[\bar{2}11]$ -orientierten Kratzer auf (111)GaAs (25,7sec/Bild). Eine nennenswerte Ausbreitung oberflächenparalleler Versetzungsschleifen ist nicht festzustellen, die Ausbildung einer einzelnen Schleife ist durch die Pfeile gekennzeichnet.

Auf den polaren $\{111\}$ -Oberflächen wird für die Emission von oberflächenparallelen Halbschleifen eine Abhängigkeit von der Oberflächenpolarität einerseits als auch von der angewendeten Kratzrichtung andererseits gefunden. Die Geometrie des Tangentialgleitsystems mit oberflächenparallelen Gleitebenen bedingt für den Fall der (111)-Probenoberfläche Halb-

schleifen mit führenden 60° -Versetzungslinien mit $A(g)$ -Kernstruktur, während für den Fall der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche die führenden Versetzungssegmente $B(g)$ -Charakter haben.

Messungen an kristallografisch orientierten Kratzern auf der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche sind bereits in Kapitel 6.2.1 vorgestellt worden. Eine asymmetrische Versetzungskonfiguration in Bezug auf die Orientierung des Kratzers wurde festgestellt. Es hat eine ausgedehnte Bewegung oberflächenparalleler Versetzungsschleifen stattgefunden. Aus Abb. 6.15 ist demgegenüber ersichtlich, dass im Falle der (111) -Oberfläche keine nennenswerte Nukleation oberflächenparalleler Versetzungsschleifen stattfindet. Es treten vielmehr vorwiegend vereinzelte und aufgereichte Punktkontraste auf. Die zu Gleitlinien angeordneten Kontraststrukturen erstrecken sich in die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen der Oberfläche, wie dies für die Geometrie der aktivierten Tangentialgleitsysteme zu erwarten ist.

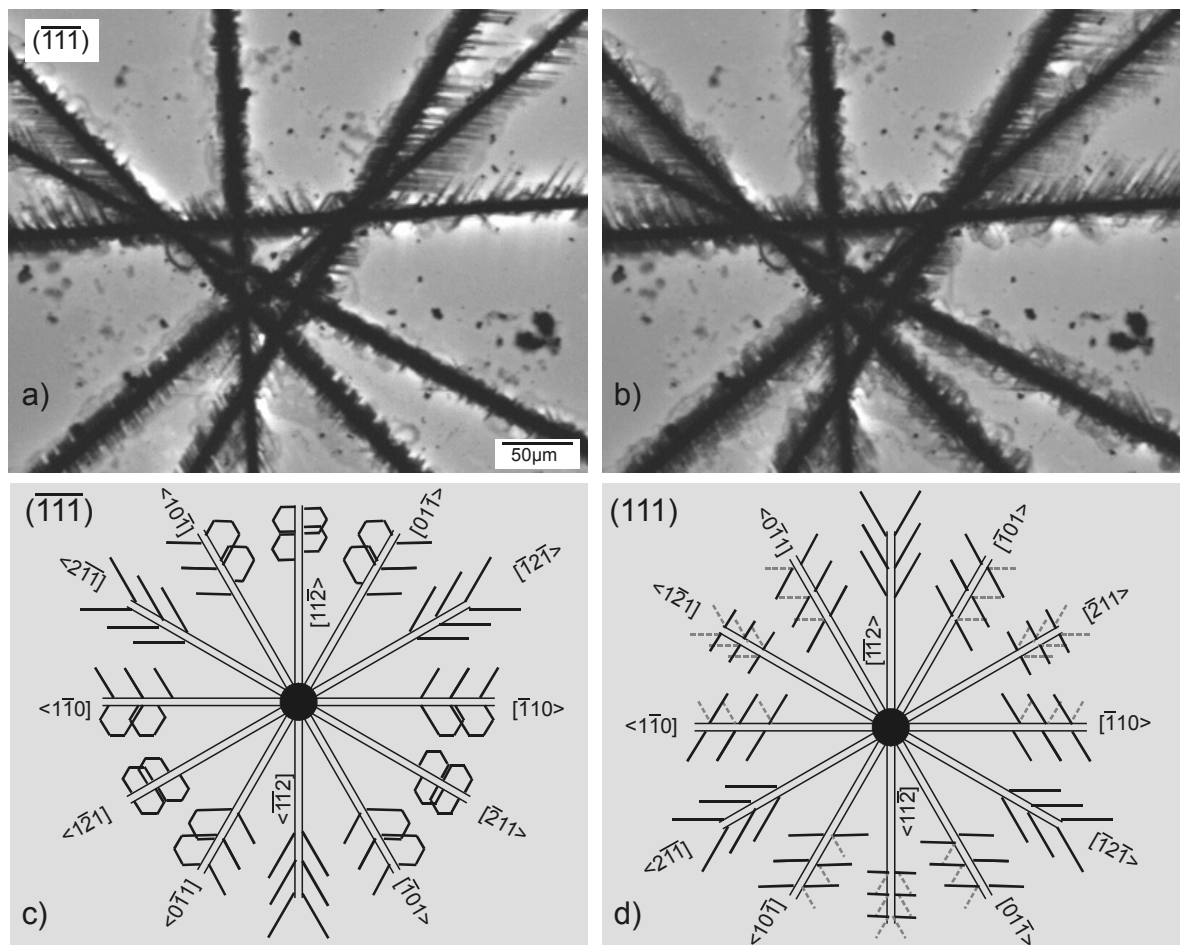


Abb. 6.16 Zentrum eines Kratzersterns auf einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ GaAs-Oberfläche nach kurzer Elektronenstrahleinwirkung (a) und am Ende der dynamischen Messung (b). Schematische Anordnung der Versetzungskonfigurationen an den verschiedenen Kratzern in der kristallografisch orientierten Sterngeometrie (siehe Text) auf den polaren $\{111\}$ -Oberflächen (c, d). Im Falle der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche werden bevorzugt Versetzungsschleifen mit führenden 60° -Versetzungslinien mit $As(g)$ -Kernstruktur generiert (c), je nach Kratzrichtung werden zusätzlich verschiedene Gleitgeometrien aktiviert. Im Falle der (111) -Oberfläche sind kaum oberflächenparallele Schleifen zu finden (d). Die Ausbreitung von Versetzungsquartelschleifen mit führenden 60° -Versetzungslinien mit $As(g)$ -Kernstruktur (schwarz) in den geneigt zur Oberfläche liegenden Gleitebenen dominiert. $Ga(g)$ -Versetzungslinien werden kaum generiert.

In Abb. 6.16.a) und b) ist das Ergebnis einer Übersichtsmessung an einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -orientierten Probe dargestellt. Die Kratzer gehen hier in die $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 211 \rangle$ -Richtungen und bilden einen Kratzerstern [lei89b]. Man kann leicht erkennen, dass es Unterschiede im

Versetzungsverhalten an den verschiedenen orientierten Kratzern gibt. An einigen Seiten der Kratzer dominiert die Ausbreitung oberflächenparalleler Schleifen, an anderer Stelle sind vorrangig Kontraste von Gleitbändern zu finden. Die Asymmetrie der Defektanordnung ist Gegenstand verschiedener Untersuchungen auch anderer Autoren [lei89b, lev99b]. Bei der (111)-Probenorientierung ergeben sich charakteristische Unterschiede in der induzierten Versetzungsanordnung.

In Abb. 6.16.c) und c) sind schematisch die Versetzungsanordnungen im gesamten Kratzerstern dargestellt, wie sie auf den Ga- bzw. As-terminierten, polaren {111}-Oberflächen beobachtet werden. Es ergeben sich durch die Gleitgeometrien bestimmte Defektstrukturen, die von der jeweiligen Kratzrichtung abhängen. Aus der Analyse der Defektanordnungen lässt sich die Reihenfolge in der Ausbreitung ableiten:

Vorrangig werden Versetzungssechseckschleifen mit führenden 60°-Versetzungselementen mit As(g)-Kernstruktur auf geneigt zur Oberfläche liegenden Gleitebenen generiert, wenn diese zum Spannungsabbau beitragen. Ist dies nicht der Fall, generieren für die ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)-Oberflächenorientierung oberflächenparallele Halbschleifen; im Fall der (111)-Oberfläche besteht nur eine geringe Wahrscheinlichkeit, dass Versetzungssechseckschleifen mit führenden 60°-Versetzungselementen mit Ga(g)-Kernstruktur gebildet werden.

Die elektronenstrahlinduzierten Versetzungsanordnungen ähneln weitgehend denen, die sich nach einer Temperung des Probenmaterials bei etwa 350°C einstellen [hoe84].

Die KL-Messungen an den polaren {111}-Oberflächen erlauben einen Vergleich der dynamischen Eigenschaften der Ga(g)- und As(g)-Versetzungen (Tab. 6.4). Es ist ein deutlicher Unterschied festzustellen. Die vereinzelt oberflächenparallelen Halbschleifen, die in der (111)-Oberfläche beobachtet wurden, sind um den Faktor 10 kleiner als die der ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)-Oberfläche. Sie breiten sich wesentlich langsamer aus. Der Ga(g)-Charakter der führenden 60°-Versetzungen ist dafür verantwortlich. Ein ähnliches Verhalten zeigen die auf geneigt zur Oberfläche liegenden Versetzungsbänder, deren führende 60°-Durchstoßversetzungen Ga(g)-Charakter tragen. Hier ist die Geschwindigkeit der As(g)-Versetzungen in der ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)-orientierten Probe um den Faktor 25 größer als die der Ga(g)-Versetzungen in der (111)-orientierten Probe.

Tab. 6.4 Vergleich der maximalen Länge beobachteter oberflächenparalleler und auf geneigten Gleitebenen liegender Versetzungselemente sowie der aus den dynamischen KL-Messungen resultierenden Versetzungsgeschwindigkeiten in den polaren {111}-Oberflächen.

	($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)-Oberfläche	(111)-Oberfläche
Länge der oberflächenparallelen Versetzungen	$\approx 100\mu\text{m}$	$\approx 10\mu\text{m}$
Länge der Versetzungsbänder	$\approx 30\mu\text{m}$	$< 40\mu\text{m}$
Geschwindigkeit der ofpar. Versetzungselemente	$0,5\mu\text{m/s}$	$0,01\mu\text{m/s}$
Geschwindigkeit der Versetzungsbänder	$1\mu\text{m/s}$	$0,04\mu\text{m/s}$
high-speed Versetzungen	$2,2\text{mm/s}$	-

In der ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)-Oberfläche werden high-speed Versetzungen beobachtet (nächstes Kapitel), deren Geschwindigkeit sich aus der des Elektronenstrahls abschätzen lässt. Ein solches Phänomen wurde in (111)-orientierten Proben nicht gefunden.

6.2.5 High-speed Versetzungen und dynamischer Defektkontrast

Die Beobachtung von Versetzungen mit sehr hoher Beweglichkeit ist für GaAs aus TEM-Untersuchungen bekannt [sum87, lev94]. Bei hoher Verspannung ist die Elektronenstrahlanregung in der REM-KL Mode ausreichend, um die Versetzungen unmittelbar mit dem Elektronenstrahl mitzubewegen. Die bei der Messung erhaltene KL-Abbildung zeigt das Phänomen in Form extrem scharfer Linienkontraste, die sich zunächst auf eine einzelne Scanzeile beschränken und am Ende der Defektbewegung zu einem aufgefächerten Kontrast umbilden (Abb. 6.17).

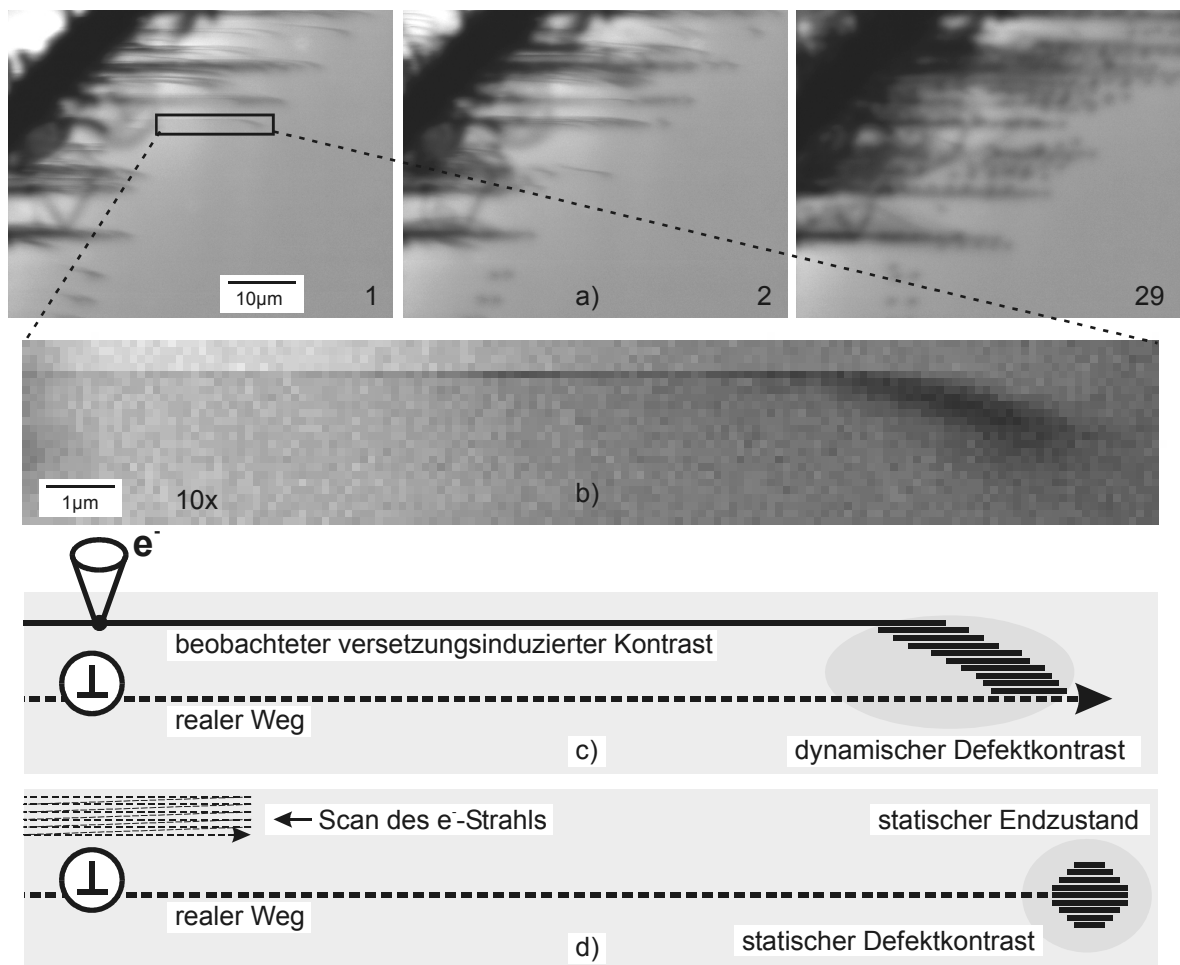


Abb. 6.17 Beobachtung von high-speed Einzelversetzungen. In (a) sind drei Einzelbilder einer dynamischen Messung wiedergegeben. Eine schnelle Ausbreitung von Versetzungen im ersten und zweiten Durchlauf ist zu erkennen. Nach längerer Messung hat sich ein quasistationärer Zustand eingestellt (29. Durchlauf). Ein kleiner Bildausschnitt aus dem ersten Einzug ist in (b) bei 10facher Vergrößerung dargestellt. Die nur 1 Pixel breite Spur deutet direkt auf die schnelle Bewegung einer rekombinationswirksamen Versetzung hin. Aufgrund der Ausbreitung der Versetzung in eine $\langle 110 \rangle$ -Richtung in der Oberfläche kann aus dem quasistationären Zustand am Ende der Messung auf den realen Weg der Versetzung geschlossen werden (c). In (d) ist schematisch der quasistationäre Endzustand dargestellt. Aufgrund der Bildung eines Defektbandes bleibt der Matrixbereich nach dem Versetzungsdurchlauf nicht defektfrei. Der Weg des Elektronenstrahls während der Bildaufnahme ist eingezeichnet (gestrichelte Linie).

Das KL-Signal repräsentiert das rekombinationswirksame Verhalten der Versetzungen. Bereits in der Nähe von Versetzungen ist ein Defektkontrast registrierbar, sobald generierte e-

h-Paare das Versetzungsgebiet erreichen können. Die Ladungsträgerrekombination an der Versetzung führt dort zur Stimulation der Versetzungsbewegung. Die Versetzung wechselt ihren Ort und wird sich in bestimmter Korrelation zum Elektronenstrahl fortbewegen. Möglicherweise befindet sie sich nach der stimulierten Bewegung wieder außerhalb des Generationsgebietes der Ladungsträgerpaare. In der Folge dessen wird wieder das Signal der ungestörten Matrix registriert. Der Elektronenstrahl wird bei der Rasterung der nächsten Bildzeile oder des nachfolgenden Bildes erneut auf die Versetzung treffen und eine weitere Bewegung veranlassen.

Prinzipiell ist eine Defektbewegung in alle Gleitrichtungen der Oberfläche möglich. Die Abb. 6.17 zeigt den speziellen Fall der horizontalen Ausbreitung (von links nach rechts) von Durchstoßversetzungen. Hier gleiten die Versetzungen parallel zum Weg des Elektronenstrahls und werden vorangetrieben bis die Versetzungsgeschwindigkeit aufgrund des abklingenden Spannungsfeldes mit zunehmendem Abstand vom Kratzer geringer als die des Elektronenstrahls ist. Die Detailansicht (Abb. 6.17.b) zeigt, dass sich die Versetzung während des Scans einer Bildzeile um etwa $15\mu\text{m}$ bewegt hat. Auf diesem Weg erreicht die Versetzung mindestens die Geschwindigkeit des Elektronenstrahls. Aus

$$v_v \geq v_{EB} = l_p / t_p \quad (6.21)$$

kann ein Minimalwert der Versetzungsgeschwindigkeit abgeschätzt werden. v_v und v_{EB} sind die Geschwindigkeiten von Versetzung und Elektronenstrahl, l_p ist die reale „Pixelgröße“ und t_p ist die Standzeit des Strahls auf einem Pixel, vorgegeben durch das Bildaufnahmesystem. Für den vorliegenden Fall ergibt sich aus $l_p=0,11\mu\text{m}$ und $t_p=50\mu\text{s}$ eine Geschwindigkeit der Versetzung von mindestens $2,2\text{mm/s}$. Der gegenüber bekannten TEM-Messungen [mae81, mae83, mae85, yon87, sum87, ale89] sehr hohe Wert deutet auf einen hohen lokalen Verspannungszustand und eine hohe Anregungsdichte hin.

Im Verlauf der Bewegung entfernt sich die Versetzung vom Kratzer und die wirksame Scherspannung verringert sich. Die Versetzungsgeschwindigkeit wird deshalb kleiner als die des Elektronenstrahls werden. Der Elektronenstrahl „überholt“ die Versetzung, diese bleibt zurück und stoppt. Beim Scan der nächsten Bildzeile trifft der Strahl erneut die Versetzung und wird eventuell eine weitere Bewegung veranlassen. Ergebnis ist ein „kommaförmiger“ Defektkontrastbereich („dynamischer Defektkontrast“, Abb. 6.17.c). Man erkennt hieran, dass der Weg der Versetzungsbewegung nicht der im KL-Bild beobachteten Kontrastform entspricht. Erst vom stationären Endpunkt des Versetzungskontrastes kann der reale Weg in die $\langle 110 \rangle$ -Richtung zurückverfolgt werden. Die Gleitspur der Versetzung befindet sich im vorliegenden Fall weit unterhalb der horizontalen high-speed Kontrastlinie. Folglich wird die Versetzungsbewegung schon initiiert, wenn der Elektronenstrahl die Versetzungsposition noch gar nicht erreicht hat.

Im nächsten Bildeinzug sind die Versetzungen oft nur noch am Ort des Durchstoßsegmentes zu beobachten. Der linienförmige high-speed Kontrast, der im ersten Bildscan beobachtet wurde, ist verschwunden. Eine Deutung des Liniensegmentes als flach unter der Oberfläche liegende Schraubenanteile oder durch Defektanteile dekorierte Gleitspuren entfällt damit. Die Versetzung zeigt rekombinationswirksames Verhalten, auf ihrem Weg bleiben jedoch keine Defektzustände zurück. Der Schraubenanteil der Versetzungsviertelschleife ist tiefer in den Kristall vorgedrungen.

In Abb. 6.18 ist ein weiteres Beispiel für die Beobachtung schneller Versetzungsbewegungen dargestellt. Die Versetzungen ① bis ③ werden wahrscheinlich von derselben

Quelle emittiert, was letztlich durch die Endposition der Defektkontraste in einer identischen Gleitspur ausgesagt wird. Die erste Versetzung wird zur Bewegung angeregt, wenn sich der Elektronenstrahl noch etwa $1\mu\text{m}$ oberhalb der Versetzungsgleitspur befindet. Dennoch wird durch die Diffusion der Ladungsträger an die Versetzung und die dortige Rekombination eine induzierte Bewegung ausgelöst. Der zurückgelegte Weg der späteren Versetzungen während eines Zeilenscans ist aufgrund der über die Spannungsfelder der Einzeldefekte vermittelten Abstoßung kleiner als bei der ersten Versetzung.

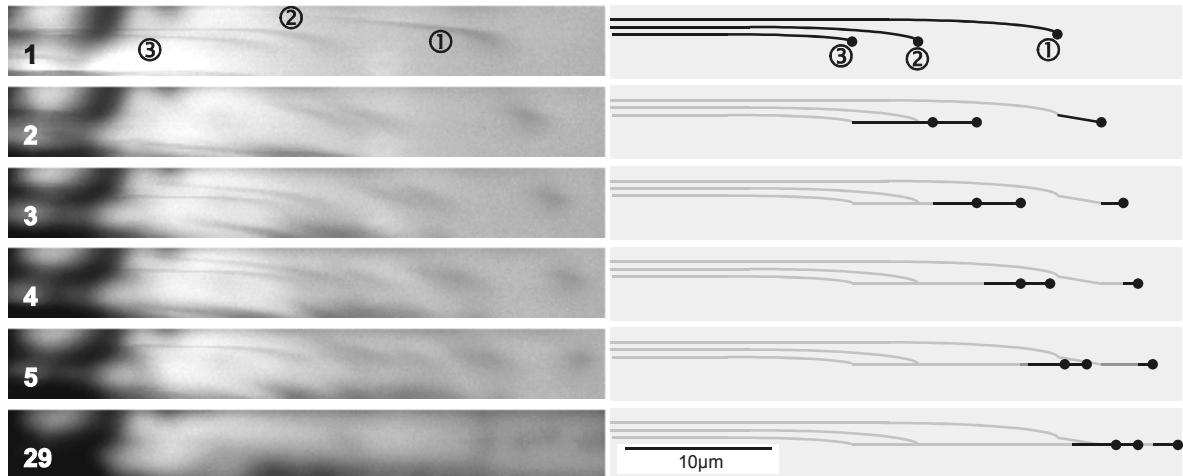


Abb. 6.18 Ausbreitung einzelner high-speed Versetzungen. Links sind die Bildausschnitte einer dynamischen Messung als Bildsequenz untereinander dargestellt. Man erkennt die von schnellen Versetzungen gebildeten schmalen KL-Kontraste. Rechts sind die „beobachteten“ Versetzungswege von drei Versetzungen skizziert. Schwarz dargestellt sind die Veränderung beim aktuellen Bildscan, grau gekennzeichnet sind die zuvor gemessenen Wege. Die Versetzungsschleifen wurden von der gleichen Quelle emittiert und liegen demzufolge in der gleichen Gleitebene. Dies wird durch die Position der Punktkontraste im stationären Zustand am Ende der Messung aufgezeigt, da alle Punkte auf einer Geraden, die einer $\langle 110 \rangle$ -Richtung folgt, liegen.

In der Folge werden zeitlich nacheinander weitere Versetzungen nukleiert. Die ersten Versetzungen laufen weit vom Kratzer weg, ihre Position ist nun anhand eines Punktkontrastes feststellbar. Die Punktkontraste liegen exakt aufgereiht in $\langle 110 \rangle$ -Richtung.

6.2.6 Individuelle oberflächenparallele Versetzungsschleifen

In Kapitel 6.2.4.3 ist die Ausbildung von Versetzungshalbschleifen im Spannungsfeld von Oberflächenkratzern auf $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberflächen bereits eingehend betrachtet worden. Die Experimente zeigen, dass an den $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 211 \rangle$ -orientierten Kratzern eine für die durchzuführende Betrachtung von individuellen Versetzungshalbschleifen zweckmäßige Versetzungskonfiguration erzeugt werden kann.

In der Abb. 6.19 ist ein experimenteller Befund zur Dynamik der oberflächenparallelen Versetzungshalbschleifen dargestellt. In den Bildern (a)-(c), (e) und (f) sind fünf Einzelaufnahmen zu verschiedenen Zeitpunkten zu sehen. In den oberen Bildrändern liegt der total dunkle Bereich der Kante eines Kratzers, der leicht gegen die $[\bar{1}10]$ -Richtung verkippt ist.

Im Bild (a) sind direkt unterhalb dieses Bereiches nur wenige Defektkontraste vorhanden. Man erkennt das Auftreten von high-speed Versetzungen parallel zum Kratzer. Im Bild (b) sieht man dann durch diese Versetzungen gebildete, breitere Kontrastbänder ② in $[\bar{1}10]$ -Richtung. ① weist auf die Nukleation einer Versetzungsschleife hin. In Bild (c) hat diese

Schleife bereits eine Ausdehnung von fast $20\mu\text{m}$ erreicht und eine annähernd hexagonale Form angenommen. Die schematische Darstellung in (d) veranschaulicht die Art der einzelnen Versetzungssegmente, aus denen diese Schleife besteht. In den Bildern (e) und (f) sind mehrere oberflächenparallele Schleifen gleichzeitig zu sehen, es handelt sich dabei um vorangeschrittene Stadien der dynamischen Messung.

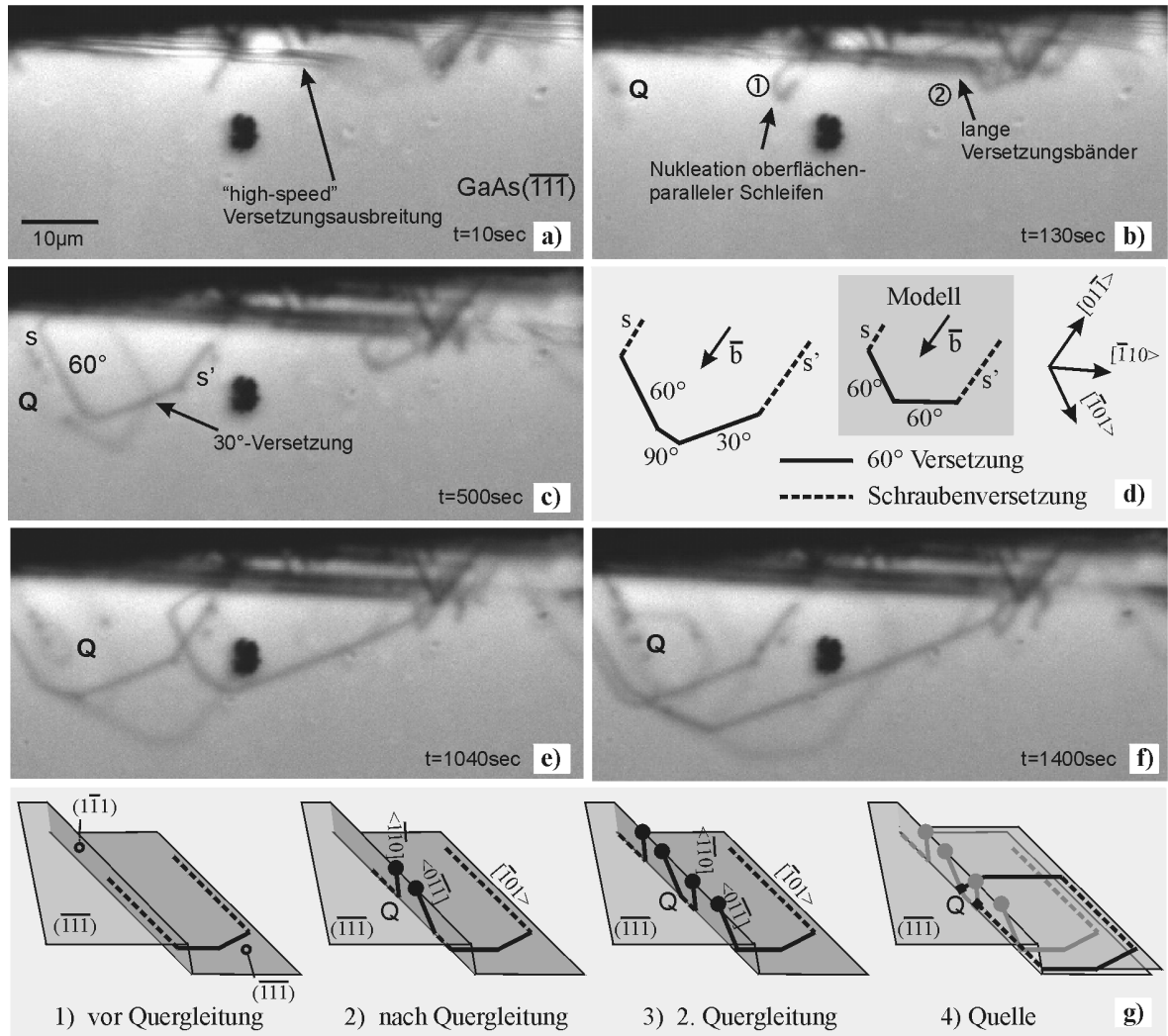


Abb. 6.19 Elektronenstrahlinduzierte Versetzungsgeneration und -ausbreitung im Spannungsfeld eines Kratzers auf der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche von GaAs. Schematische Darstellung der speziellen Geometrien für die ausgebildeten oberflächenparallelen Versetzungshalbschleifen (d) und die beobachtete Quergleitung und Generation weiterer Versetzungsschleifen (g).

Bei genauerer Betrachtung erkennt man links im Bild (e) bei Q eine durch Punktkontraste unterbrochene oberflächenparallele Schleifenstruktur. Hier hat offensichtlich eine Quergleitung eines Schraubenversetzungsanteils stattgefunden. Die schematische Darstellung dieses Prozesses ist in (g) in den beiden linken Schemata (1) und (2) wiedergegeben. Anhand der beobachteten Quergleitung können Schraubenversetzungssegmente identifiziert werden. Der Prozess findet zweimal statt (Schema 3). Aus der Messung ist jedoch insbesondere zu entnehmen, dass Q selbst Nukleationszentrum neuer Versetzungen ist, dessen rekombinationsinduzierte Aktivität hier beobachtet wird. Die resultierenden 60° -Durchstoßversetzungen verschiedener Polarität generieren eine neue oberflächenparallele Versetzungsschleife (Schema 4, vgl. Bild e). Diese Schleife nimmt im Verlauf der Messung eine nahezu ideale hexagonale Form an (Bild f).

Das Schema in (d) veranschaulicht, dass neben den erwarteten 60° - und Schraubenversetzungen auch 30° - und 90° -Segmente gefunden werden. Dies ist an fast allen beobachteten oberflächenparallelen Schleifen der Fall. Die Existenz der 30° - und 90° -Segmente in Gleitversetzungsstrukturen wird in [wag93] ausführlich diskutiert. Die dort durchgeführten TEM-Untersuchungen zeigen 30° - und 90° -Versetzungsssegmente, die in Partialversetzungen mit 60° - bzw. Schraubencharakter aufspalten.

6.2.7 Versetzungsreaktionen

Im Zuge der dynamischen Untersuchungen stehen neben der Defektdynamik Versetzungsreaktionen im Vordergrund des Interesses.

Versetzungsreaktionen können besonders gut in heteroepitaktischen Schichten beobachtet werden. Der Einbau und die Ausbreitung sowie Reaktion von Misfitversetzungen wurden in SiGe/Si-Epitaxieschichten [sta00] mittels in-situ TEM untersucht. Ein ähnlicher Zugang zu Versetzungsreaktionen konnte hier an GaAs-Volumenmaterial in der dynamischen REM-KL Mode erzielt werden.

Abb. 6.20 zeigt Ausschnitte einer dynamischen Messung an einem $\langle 211 \rangle$ -orientierten Kratzer auf $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ GaAs. Man beobachtet die Nukleation von Versetzungsschleifen auf geneigt zur Oberfläche liegenden (1. Bildeinzug) und auf oberflächenparallelen Gleitebenen (2. Bildeinzug) sowie das Wachstum vor allem der oberflächenparallelen Schleifen. Letztere liegen nah unterhalb der Oberfläche. Die Ausbreitung der Schleifenstrukturen führt zu einer Interaktion zwischen den Versetzungen verschiedener Gleitsysteme (9. Bildeinzug). Diese Art der Versetzungsreaktion ist ausführlich in [hul84] beschrieben. Reaktionsprodukte sind strukturelle Änderungen auf den geradlinigen Versetzungssegmenten. Die Kreuzungspunkte der verschiedenen Versetzungen sind anhand der höheren Defektkontrastwerte identifizierbar.

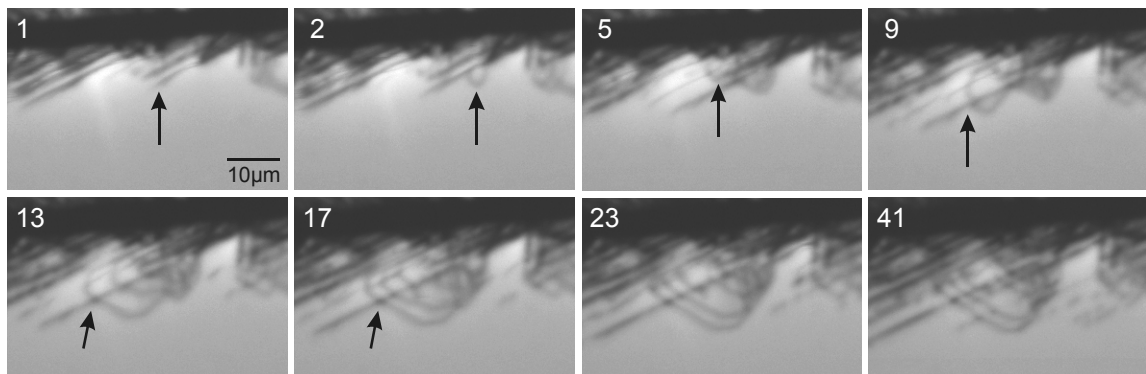


Abb. 6.20 Reaktion von oberflächenparallelen Versetzungsschleifen mit Schleifen auf geneigt zur Oberfläche liegenden Gleitebenen (25,7s/Bild). Durch die Interaktion kommt es zu einer höheren Defektreaktionswirksamkeit und folglich zu einem höheren Kontrastwert am Kreuzungspunkt der Versetzungen (9. Bild). Im Verlauf der dynamischen Messung bilden sich mehrere Kreuzungspunkte.

In Abb. 6.21 sind ausgewählte Einzelbilder einer dynamischen Messung an einem Kratzer auf $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ GaAs wiedergegeben. Sie zeigen die Aktivität verschiedener Versetzungsquellen. Es erfolgt die schnelle Ausbreitung von Versetzungsschleifen in oberflächenparallelen ② und geneigt zur Oberfläche liegenden Gleitebenen ① (1. Bildeinzug). Mehrere Versetzungsquellen emittieren Durchstoßversetzungen, die sich in die $[10\bar{1}]$ -Richtung ausbreiten. Im 5. Bildeinzug ist zwischen solchen Durchstoßversetzungen ein oberflächenparalleles Versetzungssegment zu beobachten (linker Bildteil). Es bildet sich eine prismatische Halbschleife, die im

10. Bild klar anhand des von zwei stärkeren Punktkontrasten eingefassten Linienkontrastes zu erkennen ist. Im weiteren Verlauf der Messung erfolgt eine Kontrastverstärkung durch die Anhäufung weiterer Versetzungen an der prismatischen Schleifenstruktur.

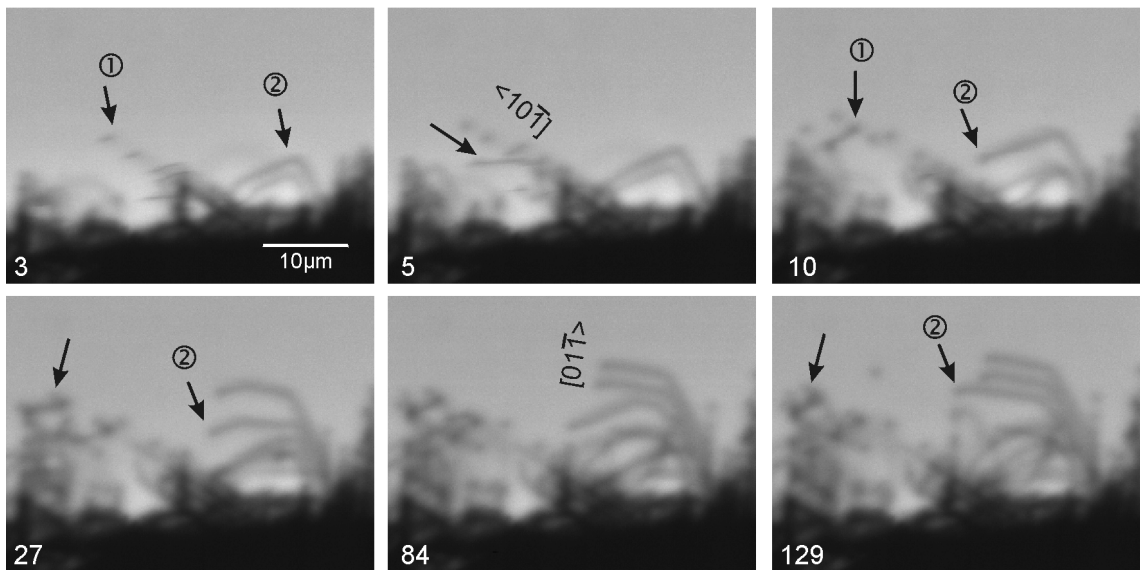


Abb. 6.21 Bildung und Ausbreitung prismatischer Versetzungsschleifen (25,7s/Bild). ① kennzeichnet eine isolierte prismatische Schleife mit zwei Durchstoßversetzungssegmenten. In ② ist die Reaktion oberflächenparalleler Schleifen mit Durchstoßversetzungen zu sehen. Dadurch lösen sich die Schleifen einseitig vom Kratzerkerngebiet.

Verfolgt man im rechten Bildteil die Ausbreitung der oberflächenparallelen Schleifen ②, so zeigt sich, dass hier die Reaktion mit Durchstoßversetzungen zum Lösen der linken Schleifenanteile vom Kratzerrandgebiet führt (27. Bild). Das ist das Ergebnis der Annihilation der zugehörigen Schraubenanteile mit denen von Viertelschleifen, die sich auf einer geneigt liegenden Gleitebene in die $[01\bar{1}]>$ -Richtung ausbreiten. Übrig bleiben prismatische Teilschleifen, deren Durchstoßsegmente sich in die $[01\bar{1}]>$ -Richtung weiterbewegen und die oberflächenparallelen Schleifensegmente mitziehen.

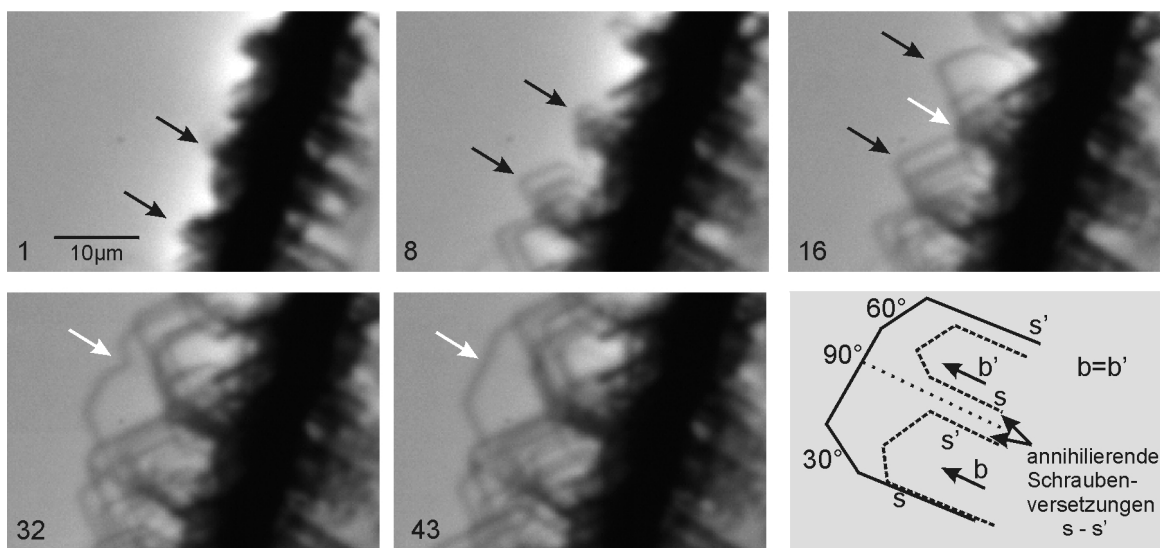


Abb. 6.22 Reaktion oberflächenparalleler Versetzungsschleifen, die in verschiedenen Versetzungsquellen generiert werden und dem gleichen Gleitsystem angehören (25,7s/Bild). Es erfolgt die Annihilation antiparalleler Schraubenversetzungssegmente. Ferner bilden sich Segmente perfekter 90°- und 30°-Versetzungen.

Abb. 6.22 zeigt die Reaktion zweier oberflächenparalleler Halbschleifen. Ihre Nukleationsbereiche sind im ersten Bild gekennzeichnet. Links des Kratzers befindet sich ein nahezu versetzungsfreier Probenbereich. Im Verlauf der Messung ist eine kontinuierliche Ausbreitung oberflächenparalleler Versetzungshalbschleifen in dieses Gebiet hinein zu registrieren. Neben der in Bild 1 markierten sind weitere Versetzungsquellen aktiv (8. Bild). Die emittierten Schleifen haben hexagonale Formen (16. Bild). Im 32. Bild ist ein Zusammenschluss von zwei Schleifen zu beobachten. Die Verknüpfung beider Schleifen hat durch eine Annihilation der in der gemeinsamen Gleitebene aufeinander zugelaufenen antiparallelen Schraubenversetzungssegmente stattgefunden. Die resultierende Schleifenstruktur bewegt sich in der oberflächenparallelen $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Gleitebene weit in den ungestörten Kristallbereich hinein.

Die in diesem Kapitel beschriebenen Experimente zeigen anschaulich, dass mit Hilfe der REM-KL Technik Versetzungsbewegungen beobachtet und charakterisiert werden können. Einzelversetzungscontraste wurden in ihrer Bewegung analysiert. Es konnte kein Einfluss der Bewegung auf das rekombinationskinetische Verhalten der Versetzungen festgestellt werden. Insbesondere ist damit ein rekombinationskinetischer Einfluss der Kinken fraglich, da hier beobachtete Versetzungsschleifen mit „gebogenen“ Segmenten und damit stark unterschiedlicher Kinkdichte keine Unterschiede im Defektcontrast zeigten.

6.2.8 Betrachtungen zur Anregungsdichte

Im folgenden Abschnitt werden Abschätzungen gegeben, die die in Tab. 6.4 ermittelten Werte für die Versetzungsgeschwindigkeiten zur Elektronenstrahlanregungsdichte korrelieren. Maeda und Takeuchi ermittelten in TEM-Messungen für konstante Verspannung und Temperatur (420K) die Abhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit von der Anregungsdichte [mae83b]. Die Messung ist in Abb. 6.25 dargestellt. Es wurde eine lineare Abhängigkeit in logarithmischer Form gefunden:

$$\log(v / v_0) = a \cdot \log(I / I_0) + b \quad (6.22)$$

Wählt man für $v_0 = 1 \mu\text{m/s}$ und $I_0 = 1 \text{A/m}^2$, so ergeben sich $a = 0,81$ und $b = 0,104$. Vernachlässigt man in Gleichung (6.19) die thermisch aktivierte Versetzungsgeschwindigkeit v_d , so folgt:

$$v_i = v_0 \cdot 10^b \cdot (I / I_0)^a \quad (6.23)$$

Durch Extrapolation ist ein Vergleich mit den hier ermittelten Ergebnissen möglich. Die Temperaturabhängigkeit kann mit Hilfe von Gleichung (6.20) in den Parameter b einbezogen werden:

$$b(T) = b(420\text{K}) + \frac{e}{10} \cdot \left(\frac{E_i}{k \cdot 420\text{K}} - \frac{E_i}{kT} \right) \quad (6.24)$$

mit $E_i = 0,29 \text{eV}$ für n-GaAs und As(g)-Versetzungen. Es folgt $b_{300\text{K}} = -0,767$.

Problematisch ist die Abschätzung der Anregungsdichte in KL-Untersuchungen. In TEM-Messungen wird die Anregungsdichte als Quotient von Strahlstrom und durchstrahlter Probenfläche bei defokussiertem Elektronenstrahl berechnet. Dies kann in analoger Weise hier angewendet werden. Bei einem Strahlstrom von 2nA und einer abgerasterten Probenoberfläche von $50 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m}$ ergibt sich eine durchschnittliche Anregungsdichte von 1A/m^2 .

Nach Gleichung (6.23) berechnet man $v_i=0,17\mu\text{m/s}$. Der Wert stimmt in der Größenordnung mit den in Tab. 6.4 angegebenen gemessenen Versetzungsgeschwindigkeiten überein.

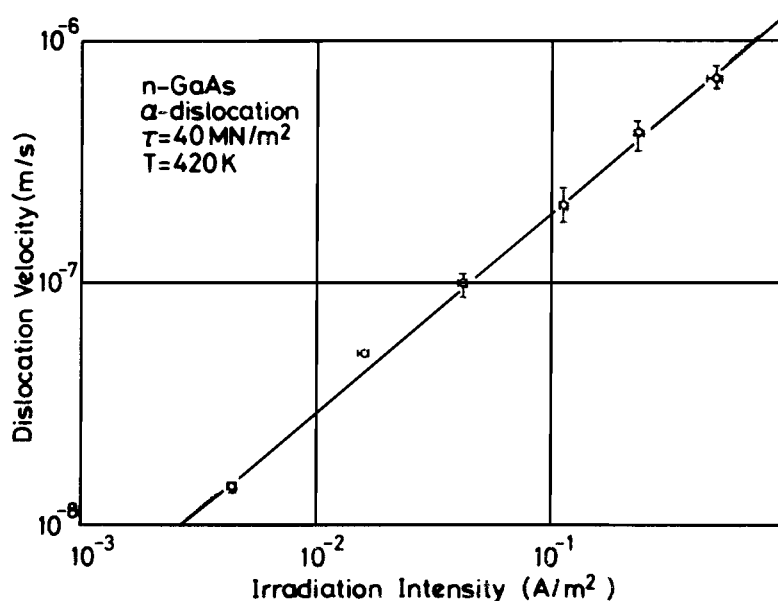


Abb. 6.23 Abhängigkeit der Geschwindigkeit der As(g)-Versetzen in n-GaAs von der Anregungsdichte [mae83b].

Im Fall der high-speed Versetzungen wird aus der gemessenen Versetzungsgeschwindigkeit von $2,2\text{mm/s}$ die Anregungsdichte bei direkter Elektronenstrahl exposition errechnet. Aus

$$I = I_0 \left(\frac{v_i}{v_0} 10^{-b} \right)^{1/a} \quad (6.25)$$

ergibt sich eine Anregungsdichte von 118kA/m^2 . Dies entspricht bei 2nA Strahlstrom einem Anregungsbereich mit einem Durchmesser von $0,15\mu\text{m}$.

Die durchgeführten Berechnungen dienen dem ungefähren Vergleich zu Messungen aus der Literatur. Eine qualitative Übereinstimmung zu den in [mae83b] angegebenen Ergebnissen wird gefunden. Durch die Beobachtung von high-speed Versetzungen ist es möglich, gegenüber TEM-Untersuchungen höhere Versetzungsgeschwindigkeiten zu messen.

Abschließende temperaturabhängige dynamische Untersuchungen wurden an GaAs:Si durchgeführt. Im Bereich oberhalb 200K konnte eine mit der Temperatur wachsende REDG-Aktivität festgestellt werden. Unterhalb 200K sind nur vereinzelte Versetzungsbewegungen zu registrieren. Dies korreliert zur Gleichung (6.20) mit $E_i=0,29\text{eV}$ für As(g)-Versetzen.

6.3 In-situ Deformationsexperimente

In-situ Deformationsexperimente erfolgen zumeist durch Dehnung, Stauchung oder Biegung der Proben während einer Messung (z.B. [mae81]) und sind eine bekannte Technik in TEM-Untersuchungen. Hinweise auf lokal inhomogene in-situ Mikrodeformationsexperimente sind in der Literatur selten zu finden. In [akc92] wird der Aufbau einer Mikrodeformationsanordnung detailliert beschrieben. Die hier zur Versetzungsdynamik durchgeführten in-

situ Untersuchungen basieren auf dem in der Arbeit entwickelten KL-Aufbau mit Indenterhalterung (Kapitel 3.1.2).

6.3.1 In-situ Deformationsexperimente an CdTe-Proben bei 72K

In der Abb. 6.24 ist der Ablauf eines in-situ Deformationsexperimentes an einer CdTe-Probe bei 72K dargestellt. Die Indenterspitze (markiert durch die gestrichelten Linien) befindet sich im linken Bildbereich. Die Probe wird im Verlauf der Messung nach rechts bewegt. In Abhängigkeit von der anliegenden Kraft wird im vorliegenden Fall eine plastische Deformation im Bereich des eingebrachten Kratzers bei Tieftemperatur bewirkt.

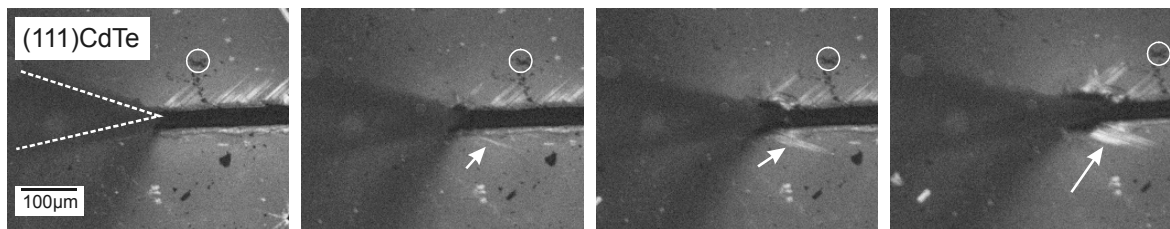


Abb. 6.24 In-situ Deformation an CdTe bei 72K. Während des Kratzens ist anhand der KL-Hellkontraste die Emission von Te(g)-Versetzen zu beobachten. Die Pfeile markieren neu emittierte Versetzungen. Der Kreis kennzeichnet einen Oberflächendefekt, der die Bewegung der Probe während der Messung nach rechts verdeutlicht.

Der Kernbereich des Kratzers erscheint im KL-Bild als Dunkelkontrastband. An seinen Rändern ist das vermehrte Auftreten von hellen Defektkontrasten festzustellen. Hierbei handelt es sich, ausgewiesen durch den Y-Lumineszenzhellkontrast, um Te(g)-Versetzen, die nahe der Oberfläche erzeugt werden und sich vom Rand des Kratzergebietes entlang der zwei relevanten $\langle 110 \rangle$ -Richtungen in die Kristallmatrix hineinbewegen. Das wesentliche Ergebnis dieses in-situ Experimentes besteht darin, dass der Nachweis für eine hohe Duktilität des Materials selbst bei 72K erbracht werden konnte. Diese hohe Duktilität kann, wie die Beobachtungen eindeutig belegen, zu einem entscheidenden Anteil auf die Generation und das Gleiten der polaren Te(g)-Versetzen zurückgeführt werden. Die ausgedehnte Versetzungsbewegung in den lokalen Spannungsfeldern bei Tieftemperaturen konnte bisher nur im CdTe beobachtet werden. Die hohe Tieftemperaturmobilität der Te(g)-Versetzen ist festkörperphysikalisch interessant.

Mit Hilfe dieses Experimentes ist andererseits der intrinsische Charakter der Y-Lumineszenz im CdTe nachgewiesen. Da eine Andiffusion von Punktdefekten an die Versetzungen innerhalb weniger Sekunden bei 72K sehr unwahrscheinlich ist, zumal das Material nur eine geringe Konzentration an Verunreinigungen aufweist, kann von der Emission der Y-Lumineszenz an undekorierten Versetzungen ausgegangen werden.

6.3.2 Die thermische Aktivierung der Versetzungsbewegung im CdTe

Im Gegensatz zu den Verhältnissen im GaAs kann trotz der Existenz ausreichender Restspannungsfelder ein merklicher REDG-Effekt am CdTe unter vergleichbaren experimentellen Bedingungen weder an Mikrohärteneindrücken noch an Kratzern beobachtet werden. Andererseits wird festgestellt, dass das Spannungsfeld einer bei 72K in-situ eingebrachten Indentierung erst durch thermische Aktivierung von Versetzungsgleitprozessen merklich abgebaut wird. Das Ausbleiben des REDG-Effektes ist demzufolge nicht auf ein Fehlen des

Spannungsfeldes zurückzuführen, sondern offensichtlich materialspezifisch und hat seine Ursache in den intrinsischen elektronischen Versetzungseigenschaften.

Durch in-situ Indentierungsexperimente bei 72K wurde versucht, den REDG-Effekt für die polaren Cd(g)- und Te(g)-Versetzungsteile im unrelaxierten Spannungsfeld der Eindrücke und unter erhöhter Anregung nachzuweisen. In Abb. 6.25 ist links das SE-Bild nach der Mikroindentierung bei 72K dargestellt. Man erkennt den Eindruckbereich selbst sowie in $\langle 211 \rangle$ -Richtungen verlaufenden Mikrorisse. Das lässt auf eine bei dieser Temperatur auftretende gewisse Sprödigkeit der Probe schließen. Bei Indentierungen unter Raumtemperatur sind solche Risse nicht zu beobachten. In der Mitte ist das KL-Bild der gleichen Probenstelle dargestellt. Es sind vereinzelt helle Versetzungskontraste von Gleitlinien analog Abb. 6.24 vorhanden, die erwartete Rosettenstruktur gemäß Abb. 2.13 hat sich jedoch nicht ausgebildet, was auf das Fehlen der Tangentialgleitprozesse schließen lässt.

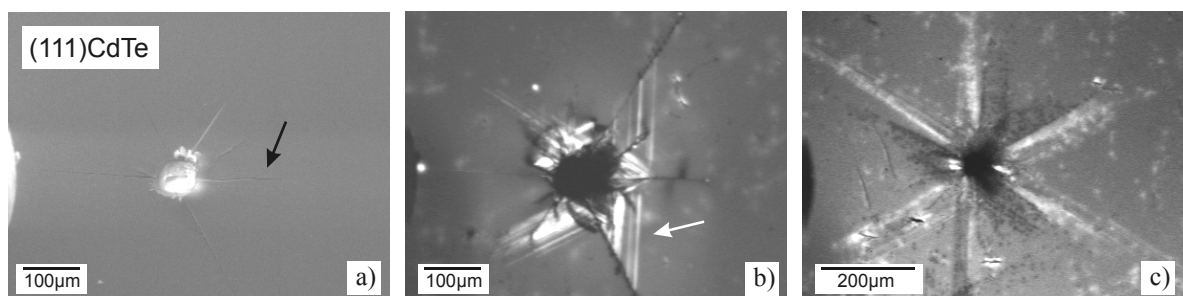


Abb. 6.25 In-situ Mikroindentierung auf (111)CdTe. SE- und KL-Bild (a, b) unmittelbar nach der Deformation (72K, 20kV, 1nA). (c) KL-Bild nach einmaligem Heizen der Probe auf Raumtemperatur (10min), es zeigt die Ausbildung der Versetzungsrosette durch thermisch aktivierte Tangentialgleitung.

Die erwartete Struktur der 6-armigen Versetzungsrosette stellt sich erst nach thermischer Behandlung der indentierte Probe ein. Dazu wurde der Kühltisch auf 295K erwärmt. Die entstehende Versetzungsrosette ist im rechten KL-Bild wiedergegeben (c, anderer Indenterdruck geringerer Last, keine Bildung von Mikrorissen). Eine in-situ Beobachtung der Bewegung der Cd(g)- und Te(g)-Versetzen bei der thermisch aktivierten Tangentialgleitung in den Rosettenarmen ist aufgrund der stark reduzierten KL-Defektkontrastwerte beider Versetzungstypen nicht realisierbar.

7 REM-KL Kontrastuntersuchungen

Auf der Basis einer sorgfältigen Defektkontrastanalyse sollen Unterschiede in der Rekombinationswirksamkeit von eingewachsenen Versetzungen, von ex-situ deformationsinduzierten sowie in-situ erzeugten Defekten gegenübergestellt werden, die als Hinweis auf dekorationsbedingte Einflüsse zu diskutieren wären. Temperaturabhängige Untersuchungen geben zusätzlichen Aufschluss über die Aktivierungsenergie der defektgebundenen Ladungsträgerrekombinationsmechanismen und sind Ausgangspunkt rekombinationskinetischer Betrachtungen. Mit Hilfe der eingeführten Lock-in- bzw. Photon-Counter-Technik kann aus den KL-Abbildungen der Versetzungen die rekombinationswirksame Defektresponse quantitativ erfasst werden.

7.1 Defektkontrastuntersuchungen an Versetzungen im CdTe

Im Fall des CdTe kann aufgrund der typabhängigen strahlenden und strahlungslosen Ladungsträgerrekombination die Verteilung der polaren Versetzungsanteile direkt aus den beobachteten Bildkontrasten abgelesen werden. Es zeigt sich jedoch, dass die Rekombinationswirksamkeit der Versetzungen nicht nur durch ihren intrinsischen polaren Charakter bestimmt wird, sondern dass, je nach Herkunft bzw. Erzeugung, ihre Rekombinationswirksamkeit verschieden sein kann. Speziell durch die Anlagerung von Punktdefekten können die Versetzungen in ihren rekombinationskinetischen Eigenschaften stark verändert werden.

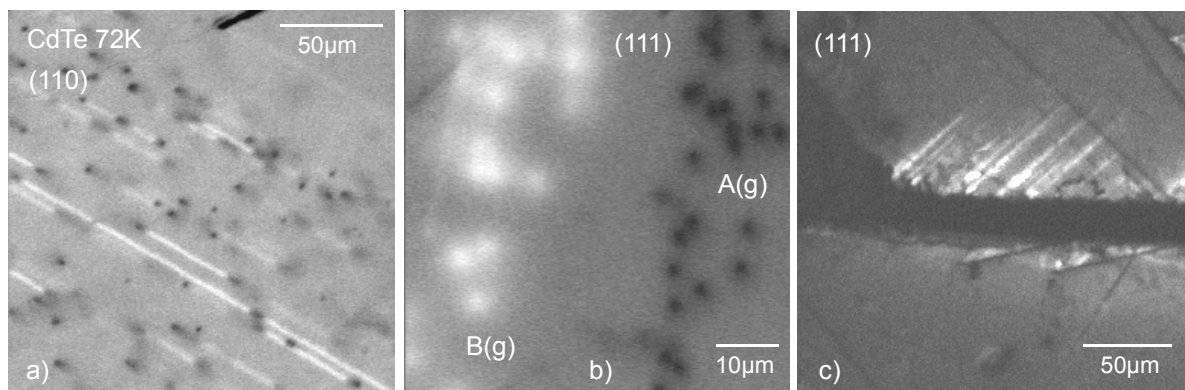


Abb. 7.1 Versetzungskontraste im CdTe bei 72K. Im linken Bild (a) sind oberflächenparallele Versetzungssegmente zu sehen. Das mittlere Bild (b) zeigt die Detailaufnahme eines Rosettenarmes einer Defektkonfiguration nach Indentierung einer (111)-Oberfläche. In (c) erkennt man frisch erzeugte Defekte nach in-situ Deformation (→ Kratzer) im REM.

In der Abb. 7.1 sind die KL-Abbildungen unterschiedlicher Versetzungsanordnungen einander gegenübergestellt. Im linken Bild (a) erkennt man lange, geradlinige oberflächen-

parallele Versetzungssegmente. Es handelt sich hier um eine erzeugte (110)-Spaltfläche des Materials BR28. Es sind offensichtlich eingewachsene Versetzungen, da keine bewusste Deformation des Materials vorgenommen wurde und keine deformationsbedingte Versetzungsquelle zu erkennen ist. Der Kontrastverlauf gibt eine Segmentierung der Defektlinie wieder. Anhand von Stärke und Breite des Kontrastes kann man erkennen, dass die Versetzungslinie ihre Tiefe ändert. Für Stellen, an denen sich die Tiefe ändert, tritt eine Kontrastumkehr auf. Dies verdeutlicht einen Wechsel in der Versetzungskernstruktur an diesen Punkten, was einem Übergang von Te(g)- zu Schrauben- oder Cd(g)-Versetzungssegmenten darstellt.

Im mittleren Bild (b) ist der Ausschnitt eines Armes einer Versetzungsrosette dargestellt, wie sie nach Indentierung der (111)-Oberfläche beobachtet werden kann (vgl. Abb. 4.3). Die beiden Zweige des Rosettenarmes werden aus Punktkontrasten gebildet, die den Durchstoßpunkten der polaren 60°-Versetzungsegmente durch die Oberfläche zugeordnet sind.

Das rechte Bild ist die Momentaufnahme einer in-situ Deformation durch Kratzen einer CdTe (111)-Oberfläche. Es zeigt die Tangentialgleitung von Te(g)-Versetzungsegmenten. Diese werden während des Deformationsprozesses generiert und bewegen sich im Spannungsfeld des Kratzers in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen vom Deformationsgebiet weg.

Da alle Messungen unter gleichen Bedingungen stattfanden (72K, Anregung 20kV, InA), kann ein Defektkontrastvergleich durchgeführt werden. Dabei erhält man das in Tab. 7.1 aufgeführte Ergebnis. Es verdeutlicht, dass die Rekombinationswirksamkeit frisch erzeugter Te(g)-Versetzen am größten ist. Eingewachsene Versetzungen, an denen sich Punktdefekte angelagert haben können, besitzen eine geringere Defektrekombinationswirksamkeit.

Tab. 7.1 Defektkontraste und Halbwertsbreiten gemessen an unterschiedlichen Versetzungen im CdTe.

Art der Versetzung	Te(g)-Versetzen		Cd(g)-Versetzen	
	Kontrast c_{DL}	Halbwertsbreite	Kontrast c_0	Halbwertsbreite
eingewachsen	$\leq 0,23$	1,5-2,3 μm	$\geq -0,21$	2,5 μm
ex-situ indentiert	0,59	2,5 μm	-0,26	1,3 μm
in-situ	1,01	2,3 μm	nicht gemessen	

Dieser Befund stützt die Annahme, dass es sich bei der Y-Lumineszenz um einen intrinsischen Effekt strahlender, versetzungsinduzierter Ladungsträgerrekombination handelt. Andererseits führt eine Temperung von CdTe bei 200°C zu einer vollständigen Tilgung der Y-Lumineszenz. Dieses Verhalten wird mit einer vermehrten Anlagerung von Punktdefekten an vorhandene Te(g)-Versetzen und der daraus resultierenden Vernichtung der versetzungsgebundenen, strahlenden Ladungsträgerrekombinationszentren erklärt.

7.2 Temperaturverhalten der KL-Kontraste und Y-Lumineszenz

Bisher durchgeführte Untersuchungen zur Temperaturabhängigkeit des KL-Kontrastverhaltens an frisch eingebrachten Gleitversetzungen haben sich für das Studium speziell der intrinsischen Defektrekombinationswirksamkeit als sehr aussagefähig erwiesen [hil97]. Ein wichtiger Befund ist die Beobachtung der an den Te(g)-Versetzen erst unterhalb $T=110\text{K}$

auftretenden KL-Hellkontraste, die der lokalen Emission der Y-Lumineszenz entsprechen (vgl. Kapitel 4). Die Y-Lumineszenz wird auf einen für die Versetzungen spezifischen, strahlenden Rekombinationsmechanismus zurückgeführt. Sie weist aufgrund ihrer spektroskopischen Charakteristik einen intrinsischen Defektrekombinationsmechanismus nach [dea84a, dea84b, schr96].

Der durch die Y-Lumineszenz an den Te(g)-Versetzungen verursachte KL-Hellkontrast c_{DL} (Formel 3.23) zeigt für $T=100-5K$ eine Temperaturabhängigkeit, wie sie in Abb. 7.2.a) wiedergegeben ist. Der positive Kontrastwert nimmt mit fallender Temperatur zu; er erreicht bei etwa 15K sein Maximum und fällt bis 5K wieder leicht ab.

Dem Verhalten des KL-Hellkontrastes der Te(g)-Versetzungen ist im Diagramm die Temperaturabhängigkeit der KL-Dunkelkontraste an den Cd(g)-Versetzungen gegenübergestellt. Im Gegensatz zu den Hellkontrastwerten ändert sich der Dunkelkontrast nur unwesentlich mit der Temperatur. Dieser klare Unterschied in der Temperaturabhängigkeit verdeutlicht verschiedenartige Rekombinationsmechanismen, die in die rekombinationskinetischen Modelle der Versetzungen Eingang finden (vgl. Kapitel 3.2.3, [schr91, schr94]).

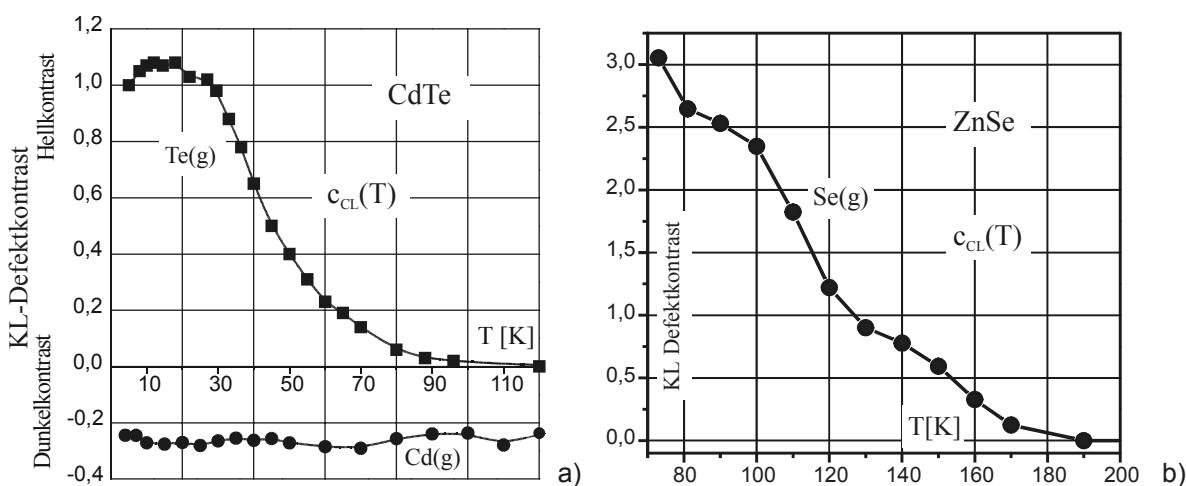


Abb. 7.2 Temperaturabhängigkeit der Defektcontrastwerte für Cd(g)- und Te(g)-Versetzungen in bulk-CdTe (a) und für Zn(g)-Misfitversetzungen im Heteroepitaxiesystem ZnSe/GaAs(001) (b).

Se(g)-Misfitversetzungen im ZnSe/GaAs(001) zeigen in ihrem temperaturabhängigen Kontrastverhalten ähnliche Eigenschaften wie die Te(g)-Versetzungen im CdTe. Hier ist die Temperaturabhängigkeit für den Bereich von 72-300K gemessen worden. Ein defektgebundener Hellkontrast kann für $T \leq 170K$ sicher registriert werden. Anzumerken ist, dass das Kontrastverhalten stark von den Anregungsbedingungen abhängt. Vorliegende Messung wurde mit einer Elektronenstrahlanregung von 10kV, 1nA durchgeführt. Spannungsabhängige Messungen der Intensität der Schichtlumineszenz $I_0(T)$ zeigen, dass diese für kleiner werdende Anregungsspannungen deutlich abnimmt. Dagegen kann die Y-Lumineszenz $I_{DL}(T)$ noch bei $U_b=1,5kV$ registriert werden. Der Kontrastwert c_{CL} wird somit formal für kleinere Anregungsspannungen größer.

Eine vollständige Defektcontrastanalyse ist für eine As(g)-Versetzung im GaAs in Abb. 7.3 dargestellt. Aus den experimentell ermittelten, temperaturabhängigen Werten für den Defektcontrast $c_0=c_{CL}$ und die Defekthalbwidthbreite FWHM ist die totale Defektstärke $\bar{\lambda}$ berechnet worden. Sie ergibt sich aus dem in Abb. 3.4 beschriebenen Rekombinationsschema. Das selbstkonsistente Shockley-Read-Hall-Modell (SBCSRH, [kus95]) beschreibt die e-h-

Rekombination an einer Versetzung. $\bar{\lambda}$ repräsentiert den Proportionalitätsfaktor zwischen den Rekombinationsströmen J_n bzw. J_p und der lokalen Überschussladungsträgerdichte [wil85]:

$$\bar{\lambda} = \frac{J_n}{\Delta n_D} = \frac{J_p}{\Delta p_D} . \quad (7.1)$$

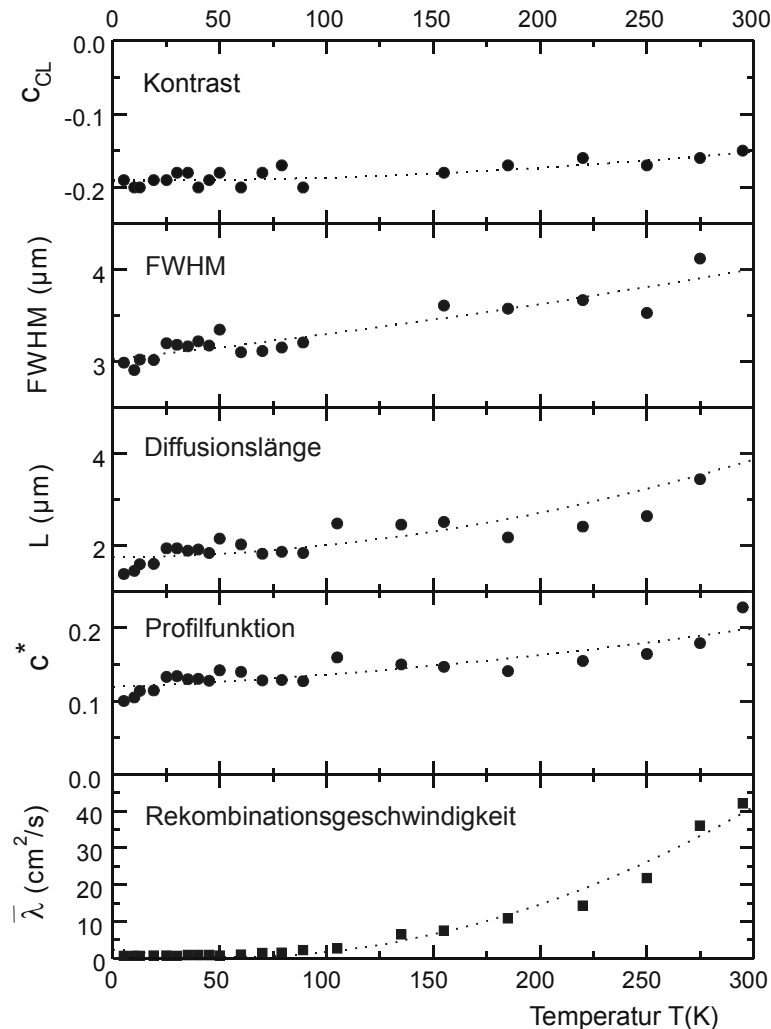


Abb. 7.3 Berechnung der temperaturabhängigen totalen Defektstärke $\bar{\lambda}$ einer As(g)-Versetzung aus den experimentell ermittelten Größen Defektkontrast c_{CL} und Halbwertsbreite FWHM.

Die Rekombinationsströme ergeben sich aus:

$$J_n = N_L \cdot c_n \cdot \left[(1 - f_T) \cdot n \cdot \exp\left(-\frac{e \cdot \Phi}{kT}\right) - f_T \cdot N_C \cdot \exp\left(-\frac{e \cdot (E_C - E_T)}{kT}\right) \right] \quad (7.2a)$$

bzw.

$$J_p = N_L \cdot c_p \cdot \left[f_T \cdot p \cdot \exp\left(\frac{e \cdot \Phi}{kT}\right) - (1 - f_T) \cdot N_V \cdot \exp\left(\frac{e \cdot (E_V - E_T)}{kT}\right) \right] \quad (7.2b)$$

mit der Linienzustandsdichte N_L , den Elektronen- und Loch-Einfangkoeffizienten c_n und c_p , der Raumladungsbarriere $e \cdot \Phi$ und den Leitungs- und Valenzbandkenngrößen N_C , E_C , N_V und E_V . n und p bezeichnen die während der Elektronenstrahlanregung vorhandenen Ladungsträgerkonzentrationen. Aus der Temperaturabhängigkeit der Rekombinationsströme können die rekombinationskinetischen Defektparameter berechnet werden (siehe Tab. 7.2).

Die totale Defektstärke $\bar{\lambda}$ steigt mit wachsender Temperatur. Somit ergibt sich aus dem offensichtlich temperaturunabhängigen Defektkontrastwert c_{CL} eine mit der Temperatur wachsende Rekombinationsgeschwindigkeit.

Die Defektkontraste an Ga(g)-Versetzungen in GaAs und Cd(g)-Versetzungen in CdTe zeigen ein ähnliches Temperaturverhalten wie die As(g)-Versetzungen. Hier ist folglich auf ein analoges rekombinationskinetisches Verhalten zu schliessen.

Tab. 7.2 Rekombinationskinetische Defektparameter einer As(g)-Versetzung in GaAs:Si ($n=5 \times 10^{15} \text{cm}^{-3}$).

rekombinationskinetischer Defektparameter	berechneter Wert
elektronischer Defektzustand	$E_T = E_V + 0,3 \dots 1,2 \text{eV}$
Linienzustandsdichte	$N_L = 1,8 \times 10^7 \text{cm}^{-1}$
Elektroneneinfangquerschnitt	$c_n = 2,0 \times 10^{-14} \text{cm}^2$
Locheinfangquerschnitt	$c_p = c_n$
für 300K	
Raumladungsbarriere	$e \cdot \Phi = 103 \text{meV}$
Linienladungsdichte	$Q = 2,6 \times 10^6 \text{cm}^{-1}$
dynamischer Besetzungsfaktor	$f_T = 0,15$
Defektradius	$r_D = 41 \text{nm}$

Verallgemeinert kann man schlussfolgern, dass durch die Rekombination an Versetzungszuständen verschiedene Prozesse angeregt werden können, zum Einen erfolgt bei strahlender Rekombination die Energieabgabe an Photonen, andererseits kann bei nichtstrahlender Rekombination der Energieeintrag an die Versetzung zur Aktivierung der Bewegung genutzt werden. Der REDG-Effekt ist jedoch nicht ausschliesslich auf Versetzungen ohne defektgebundene Lumineszenz beschränkt, wie Untersuchungen an CdS in [schr77] belegen. In der überwiegenden Zahl von Materialien, wie InP, GaP, ZnSe und CdTe konnte keine REDG-Aktivität bei Raumtemperatur festgestellt werden. Eine geringe rekombinationsinduzierte Versetzungsbewegung wurde in dem ternären Halbleitermaterial $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ registriert.

8 Zusammenfassung

Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurden in-situ Studien der rekombinationskinetischen und dynamischen Eigenschaften von Gleitversetzungen in Halbleiterkristallen mit Zinkblendestruktur mit Hilfe der Kathodolumineszenz-Mikroskopie im Rasterelektronenmikroskop durchgeführt. Dabei stand die Untersuchung der intrinsischen Rekombinationswirksamkeit der polaren A(g)- und B(g)-Gleitversetzungen im Vordergrund des Interesses. Neben defektgebundener strahlender und nichtstrahlender Rekombination wird erstmals die REDG-Effizienz als intrinsische rekombinationswirksame Versetzungseigenschaft betrachtet.

Versetzungsstrukturen wurden durch lokale Mikroindentierung erzeugt. Zur zweifelsfreien Identifikation wurde zunächst ein allgemeingültiges Modell der Defektstruktur nach Mikrodeformation auf der Basis der $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Gleitsysteme entwickelt. Die Versetzungsgeometrien nach Indentierung der $\pm(111)$ -, (110)- und (001)-Oberflächen wurden aus dem generalisierten Gleitprismenmodell vorhergesagt.

Anhand ausführlicher experimenteller Untersuchungen an CdTe-Volumenmaterial wurden die Aussagen des Gleitprismenmodells insbesondere zur geometrischen Anordnung der Versetzungsstrukturen verifiziert. In den Untersuchungen wurden dabei nicht nur tangentiale Gleitversetzungsgeometrien betrachtet, sondern durch kontrollierten Ätzabtrag gelang es ebenfalls, Aussagen zu den Volumengleitversetzungsstrukturen zu treffen. Durch zusätzliche Untersuchungen an ZnSe-Proben konnte die Allgemeingültigkeit des Gleitprismenmodells für Kristalle mit Zinkblendestruktur bestätigt werden. Ergebnis dieser Vorbetrachtungen zur Versetzungsdynamik ist die Fähigkeit zur zweifelsfreien Identifikation der polaren Versetzungen in durch Mikrodeformation erzeugten Defektstrukturen an bekannten Probengeometrien.

Als neuer, wesentlicher Aspekt hinsichtlich der Versetzungsgeometrien ergab sich die Einbeziehung der Technik der Nanoindentierung in die Untersuchungen. Mit ihrer Hilfe wurde der Prozess der Mikroindentierung in seiner Initialphase näher analysiert. Beobachtungen lastabhängiger Defektkonfigurationen gaben Einblicke in die am Anfang bei der Indentierung ablaufenden Versetzungsprozesse. TEM-Untersuchungen bestätigten die Aussage, dass bereits direkt nach dem pop-in Effekt, der beim Indentierungsprozess den Übergang von der rein elastischen zur plastischen Kristallverformung darstellt, $\{111\}\langle 1\bar{1}0 \rangle$ -Gleitgeometrien aktiviert werden. Offen ist jedoch weiterhin die Frage nach dem Mechanismus der Nukleation erster Versetzungsschleifen. Weitere TEM-Abbildungen, die aktuellen Arbeiten entnommen sind, zeigten anschaulich das simultane Auftreten von Tangential- und Volumengleitsystemen. Ein Einfluss der Indenterform auf die ausgebildeten Defektstrukturen wurde in den eigenen Messungen beobachtet, hier ist auf einen von der Radialsymmetrie

abweichenden Verspannungszustand bei der Deformation zu schließen. In bisherige theoretische Simulationen zur Defektstrukturausbildung bei Mikrodeformation wird diese Abhängigkeit nicht einbezogen.

Die Grundlage der Bestimmung der defektspezifischen elektronischen Parameter aus der Untersuchung der Rekombinationswirksamkeit der Gleitversetzungen bildet eine theoretische Beschreibung des KL-Signals für einen halbunendlichen Halbleiter. Aus den experimentell zugänglichen Messgrößen, der KL-Defektkontrastwerte sowie der Halbwertsbreite des KL-Defektkontrastprofils, kann die rekombinationsspezifische Größe der totalen Defektstärke berechnet werden. Da die Untersuchungen zur Versetzungsdynamik im Verlauf der Arbeit in den Vordergrund des Interesses rückten, wurde die Bestimmung der Defektparameter nur exemplarisch am Beispiel der As(g)-Versetzungen in n-GaAs durchgeführt. Für die Ga(g)-Versetzungen im GaAs und Cd(g)-Versetzungen im CdTe wird aufgrund der ähnlichen Defektkontrasteigenschaften auf ein analoges Rekombinationsverhalten geschlossen.

Im Gegensatz dazu lag ein besonderes Augenmerk auf der Analyse der Eigenschaften der an den Te(g)- bzw. Se(g)-Versetzungen lokalisierten Y-Lumineszenz in CdTe und ZnSe. Die optische Emission wird als ein Übergang versetzungsgebundener Exzitonen interpretiert. Die geringe Phononenkopplung bestätigte die Korrelation zu ausgedehnten Defekten. Eine höherenergetische Schulter in der Y-Spektrenstruktur von CdTe konnte bislang nicht identifiziert werden. Weiterführende, neue Informationen zur Y-Lumineszenz konnten durch zusätzliche Untersuchungen von Versetzungsstrukturen in heteroepitaktisch gewachsenen Schichten erbracht werden. CdTe-Schichten, gewachsen auf Si(111)- oder GaAs(001)-Substrat, verfügen über eine hohe Versetzungsdichte, die Beobachtung von Kontrasten isolierter Einzelversetzungen mittels KL-Mikroskopie ist daher nicht sicher möglich. Photolumineszenz-Messungen zeigten eine Polarisation der Y-Lumineszenz in $[1\bar{1}0]$ -Richtung in den CdTe/GaAs(001)-Schichten. Bei kompressiv verspannten Schichten wird ein vorrangiges Auftreten von oberflächenparallelen Te(g)-Versetzungen in diese Richtung erwartet. Demnach ist die Y-Lumineszenz in Versetzungslinienrichtung polarisiert.

Das Hauptanliegen der Arbeit bestand in der Realisierung der Beobachtung von in-situ Versetzungsbewegungen in der REM-KL Mode zum Studium der komplexen intrinsischen Rekombinationswirksamkeit isolierter, frisch erzeugter Einzelversetzungen auf der Basis der KL-Kontrastanalyse und Bestimmung der REDG-Effizienz. Zu diesem Zweck wurden umfangreiche Erweiterungen und Entwicklungen der apparativen Technik vorgenommen. Die KL-Signalaufnahmetechnik wurde durch den Einsatz der Lock-in- und Photon-Counter-Technik entscheidend verbessert. Ein modifizierter Probenhalter und eine in-situ Deformationsanordnung wurden entwickelt und eingesetzt. Der Einsatz eines neuen dynamischen Bildaufnahmesystems erlaubte die kontinuierliche Bildaufnahme zum Studium von Versetzungsbewegungen.

Als ein wesentliches methodisches Ergebnis ist die Sicherstellung der Erfassung der intrinsischen Rekombinationsaktivität sowie der Zugang zur Mobilität und der Reaktion der polaren 60° - und Schraubenversetzungssegmente mittels der etablierten dynamischen REM-KL Mode zu nennen. Die Untersuchungen konnten sowohl unter thermisch aktivierten als auch Elektronenstrahl-anregungsstimulierten Bedingungen durchgeführt werden.

Zur Beobachtung von rekombinationsinduzierten Versetzungsgleitprozessen durch den REDG-Effekt wurde GaAs:Si-Probenmaterial verwendet. Die Gleitversetzungen wirken hier als strahlungslose Rekombinationszentren.

Die $\pm(111)$ - und (001) -orientierten Proben wurden ex-situ indentiert und geritzt. Eine deutliche, thermisch aktivierte Versetzungsbewegung ist im GaAs erst bei Temperaturen oberhalb 650K festzustellen. In der REM-KL Mode (10kV, 2nA) konnten ausgedehnte Bewegungen im Spannungsfeld der Deformationsgebiete bei Raumtemperatur (300K) optimal realisiert werden. An Mikrohärteeindrücken bildeten sich Defektanordnungen, die eine ausgezeichnete Übereinstimmung zu den erwarteten Defektgeometrien für lokale Mikrodeformation auf niedrigindizierten Oberflächen aufweisen. Dabei wurde die Ausbildung der 3- bzw. 2-zähligen Rosettenstrukturen beobachtet. Die Asymmetrien in den Defektanordnungen der polaren Versetzungskonfigurationen wurden eindeutig nachgewiesen. Unipolare Schleifenstrukturen mit führenden As(g)-Versetzungsegmenten in Form der Viertel- und Halbschleifen bildeten sich bevorzugt aus. Dennoch lassen sich unter den Bedingungen der dynamischen Messungen „symmetrische“ Defektverteilungen, etwa in den $\{111\}$ -Rosettenstrukturen, beobachten, wo alle relevanten Gleitsysteme, so auch jene, die zur Ausbildung der Ga(g)-Versetzungszweige in den Rosettenarmen führen, aktiviert wurden.

Als wichtigstes experimentelles Resultat ist die Beobachtung der Nukleation und Ausbreitung oberflächenparalleler Versetzungsschleifen zu nennen. Hier kann die Bewegung der verschiedenartigen Versetzungssegmente simultan beobachtet werden. Im Fall der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberflächenorientierung bestehen die führenden Segmente aus As(g)-Versetzen.

An Kratzern wurden isolierte Schleifenstrukturen ausführlicher betrachtet. Es konnten keine rekombinationskinetischen Unterschiede im Verhalten der verschiedenen Versetzungssegmente festgestellt werden. Die gleiche Aussage muss für gekrümmte Segmente getroffen werden. Da hier eine höhere Kinkdichte vorhanden ist, kann ein Einfluss der Kinkkonfiguration auf das rekombinationskinetische Verhalten der Versetzungen nicht konstatiert werden. Die Frage nach dem Mechanismus des Energietransfers bei Rekombination an einer Versetzung und der REDG-Effizienz bleibt folglich weiterhin unbeantwortet. Kinken werden als effektive Rekombinationszentren damit ausgeschlossen.

Als weitere Untersuchungsergebnisse sind die Beobachtung der REDG-Aktivierung von Versetzungsquellen, der Bewegung von „high-speed“-Versetzen und von bestimmten Versetzungsreaktionen zu nennen. Insbesondere konnte ein Quergleiten an Einzelversetzungen beobachtet werden. Dies ist nur an Schraubenversetzungssegmenten möglich. In diesem Bereich konnte ebenfalls beobachtet werden, wie neue Versetzungsschleifen gebildet werden können.

Die untere Geschwindigkeit der „high-speed“ Versetzungen wurde bestimmt. Sie liegt höher als bei den mittels TEM-Untersuchungen beobachteten Versetzungsgeschwindigkeiten. Aus der Beobachtung des dynamischen Defektkontrastes kann auf die Rekombinationswirksamkeit dieses Defekttyps geschlossen werden. Die simultane Beobachtung der Bewegung der hinsichtlich des Typs bisher nicht sicher identifizierten Versetzungen und ihres rekombinationskinetischen Verhaltens ist als wesentlicher Vorteil der Methode der dynamischen REM-KL zu betrachten.

Der neu entwickelte in-situ Deformationstisch wurde zur Indentierung von CdTe bei Tieftemperatur (72K) benutzt. Da die charakteristische Y-Lumineszenz nur bei Temperaturen unterhalb 110K registriert werden kann, ist nur auf diesem Weg die Beobachtung von bewegten Versetzungen in Form strahlender Rekombinationszentren möglich. Derartige Messungen konnten durchgeführt werden. Bei der in-situ Deformation wird eine Gleitbewegung der Te(g)-Versetzen über bis zu $100\mu\text{m}$ gefunden, was die hohe Tieftemperaturbeweglichkeit ausweist. Eine nennenswerte rekombinationsinduzierte Versetzungsbewegung

ist demgegenüber nicht festzustellen. Der Abbau bestehender Verspannungen durch eine ausgedehnte Versetzungsausbreitung findet erst durch thermische Aktivierung bei Raumtemperatur statt.

Die Befunde der in-situ Untersuchungen bestätigen eindeutig den intrinsische Charakter der Y-Lumineszenz. Hinweise auf einen möglichen Zusammenhang zwischen der offensichtlich sehr geringen REDG-Effizienz aufgrund der strahlenden Natur der Trägerrekombination der Te(g)-Versetzungen bei 72K können nicht abgeleitet werden. Trotz der defektgebunden, strahlungslosen Rekombination zeigen die Cd(g)-Versetzungen ebenfalls keinen signifikanten REDG-Effekt.

Die vorliegende Arbeit liefert einen Beitrag zur aktuellen Problematik der intrinsischen, elektronischen Eigenschaften von polaren Versetzungen in einkristallinen Halbleitermaterialien mit Zinkblendestruktur. Ein differenziertes elektronisches Verhalten der A(g)- und B(g)-Versetzungen kann nur in den untersuchten II/VI-Materialien ZnSe und CdTe bestätigt werden. Im III/V-Material GaAs zeigen die Ga(g)- und As(g)-Versetzungen einschließlich der Schraubensegmente gleichartiges Verhalten. Die in-situ Kontrastbeobachtung an den Versetzungen während ihrer Gleitbewegung liefert keinerlei Hinweis auf Kinken als effiziente Rekombinationszentren. Eine zu erwartende Typabhängigkeit der REDG-Effizienz in GaAs konnte ansatzweise beobachtet, aber nicht ausreichend nachgewiesen werden.

Das Verfahren der dynamischen REM-KL wird als neues Messverfahren wissenschaftlich etabliert. Elementare Prozesse der Versetzungsgeneration, -ausbreitung und von Reaktionen zwischen den Defekten, die insbesondere in optoelektronischen Bauelementen, wie LED's und Laserdioden zur Degradation führen, können mit diesem Verfahren direkt beobachtet und so für den mikroskopischen Bereich analysiert werden.

9 Anhang

9.1 Literaturverzeichnis

- abr72 M.S. Abrahams, J. Blanc, C.J. Buiocchi, *Appl. Phys. Lett.* **21**(5) 185 (1972)
- ada92 S. Adachi, Physical Properties of III-V Semiconductor Compound: InP, InAs, GaAs, GaP, InGaAs and InGaAsP, New York (1992)
- akc92 M.S. Akchurin, V.G. Galstyan, V.R. Regel, *Scanning* **14** 194 (1992)
- alc79 H. Alexander, P. Haasen, R. Labusch, W. Schröter, *J. Physique* **40**, Vorwort (1979)
- ale89 H. Alexander, H. Gottschalk, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **104**(3) 281 (1989)
- azz89 A. Azzaz, J.P. Michel, A. George, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **100**(5) 427 (1989)
- bek89 U. Becker, H. Zimmermann, P. Rudolph, R. Boyn, *phys. stat. sol. (a)* **112** 569 (1989)
- bel77 R.O. Bel, *Rev. Phys. Appl.* **12** 391 (1977)
- bou93 E. Le Bourhis, A. Zozime, A. Rivière, J.-P. Rivière, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **134** 67 (1993)
- bou00 E. Le Bourhis, *J. of Mat. Sci. Lett.* **19** 167 (2000)
- bra86 C. Braun, W. Helberg, A. George, *Phil. Mag.* **A53** (2) 277 (1986)
- bro89 P.D. Brown, G.J. Russell, J. Woods, *J. Appl. Phys.* **66**(1) 129 (1989)
- bro00 S. Brochard, P. Beauchamp, G. Grillhé, *Phil. Mag. A* **80**(3) 503 (2000)
- bru74 O. Brümmer, J. Schreiber, *Kristall u. Technik* **9** 817 (1974)
- cha62 J.R. Chaudhuri, J.R. Patel, L.G. Rubin, *J. Appl. Phys.* **33** 2736 (1962)
- che94 Y. Chen, X. Liu, E. Weber, E.D. Bourret, Z. Liliental-Weber, E.E. Haller, J. Washburn, D.J. Olego, D.R. Dorman, J.M. Gaines, N.R. Tasker, *Appl. Phys. Lett.* **65**(5) 549 (1994)
- chr90 J. Christen, Festkörperprobleme (Adv. Solid State Phys.), **30** 239 (1990)
- coo89 B.C. De Cooman, C.B. Carter, *Phil. Mag. A* **60**(2) 245 (1989)
- das56 W.C. Dash, *J. Appl. Phys.* **27** 1193 (1956)
- dea79 P.J. Dean, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **46** 100 (1979)
- dea84a P.J. Dean, *phys. stat. sol. (a)* **81** 625 (1984)
- dea84b P.J. Dean, G.M. Williams, G. Blackmore, *J. Phys. D: Appl. Phys.* **17** 2291 (1984)
- dod87 B.W. Dodson, J.Y. Tsao, *Appl. Phys. Lett.* **51** 1325 (1987)
- don78 C. Donolato, *Optik* **52** 19 (1978/79)
- dru70 W.E. Drummond, J.L. Moll, *J. Appl. Phys.* **52** 5556 (1970)
- far90a J.L. Farvacque, B. Sieber, *Revue Phys. Appl.* **25** 353 (1990)
- far90b J.L. Farvacque, B. Sieber, *Revue Phys. Appl.* **25** 1109 (1990)
- far01 J.L. Farvacque, P. Francois, *phys. stat. sol. (b)* **223** 635 (2001)
- fel92 P. Feltham, R. Banerjee, *J. Mat. Sci.* **27** (1992)

- fiv98 M.C. Fivel, C.F. Robertson, G.R. Canova, L. Boulanger, *Acta mater.* **46**(17) 6182 (1998)
- fra50 F.C. Frank, W.T. Read, *Phys. Rev.* **79** 722 (1950)
- fuj89 S. Fujii, T. Terada, Y. Fujita, T. Iuchi, *Jap. J. of Apl. Ph.* **28**(10) 1712 (1989)
- gal94 S. A. Galloway, P. R. Wilshaw, *Mater. Sci. Eng.* **B24** 91 (1994)
- geo87 A. George, J. Rabier, *Rev. Phys. Appl.* **22** 941 (1987)
- ger93 D. Gerthsen, C.B. Carter, *phys. stat. sol. (a)* **136** 29 (1993)
- gro96 D. Gross „Bruchmechanik“, 2. Auflage, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York (1996)
- haa57 P. Haasen, *Acta Metall.* **5** 598 (1957)
- hal52 R.N. Hall, *Phys. Rev.* **87** 387 (1952)
- her84 W. Hergert, L. Pasemann, *phys. stat. sol. (a)* **85** 641 (1984)
- her87a W. Hergert, P. Reck, L. Pasemann, J. Schreiber, *phys. stat. sol. (a)* **101** 611 (1987)
- her87b W. Hergert, S. Hildebrandt, L. Pasemann, *phys. stat. sol. (a)* **102** 819 (1987)
- her89 International Tables of Crystallography (1989)
- hew88 E.A. Hewat, L. di Cioccio, M. Dupuy, a. Million, J.P. Gaillard, *J. Appl. Phys.* **63** 4929 (1988)
- hil91 S. Hildebrandt, J. Schreiber, W. Hergert, *J. de Phys. IV* **C6**(1) C6-39 (1991)
- hil97 S. Hildebrandt, H. Uniewski, J. Schreiber, H.S. Leipner, *J. Phys. III France.* **7** 1505 (1997)
- hil98 S. Hildebrandt, J. Schreiber, W. Hergert, H. Uniewski, H.S. Leipner, *Scan. Microsc. Int.* **12**(4) 535 (1998)
- hil99 U. Hilpert, private Mitteilung (1999)
- hil00 U. Hilpert, J. Schreiber, L. Worschech, L. Höring, M. Ramsteiner, W. Ossau, G. Landwehr *J. of Physics: Cond. Matter* **12** 10169 (2000)
- hir82 J. P. Hirth, J. Lothe, „Theory of Dislocations“, 2nd ed. Wiley, New York (1982)
- hirs85 P. B. Hirsch, P. Pirouz, S. G. Roberts, P. D. Warren, *Phil. Mag.* **B52** 759 (1985)
- hoe84 H.-R. Höche, J. Schreiber, *phys. stat. sol. (a)* **86** 229 (1984)
- hoe97 L. Höring, Diplomarbeit Halle (1997)
- hoe01 L. Höring, J. Schreiber, U. Hilpert, *Sol. State Phen.* **178/179** 139 (2001)
- hof92 A. Hoffmann, J. Christen, J. Gutowski, *Adv. Mat. for Opt. and Electr.* **1** 25 (1992)
- hol62 D.B. Holt, *J. Chem. Phys. Sol.* **23** 1353 (1962)
- hor58 J. Hornstra, *J. Chem. Phys. Sol.* **5** 129 (1958)
- hsu86 C. Hsu, S. Sivananthan, X. Chu, J.P. Faurie, *Appl. Phys. Lett.* **48** 908 (1986)
- hu75 S. M. Hu, *J. Appl. Phys.* **46** 1470 (1975)
- hu77 S. M. Hu, *Appl. Phys. Lett.* **31** 139 (1977)
- huel80 J. Hüller, Diplomarbeit MLU Halle (1980)
- hul84 D. Hull, D. J. Bacon, „Introduction to dislocations“, Pergamon Press, Oxford (1984)
- iba89 H. Ibach, H. Lüth, *Festkörperphysik*, Springer-Verlag, 3. Auflage (1989)
- iun99 Y.L. Iunin, V.I. Nikitenko, *phys. stat. sol. (a)* **171**, 17 (1999)
- jon81 R. Jones, S. Öberg, *Phil. Mag. B* **43**(5) 839 (1981)
- joo97 B. Joós, M.S. Duesbery, *Phys. Rev. B* **55**(17) 11161 (1997)
- kar78 J. Karwowska, T. Figielski, *J. of Crystal Lattice Defects* **8** 55 (1978)
- kel98 C.L. Kelchner, S.J. Plimpton, J.C. Hamilton, *Phys. Rev B* **58**(17) 11085 (1998)
- kit93 M. Kittler, W. Seifert, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **134**(11) 717 (1993)
- kle68 C.A. Klein, *J. Appl. Phys.* **39** 2029 (1968)
- koc87 F. Koch, Dissertation, Berlin (1987)
- kol96 H.R. Kolar, J.C. Spence, H. Alexander, *Phys. Rev. Lett.* **77**(19) 4031 (1996)

- kou00 S. Koubaiti, C. Levade, G. Vanderschaeve, J.J. Couderc, *Phil. Mag. A* **80**(1) 83 (2000)
- kre86 K. Kreher, Elektronen und Photonen in Halbleitern und Isolatoren, Akademie-Verlag, Berlin (1986)
- kru98 J. Krustok, J. Mädasson, J. Hiie, *phys. stat. sol. (a)* **165** 517 (1998)
- kue86 K.-H. Kuesters, B.C. De Cooman, C.B. Carter, *Phil. Mag. A* **53**(1) 141 (1986)
- kuh92 T. Kuhn, Dissertation JMU Würzburg (1992)
- kus95 S. Kusanagi, T. Sekiguchi, K. Sumino, *Mater. Sci. Forum* **196-201** 1195 (1995)
- lan82 Landolt-Börnstein. „Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaften und Technik“, Neue Serie, III **17b**, Ed. O. Madelung, Springer-Verlag Berlin (1982)
- law98 B.R. Lawn, *J. Am. Ceram. Soc.* **81**(8) 1977 (1998)
- lei87 H.S. Leipner, H.-R. Höche, J. Schreiber, *Izv. Ak. Nauk.* **51** 1498 (1987)
- lei88 H.S. Leipner, Dissertation MLU Halle (1988)
- lei89a H.S. Leipner, J. Schreiber, M. Surowiec, in: „Electron microscopy in plasticity and fracture research of materials“ Ed. U. Messerschmidt et al., Akademie-Verlag Berlin, 193 (1989)
- lei89b H.S. Leipner, M.R. Surowiec, *Sol. Sta. Phen.* **6,7** 349 (1989)
- lei00 H.S. Leipner, Habilitation MLU Halle (2000)
- lei01 H.S. Leipner, D. Lorenz, A. Zeckzer, P. Grau, *phys. stat. sol. (a)* **183**(2) R4 (2001)
- lel89 Y.S. Lelikov, Y.T. Rebane, Y.G. Shreter, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **104** 119 (1989)
- lev94 C. Levade, A. Faress, G. Vanderschaeve, *Phil. Mag. A* **69**(5) 855 (1994)
- lev99a C. Levade, G. Vanderschaeve, *J. of Crystal Growth* **197** 565 (1999)
- lev99b C. Levade, G. Vanderschaeve, *phys. stat. sol.* **171** 83 (1999)
- lil95 E.T. Lilleodden, W. Bonin, J. Nelson, J.T. WYROBEK, W.W. Gerberich, *J. Mater. Res.* **10**(9) 2162 (1995)
- lor00a D. Lorenz, H. S. Leipner, *private Mitteilung* (2000)
- lor00b D. Lorenz, H. Johansen, P. Grau, Proc. of 3rd Int. Conf. Micro Materials MicroMat2000 Berlin, Germany, April 2000, 396 (2000)
- lou81 F. Louchet, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **60** 29 (1981)
- lou88 F. Louchet, D. Cochet Muchy, Y. Brechet, *Phil. Mag. A* **57**(2) 327 (1988)
- lu86 G. Lu, D.J.H. Cockayne, *Phil. Mag. A* **53** 307 (1986)
- luy94 M. Luysberg, D. Gerthsen, *phys. stat. sol. (a)* **146** 157 1994
- mae81 K. Maeda, S. Takeuchi, *Jap. J. Appl. Phys.* **20**(3) L165 (1981)
- mae83a K. Maeda, S. Takeuchi, *J. Phys. C4* **44** 375 (1983)
- mae83b K. Maeda, S. Takeuchi, *J. Appl. Phys.* **54** 161 (1983)
- mae85 K. Maeda, S. Takeuchi, *Yamada Sci Found. conf. IX*, Ed.: H. Suzuki et al. 433 (1985)
- mah89 S. Mahajan, *Progr. Mater. Sci.* **33** 1 (1989)
- mah00 S. Mahajan, *Acta Mater.* **48** 137 (2000)
- mat66 J.W. Matthews, *Phil. Mag.* **13** 1207 (1966)
- mat70 J.W. Matthews, S. Mader, T.B. Light, *J. Appl. Phys.* **41** 3800 (1970)
- mey83 T.H. Meyers, J.F. Schetzina, T.J. Magee, R.D. Ormond, *J. Vac. Sci. Technol. A*, **3** 6477 (1983)
- mic98 T.A. Michalske, J.E. Houston, *Acta mater.* **46**(2) 391 (1998)
- mit96 T. Mitsui, N. Yamamoto, J. Yoshino, T. Tadokoro, S. Ohta, K. Yanashima, K. Inoue, *Appl. Surf. Sci.* **100/101** 625 (1996)
- mit97 T. Mitsui, N. Yamamoto, *J. Appl. Phys.* **81**(11) 7492 (1997)
- mit98 T. Mitsui, N. Yamamoto, *Electron Mic.* **1** 455 (1998)
- mit00 T. Mita, N. Yamamoto, T. Mitsur, S. Heun, A. Francioci, J.M. Bonard, persönliche Mitteilung (2000)

- mur94 Y. Murakami, K. Tanaka, M. Itokazu, A. Shimamoto, *Phil. Mag.* **69**(6) 1131 (1994)
- neg79 V.D. Negryi, Yu.A. Osipyan, *phys. stat. sol. (a)* **55** 583 (1979)
- oel83 G. Oelgart, H. Scholz, *phys. stat. sol. (a)* **75** 547 (1983)
- oel84 G. Oelgart, U. Werner, *phys. stat. sol. (a)* **85** 205 (1984)
- pas87 L. Pasemann, W. Hergert, *Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Fiz.* **51** 1528 (1987)
- pea50 M.O. Peach, J.S. Köhler, *Phys. Rev.* **80** 436 (1950)
- pei40 R. Peierls, *Proc. Phys. Soc. London* **52** 34 (1940)
- per95 D.D. Perovic, D.C. Houghton, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **146** 117 (1995)
- pet83 P.M. Petroff, *Semic. and Insul.* **5** 307 (1983)
- phi73 J.C. Phillips, „Bonds and Bands in Semiconductors“, Academic Press, New York (1973)
- pic99 B. Pichard, M. Putero, N. Burle, *phys. stat. sol. (a)* **171** 251 (1999)
- reb91 T.Yu. Rebane, G.Yu. Shreter, *Springer Proc. Phys.* **54**, (eds. J.H. Werner, H.D. Strunk) Springer Verlag Berlin 28 (1991)
- rei95 L. Reimer, MOCASIM 3.0, Dokumentation, Münster (1995)
- riv91 A. Rivière, B. Sieber, J. P. Rivière, *Microsc. Microanal. Microstruct.* **2** 503 (1991)
- rob83 S.G. Roberts, P. Rirouz, P. B. Hirsch, *J. Physique* **44** 4 (1983)
- rob88 S.G. Roberts, *Phil. Mag. A* **58**(2) 347 (1988)
- roo54 W. van Roosbroeck, W. Shockley, *Phys. Rev.* **94** 1558 (1954)
- roo55 W. van Roosbroeck, *J. Appl. Phys.* **26** 380 (1955)
- rosh79 V. N. Roshanski, B. M. Pushkas et. al., *Fiz. Tverd. Tela* **21** 2528 (1979)
- sal99 G. Salviati, M. Albrecht, C. Zanotti-Fregonara, N. Armani, M. Mayer, Y. Shreter, M. Guzzi, Yu. V. Melnik, K. Vassilevski, V.A. Dimitriev, H.P. Strunk, *phys. stat. sol. (a)* **171** 325 (1999)
- sau86 R. Sauer, H. Alexander, Ch. K.-Kemmerich, *Mat. Sci. Forum* **10-12** 763 (1986)
- schi00 H. Schick et al., to be published in *J. Cryst. Gr.*, II/VI Tagung `99, Japan
- schr77 J. Schreiber, Dissertation, MLU Halle
- schr89a J. Schreiber, H.S. Leipner, H.-R. Höche, *Wiss. Z. Univ. Halle* 31 (1989)
- schr89b J. Schreiber, W. Hergert, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **104** 97 (1989)
- schr91 J. Schreiber, S. Hildebrandt, *J. de Phys. IV* **1** C6-15 (1991)
- schr94 J. Schreiber, S. Hildebrandt, *Mat. Sci. Eng.* **B24** 115-120 (1994)
- schr96 J. Schreiber, S. Hildebrandt, H. Uniewski, V. Bechstein, *Mat. Sci. Eng.* **B42** 24 (1996)
- schr97 J. Schreiber, H. Uniewski, S. Hildebrandt, L. Höring, H.S. Leipner, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **157**, 651 (1997)
- schr99a J. Schreiber, L. Höring, H. Uniewski, S. Hildebrandt, H.S. Leipner, *phys. stat. sol.* **171** 89 (1999)
- schr99b J. Schreiber, U. Hilpert, L. Höring, L. Worschech, B. König, W. Ossau, A. Waag, G. Landwehr, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **164** 299 (1999)
- schr00 J. Schreiber, U. Hilpert, L. Höring, L. Worschech, W. Ossau, A. Waag, G. Landwehr, *phys. stat. sol. (b)* **222** 169 (2000)
- schr01 J. Schreiber, U. Hilpert, L. Höring, L. Worschech, M. Ramsteiner, wird veröffentlicht in *Inst Phys. Conf. Ser.* (2001)
- sek95 T. Sekiguchi, K. Sumino, *Mat. Sci. Forum* **196-201** 1201 (1995)
- sek96 T. Sekiguchi, K. Sumino, *Mat. Sci. Eng.* **B42** 141 (1996)
- sho52 W. Shockley, W.T.Read, Jr., *Phys. Rev.* **87** 835 (1952)
- shr96 Y.G. Shreter, Y.T. Rebane, O.V. Klavin, P.S. Aplin, C.J. Axon, W.T. Young, J.W. Steeds, *J. Cryst. Growth* **159** 883 (1996)
- spe97 J.C.H. Spence, H.R. Kolar, H. Alexander, *J. de Phys. III* **7** 2325 (1997)

- sta00 E.A. Stach, R. Hull, R.M. Tromp, F.M. Ross, M.C. Reuter, J.C. Bean, *Phil. Mag.* **80**(9) 2159 (2000)
- ste93 E.A. Steinmann, *Solid State Phen.* **32-33** 303 (1993)
- ste98 E.A. Steinmann, H.G. Grimmeiss, *Semicond. Sci. Technol.* **13** 124 (1998)
- sum75 K. Sumino, H. Shimizu, *Phil. Mag.* **32** (1) 143 (1975)
- sum87 K. Sumino, in "Defects and Properties of Semiconductors: Defect Engineering" von J. Chikawa, K. Sumino und K. Wada 3 (1987)
- sum89 K. Sumino, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **104**(3) 245 (1989)
- sum92 K. Sumino, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* **262** 87 (1992)
- sum93 K. Sumino, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **134**(2) 55 (1993)
- tar88 N. I. Tarbaev, J. Schreiber, G. A. Shepel'skij, *phys. stat. sol. (a)* **110** 97 (1988)
- tar89 N. I. Tarbaev, G. A. Shepel'skij, J. Schreiber, *Sov. Phys. Sol. State* **31** 1348 (1989)
- tar98 N.I. Tarbaev, *Physics of the Solid State* **40**(10) 1672 (1998)
- tak84 S. Takeuchi, K. Suzuki, K. Maeda, H. Iwanaga, *Phil. Mag. A* **50**(2) 171 (1984)
- uni96 H. Uniewski, J. Schreiber, S. Hildebrandt, H.S. Leipner, *Mater. Sci. Eng.* **B42** 284 (1996)
- vdo99 V.I. Vdovin, *phys. stat. so. (a)* **171** 239 (1999)
- wag93 G. Wagner, P. Paufler, P. Pongratz, P. Skalicky, *Phil. Mag. A* **67**(1) 143 (1993)
- wan88 J. Wang, J.W. Steeds, C.W. Tu, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **95**(1) 45 (1988)
- war62 E.P. Warekois, M.C. Lavine, A.N. Mariano, H.C. Gatos, *J. Appl. Phys.* **33** 690 (1962)
- wer88 U. Werner, F. Koch, G. Oelgart, *J. Phys. D* **21** 116 (1988)
- wer94 M. Werner, M. Bartsch, U. Messerschmidt, D. Baither, *phys. stat. sol. (a)* **146** 133 (1994)
- wer95 M. Werner, E.R. Weber, M. Bartsch, U. Messerschmidt, *phys. stat. sol. (a)* **150** 337 (1995)
- wey93 J. L. Weyher, C. Frigeri, K. Schohe, S. K. Krawczyk, T. Wosinski, R. Fornari, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **135** 225 (1993)
- wil85 P.R. Wilshaw, G.R. Booker, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **76** 329 (1985)
- wil89 P.R. Wilshaw, *Ultramicroscopy* **31** 177 (1989)
- win92 M. Winkler, M. Schenk, J. Hähnert, *Cryst. Res. Technol.* **27** 1047 (1992)
- wor96 L. Worschech, C. Fischer, H. Schenk, W. Ossau, E. Kurtz, H. Schäfer, W. Faschinger, A. Waag, G. Landwehr, *Int. Symp. On Blue Laser and LED's* **421** (1996)
- wor98 L. Worschech, W. Ossau, H.-L. Lukaner, T. Behr, A. Waag, G. Landwehr, *J. of Cryst. Gr.* **184/5** 500 (1998)
- wor99 L. Worschech, W. Ossau, A. Waag und G. Landwehr, U. Hilpert, J. Schreiber, Y.T. Rebane, Y.G. Shreter, *Physica B* **273-274** 895 (1999)
- wyc63 R.W.G. Wyckoff, *Crystal Structures*, 2nd ed. **1** 112 (Interscience, New York) 1963
- yon87 I. Yonenaga, K. Sumino, *J. Appl. Phys.* **62**(4) 1212 (1987)
- yon88 I. Yonenaga, K. Sumino, *J. Appl. Phys.* **65**(1) 85 (1988)
- yon91 I. Yonenaga, K. Sumino, *Appl. Phys. Lett.* **58**(1) 48 (1991)
- yon99 I. Yonenaga, *phys. stat. sol (a)* **171** 41 (1999)
- yon00 I. Yonenaga, T. Suzuki, *Phil. Mag. Lett.* **80**(8) 511 (2000)

9.2 Formelzeichenregister

9.2.1 Kristallographische Bezeichnungen zur Zinkblendestruktur

A-B-Gitter	binäre Verbindungshalbleiterstruktur		
A(0,0,0)	Ursprung des Koordinatensystems		
A(1/2,1/2,0), A(1/2,0,1/2), A(0,1/2,1/2), B(1/4,1/4,1/4)	Basistetraeder der Zinkblendestruktur		
(x,y,z)	Raumpunkt im Koordinatensystem		
<xyz>	Richtungstyp		
[xyz]	kristallographische Richtung im gewählten Koordinatensystem		
[111]	polare dreizählige Achse		
[xyz>	kristallographische Richtung mit Richtungssinn, Vektor		
a[xyz]	Richtung mit spezieller Längenangabe, Vektor		
{xyz}	Bezeichnung von Ebenenscharen eines Typs		
(xyz)	Bezeichnung einer speziellen Ebenenschar, zu unterscheiden sind virtuelle Gitterebenen, besetzte Gitterebenen, Kristallflächen		
(001)B	polare A- oder B-terminierte {001} Ebenen		
(111)A	polare A- oder B-terminierte {111} Ebenen		
($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)B			
{111}	A-B-Doppelebene		
(111)[1 $\bar{1}$ 0]	Gleitsystemtyp		
{111}	Gleitebenen: virtuelle Gitterebene		
{111}gs	glide-set Konfiguration		
{111}ss	shuffle-set Konfiguration		
EAT, IAT	internal / external apex {111} Thompson-tetraeder		
	A-B-Thompson-Doppeltetraeder Anordnung konjugierter {111} Gleitebenen		
<110>	Gleitrichtungen		
$\bar{b}=a/2<110>$	vollständiger Burgersvektor		
$\bar{b}=a/6<211>$	partieller Burgersvektor		
A(g), B(g), s, s'	polare und Schraubenversetzungssegmente in gs-Gleitversetzungsschleifen		
$\{\bar{1}\bar{1}\bar{1}\}; \{11\bar{1}\}$	< $\bar{1}10$ >	{111}; { $\bar{1}\bar{1}1$ }	generalisierte Gleitprismenstruktur
(1)	(2)	(1')	konjugierte Gleitebenenpaare
			Zonenachse

9.2.2 Formelzeichen

A	Element im Kristallgitter; Spektrometerspaltfunktion; Kontaktfläche; Proportionalitätsfaktor
a	Gitterkonstante; Anpassparameter
B	Element im Kristallgitter; spektrale Empfindlichkeit des Detektorsystems
\bar{b} , $\underline{b}_{i,j}$	Burgersvektor
b	Gitterkonstante; Anpassparameter
b'	Anpassparameter
c	Gitterkonstante; Lichtgeschwindigkeit
c _i	Intensität der i-ten Komponente der realistischen Generation
c _{n,p}	Elektron- und Loch-Einfangkoeffizient
c**	allgemeine Defektkontrastprofilfunktion

c_0, c_{CL}, c_{DL}	Matrix-, panchromatischer, Versetzungslumineszenzkontrast
$c_{0,DL}^*$	partielle Defektprofilfunktion von Matrix- und Defektlumineszenz
$C_{e,h}$	Einfangraten für Elektronen, Löcher
$D_{e,h}$	Elektronen-, Löcherdiffusionskoeffizienten
E	Elastizitätsmodul
E_A	thermische Aktivierungsenergie
E_{loc}^{bX}	Exzitonenlokalisierungsenergie
$E_{C,V}$	Energieposition von Leitungsbandminimum bzw. Valenzbandmaximum
$E_{bX}^{e/h}$	Elektronen-Loch-Wechselwirkungsenergie am Defekt
$E_{d,i}$	Aktivierungsenergien der Versetzungsbewegung im Dunkeln und bei Bestrahlung
E^{eff}	effektiver Elastizitätsmodul
E_F	Fermienergie
E_g	Energiegap
$E_{p,i}$	Elastizitätsmodul von Probe, Indenter
E_{LO}	LO-Phononenenergie
E_{loc}	Lokalisierungsenergie
E_T	Trapniveau, -energie
E_0, E_0^Y	Nullphononenlinie
E_{DK}^*	Doppelkinkenbildungsenergie
E_{0DK}	Selbstenergie einer Doppelkinke
e	Elementarladung; Eulersche Zahl
\mathbf{F}	elektrisches Feld
F	Kraft
f	Ionizitätsgrad; Besetzungsfaktor
F_{ij}	Peach-Köhler-Kraft
f_n	Atomfaktor
f_T	dynamischer Besetzungsfaktor
f_0	Fermiverteilung
$f_{0,DL}$	Amplitudenfaktoren der Matrix- und Defektlumineszenz
G	reziproker Gittervektor
G_0	Ladungsträgergenerationszahl
g	Ladungsträgergenerationsfunktion, Generationsrate
h	Eindringtiefe, Abstand zweier Peierlstäler; Schichtdicke von Epischichten
h, \hbar	Plancksche Konstante
$h\nu$	Photonenenergie
$\hbar\Omega$	Phononenenergie
I	Lumineszenzintensität; Anregungsdichte
I_{DL}	Intensität der Defektlumineszenz
I_0	Lumineszenzintensität der ungestörten Matrix; Anregungsdichte
I^{KL}	Intensität des KL-Signals
I_{hkl}	Beugungsintensität
$I_{111,333}$	Beugungsintensität des (111)-, (333)-Reflexes
J	Kinknukleationsrate
$j_{e,h}$	Elektronen-, Löcherstromdichte
k	Boltzmann-Konstante
L	mittlerer Hindernisabstand der Kinkbewegung; Diffusionslänge
m	Exponent der Spannungsabhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit
$m_{e,h}^*$	effektive Massen von Elektronen, Löchern
N_A, N_D	Zahl der Akzeptor-, Donatorzustände; Versetzungsdichte in Epitaxieschichten
N_A^+, N_D^-	Zahl der ionisierten Akzeptor-, Donatorzustände
$N_{C,V}$	Zustandsdichte in Leitungs- und Valenzband
N_L	Zustandsdichte auf der Versetzungslinie
N_T	Zahl der Trapzustände
n	Dichte freier Elektronen; Realteil des Brechungsindex; Streudichte
\mathbf{n}	Brechungsindex
n_0	Gleichgewichtselektronendichte
p	Dichte freier Löcher; Kontaktdruck
p_0	Gleichgewichtslöcherdichte
Q	Intensität der Rekombinationsstrahlung; Aktivierungsenergie der Versetzungsbewegung
q	Minorität-Überschußträgerdichte
\mathbf{r}	Ortsvektor

r_g	Generationsort
r_S	Grenzflächenort
r	Bindungsradius; Abstand zweier Versetzungen
r_D	Defektradius
R	Rekombinationsrate, Indenterrundungsradius
$R_{e,h}$	Reemissionsraten für Elektronen, Löcher
R_P	Kugelradius
S	Huang-Rhys-Faktor; Schmidfaktor
S_G	Strukturfaktor
\bar{s}	Versetzungslinienrichtung
T	Temperatur
t	Zeit
U_b	Beschleunigungsspannung des Elektronenstrahls
v, v_0	Versetzungsgeschwindigkeit
$v_{d,i}$	Geschwindigkeiten der thermischen bzw. REDG-Gleitung
v_k	Kinkgeschwindigkeit
v_S	Grenzflächenrekombinationsgeschwindigkeit
W_m	Kinkmigrationsenergie
X	mittlere freie Weglänge
Y	Y-Lumineszenz
\bar{Y}	höherenergetische Schulter der Y-Lumineszenz
z	Tiefenkoordinate
α	Absorptionskoeffizient; Versetzungstyp; Versetzungskern-Energie-Parameter
α_D	Absorptionskoeffizient der Defektlumineszenz
β	Versetzungstyp
χ	Imaginärteil des Brechungsindex
Δn	Überschusselektronendichte
Δp	Überschusslöcherdichte
ε	Schichtmisfit
ε_0	absolute Dielektrizitätskonstante
ε_r	relative Dielektrizitätskonstante
ε_r	relative Dielektrizitätskonstante
ε_∞	optische Dielektrizitätskonstante
ϕ	Winkel zwischen Gleitebene und Interface
Γ	Verbreiterungsenergie
γ, γ_r	totale, strahlende Rekombinationsstärke
η_i	Halbwertsbreite der i-ten Komponente der Tiefenverteilung der realistischen Generation
Φ	Raumladungsbarriere
φ	elektrisches Potential
$\bar{\lambda}$	Defektstärke
λ	Liniendichte
μ	Schermodul
$\mu_{e,h}$	Elektronen-, Löcherbeweglichkeiten
ν	Poisson-Zahl
ν_D	Debye-Frequenz
$\nu_{e,h}$	thermische Elektronen-, Löchergeschwindigkeiten
$\nu_{i,p}$	Querkontraktionszahlen von Indenter und Probe
π	Pi
Θ	Winkel
θ	Winkel zwischen Versetzungslinie und Burgersvektor
Θ_C	Winkel der Totalreflexion
ρ_{hkl}	Streudichte
σ_a	Schichtverspannung aufgrund des Gittermisfits
σ_{ex}	an einer Versetzung wirksame Verspannung
σ_i	Halbwertsbreite der i-ten Komponente der Radialverteilung der realistischen Generation
$\sigma_{e,h}$	Elektronen-, Löcherleitfähigkeit; Einfangquerschnitte
σ_T	Verspannungsfeld um eine Versetzung
τ	Minoritätsträgerlebensdauer; Scher- bzw. Tresca-Spannung
$\tau_{e,h}$	Einfangzeit für Elektronen, Löcher
$\tau_{r,nr}$	strahlende, nichtstrahlende Lebensdauer
τ_D, τ^D	defektbedingte Lebensdauer

Ω_s	Probenvolumen
ξ	Ortskoordinate
ξ_D	Defektposition

9.2.3 verwendete Abkürzungen

III/V	Binärer Halbleiter aus Elementen der III. und V. Hauptgruppe der Periodensystems
II/VI	Binärer Halbleiter aus Elementen der II. und VI. Hauptgruppe der Periodensystems
A(g)	Gleitversetzung mit A-Atom im Versetzungskern
A(s)	Shuffleversetzung mit A-Atom im Versetzungskern
B(g)	Gleitversetzung mit B-Atom im Versetzungskern
B(s)	Shuffleversetzung mit B-Atom im Versetzungskern
CCD	charge coupled device (Detektorarray)
CL	cathodoluminescence (KL)
CLWI	CL wavelength imaging (spektral aufgelöste KL-Abbildung)
EAT	external apex tetrahedron (Tetraeder mit nach außen zeigender Spitze)
fcc	face centered cubic (flächenzentrierte, kubische Gitterstruktur)
FWHM	full width at half maximum (Halbwertsbreite)
GPM	Gleitprismenmodell
IAT	internal apex tetrahedron (Tetraeder mit nach innen zeigender Spitze)
KL	Kathodolumineszenz
MBE	molecular beam epitaxy (Molekularstrahlepitaxie)
ofpar	oberflächenparallel
PL	Photolumineszenz
REDC	recombination enhanced dislocation climb
REDG	recombination enhanced dislocation glide
REDM	recombination enhanced dislocation motion
REDV	recombination enhanced dislocation vibration
REM	Rasterelektronenmikroskop(-ie)
SE	Sekundärelektronen
SEV	Sekundärelektronenvervielfacher
SRH	Shockley-Read-Hall
TEM	Transmissionselektronenmikroskop(-ie)
TV	Television (hier: Bildeinzug mit ≥ 25 Bildern/Sekunde)
Y	Y Lumineszenz – defektgebundene Lumineszenzerscheinung in CdTe und ZnSe
μ -PL	Mikro-PL
μ -KL	Mikro-KL
α	Alpha-Versetzung (korreliert zu B(g)- oder A(s)-Versetzung)
β	Beta-Versetzung (korreliert zu A(g)- oder B(s)-Versetzung)

9.3 Abbildungsverzeichnis

- 2.1 Modell einer Versetzungsschleife
- 2.2 kubische Einheitszelle eines Zinkblendegitters
- 2.3 vollständiger Versetzungsring
- 2.4 Stapelfolge von $\{111\}$ -Ebenen
- 2.5 Kernstruktur vollständiger 60° -Versetzen
- 2.6 vollständiger hexagonaler Versetzungsring in dissoziierter Form
- 2.7 polare Thompsontetraeder
- 2.8 räumliches Gleitprismenmodell
- 2.9 spezielle Zonenachse des GPM, Gleitprisma
- 2.10 GPM für den Fall der Indentierung einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche
- 2.11 Versetzungsanordnung innerhalb eines Gleitprismas in der Oberfläche
- 2.12 Versetzungsanordnung in der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Oberfläche für Tangential- und Volumengleitung
- 2.13 plastische Deformationsbereiche für die Indentierung einer (110) -Oberfläche
- 2.14 erwartete Versetzungsanordnung für Indentierung einer (110) -Oberfläche
- 2.15 erwartete Versetzungsanordnung für Indentierung einer (001) -Oberfläche
- 3.1 REM-KL Messplatz, Konstruktion zur in-situ Deformation
- 3.2 elektronische Übergänge in Halbleitern
- 3.3 Schema der Shockley-Read-Hall-Rekombination
- 3.4 Rekombinationsschema für defektgestörten Bereich im n-Halbleiter
- 3.5 Modell zur Beschreibung des Defektbereiches am Beispiel einer oberflächenparallelen Versetzung und Modellierung der Defektkontrastfunktion $c(\xi)$
- 4.1 Linienkontraste von $B(g)$ -Versetzen in CdTe und ZnSe
- 4.2 PL-Untersuchung an CdTe Bulk-Material
- 4.3 KL-Versetzungsrosette auf einer (111) -Oberfläche von CdTe
- 4.4 KL-Spektren von CdTe aufgenommen bei 72K
- 4.5 quasimonochromatische KL-Bilder einer Versetzungsrosette auf (111) CdTe unterschiedlicher Spektralbereiche
- 4.6 quasimonochromatische KL-Aufnahmen der Defektlumineszenz von verschiedenen CdTe-Epitaxieschichten
- 4.7 polarisationsaufgelöste PL-Spektren einer Epitaxieschicht CdTe/GaAs(001)
- 4.8 Vergleich einer ZnSe Homo- mit einer Heteroepitaxieschicht ZnSe/GaAs
- 4.9 temperaturabhängige PL-Spektren der Versetzunglumineszenz von CdTe
- 4.10 Arrhenius-Plots der integralen Intensität der Y-Lumineszenz in CdTe (a) and ZnSe (b) als Funktion der Temperatur
- 5.1 panchromatische KL-Bilder von Versetzungsrosetten auf den (111) -, (110) - und (001) -Oberflächen von CdTe-Volumenproben
- 5.2 Oberflächengleitung nach Mikrodeformation der polaren $\{111\}$ -Oberflächen von CdTe
- 5.3 oberflächenparallele Versetzungshalbschleifen an MHE auf $\pm(111)$ CdTe
- 5.4 Versetzungskonfigurationen in einer Tiefe von etwa $30\mu\text{m}$ an MHE auf $\pm(111)$ CdTe
- 5.5 Tangential- und Volumengleitung nach Indentierung auf einer (110) -Oberfläche von CdTe
- 5.6 Tresca-Spannung und Kraft-Eindringtiefe-Messung bei Indentierung von CdTe
- 5.7 TEM-Hellfeldabbildung der Rosettenstruktur um ein lokales Deformationszentrum auf (001) GaAs
- 5.8 Hochspannungs-TEM-Hellfeldabbildung des plastischen Bereiches um einen Mikrohärteeindrucks auf (001) GaAs (aus [kou00])
- 5.9 Hochspannungs-TEM-Hellfeldabbildung (aus [lei00]) des plastischen Bereiches um einen Mikrohärteeindrucks auf (111) GaAs (cross section) und Modell
- 5.10 panchromatische KL-Abbildung einer (001) ZnSe/GaAs-Schicht [lor00b] und Kraft-Eindringtiefe-Messungen

- 5.11 panchromatische KL-Abbildungen des plastizierten Bereiches um Mikrohärtteeindrücke verschiedener Lasten auf (110)CdTe
- 5.12 Vergleich zwischen Versetzungsrosetten auf ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)CdTe nach lastabhängigen Indentierungen mit Vickers-Indenter und Berkovich-Indenter
- 5.13 Beispiele von Defektkonfigurationen nach Indentierung mit hohen Lasten
- 5.14 SE-Bilder verschiedener Mikrohärtteeindrücke
- 6.1 Geschwindigkeiten verschiedener Versetzungstypen in Silizium und verschiedenen III/V-Verbindungshalbleitern bei einer Scherspannung $\tau=20\text{MPa}$ als Funktion der reziproken Temperatur (aus [sum93])
- 6.2 Aktivierungsenergien Q für α - und β -Versetzungsbewegung sowie gemessene Versetzungsgeschwindigkeiten in GaAs (aus [ale89])
- 6.3 Modell des Peierls-Mechanismus und Doppelkinkenenergie E als Funktion des Abstandes beider Kinken X
- 6.4 temperaturabhängige Versetzungsgeschwindigkeit von α - und β -Versetzung in n-dotiertem GaAs:Si ($n=1,4 \times 10^{18} \text{cm}^{-3}$) [mae83b].
- 6.5 elektronenstrahlinduzierte Spannungsrelaxation durch Versetzungsausbreitung an einem Kratzer, eingebracht auf eine ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)GaAs-Oberfläche
- 6.6 Beispiel für eine eindeutig asymmetrische Versetzungsausbreitung an einem Kratzer
- 6.7 Unterschiedliche Defektanordnungen an zwei Kratzern, die beide in $[\bar{2}11]$ -Richtung orientiert sind, der Unterschied ergibt sich durch den unterschiedlichen Richtungssinn
- 6.8 Entwicklung einer ausgedehnten Versetzungsrosette durch elektronenstrahlinduzierte Versetzungsbewegung nach Mikroindentierung (0,1N) einer ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)GaAs Oberfläche
- 6.9 Entwicklung einer ausgedehnten Versetzungsrosette durch elektronenstrahlinduzierte Versetzungsbewegung nach Mikroindentierung (0,2N) einer (111)GaAs-Oberfläche
- 6.10 REDG-Experiment an einem Mikrohärtteeindruck auf einer (001)GaAs-Oberfläche
- 6.11 Aktivität von Versetzungsquellen (oberflächenparallele Schleifen)
- 6.12 Aktivität von Versetzungsquellen (tetraedrische Schleifen)
- 6.13 Aktivität eines Versetzungsgenerationsbereiches
- 6.14 Versetzungsbewegungen an Kratzern auf (001)GaAs
- 6.15 Versetzungsausbreitung an einem Kratzer auf (111)GaAs
- 6.16 Zentrum eines Kratzersterns auf einer ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)GaAs-Oberfläche sowie Schemata der induzierten Versetzungskonfiguration nach Erzeugung je eines Kratzersterns auf den polaren $\{111\}$ -Oberflächen
- 6.17 Beobachtung von high-speed Einzelversetzungen
- 6.18 Ausbreitung einzelner Versetzungen mit hoher Geschwindigkeit
- 6.19 Elektronenstrahlinduzierte Versetzungsgeneration und -ausbreitung im Spannungsfeld eines Kratzers auf der ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)-Oberfläche von GaAs
- 6.20 Interaktion von Versetzungsschleifen verschiedener Gleitsysteme
- 6.21 prismatische Versetzungen, Versetzungsreaktionen
- 6.22 Reaktion oberflächenparalleler Halbschleifen, Annihilation von Schraubensegmenten
- 6.23 Abhängigkeit der Geschwindigkeit der As(g)-Versetzungen in n-GaAs von der Anregungsdichte [mae83b].
- 6.24 in-situ Deformation an CdTe bei 72K
- 6.25 in-situ Mikroindentierung auf (111)CdTe, thermische Aktivierung ausgedehnter Versetzungsbewegungen
- 7.1 Versetzungskontraste im CdTe bei 72K
- 7.2 Temperaturabhängigkeit der Defektcontrastwerte für Cd(g)- und Te(g)-Versetzungen in bulk-CdTe und für Zn(g)-Misfitversetzungen im Heteroepitaxiesystem ZnSe/GaAs(001)
- 7.3 Berechnung der temperaturabhängigen totalen Defektstärke einer As(g)-Versetzung
- 9.1 Röntgenbeugungsdiagramm für den (111)- und den (333)-Cr $K\alpha_{1,2}$ Beugungsreflex einer (111)-CdTe Probe
- 9.2 Modell zur Spannungsrelaxation beim Schichtwachstum ZnSe/GaAs(001) durch den Einbau von Fehlanpassversetzungen
- 9.3 panchromatische KL-Bilder von ZnSe/GaAs-Heteroepitaxieschichten unterschiedlicher Schichtdicke

- 9.4 Tiefenabhängige Untersuchung der Tangential- und Volumengleitung nach Indentierung auf einer (111)Cd-Oberfläche von CdTe
- 9.5 Tiefenabhängige Untersuchung der Tangential- und Volumengleitung nach Indentierung auf einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ Te-Oberfläche von CdTe
- 9.6 Tiefenabhängige Untersuchung der Tangential- und Volumengleitung nach Indentierung auf einer (110)-Oberfläche von CdTe
- 9.7 Lastabhängigkeit von 1mN (links), 10mN (Mitte) und 100mN (rechts) der Rosettenstruktur der Tangentialgleitung nach Indentierung mit einem Berkovich-Indenter einer (111)-Oberfläche von CdTe
- 9.8 Lastabhängigkeit von 1mN (links), 10mN (Mitte) und 100mN (rechts) der Rosettenstruktur der Tangentialgleitung nach der Indentierung mit einem Vickers-Indenter einer (111)-Oberfläche von CdTe
- 9.9 Lastabhängigkeit von 1mN (links), 10mN (Mitte) und 100mN (rechts) der Rosettenstruktur der Tangentialgleitung nach Indentierung einer (110)-Oberfläche von CdTe mit einem Berkovich-Indenter
- 9.10 panchromatische KL-Abbildung eines Kratzers auf einer (111)-Oberfläche
- 9.11 μ -PL-Linienscan über den Kratzer auf einer CdTe(111)-Oberfläche
- 9.12 Auszug aus der μ -PL-Messung in Abb. 9.11
- 9.13 Hochspannungs-Zweistrahl-TEM-Hellfeldabbildungen des plastizierten Bereiches um einen Mikrohärteeindrucks auf (001)GaAs (aus [Kou00])

9.4 Tabellenverzeichnis

- 2.1 Gitterkonstanten und Ionizitätsgrad ausgewählter Verbindungshalbleiter mit Zinkblende-
struktur (300K)
- 4.1 Übersicht über verwendete CdTe-Probenmaterialien
- 4.2 berechnete spektroskopische Parameter der Y-Lumineszenz in ZnSe und CdTe
- 6.1 Literaturwerte für v_0 , m und Q für verschiedene Gleitversetzungstypen in relevanten,
undotierten Halbleitermaterialien
- 6.2 Parameter der rekombinationsinduzierten Versetzungsbewegung in dotiertem GaAs
- 6.3 Intensitätsabhängigkeit der Geschwindigkeit der Versetzungsbewegung und die Reduzierung
der Aktivierungsenergie
- 6.4 Länge und Geschwindigkeit von Versetzungssegmenten resultierend aus dynamischen KL-
Messungen
- 7.1 Defektkontraste und Halbwertsbreiten gemessen an unterschiedlichen Versetzungen im CdTe
- 7.2 berechnete rekombinationskinetische Defektparameter einer As(g)-Versetzung in GaAs

9.5 Bestimmung der Polarität von $\{111\}$ -Oberflächen im CdTe

Für die absolute Bestimmung der Polarität von CdTe Kristallen sind XRD [war62], Mikrobeugung [lu86], RHEED [hsu86] und Elektronenbeugung [hew88] angewendet worden. Bei der Identifizierung der polaren $\{111\}$ -Oberflächen im CdTe durch Röntgenbeugung [hew88] werden die unterschiedlichen Intensitäten der Beugungsreflexe von Cd- und Te-terminierten Oberflächen ausgenutzt.

Aus der Röntgenbeugungstheorie [iba89] ist bekannt, dass die Intensität eines Reflexes proportional zum Amplitudenquadrat der Streudichte ρ ist

$$I_{hkl} = |\rho_{hkl}|^2. \quad (9.1)$$

Die Berechnung der Fourierkoeffizienten der Streudichte ρ führt auf den Strukturfaktor S und dieser lässt sich durch

$$S_G = \sum_n f_n \cdot e^{2\pi i G r_n} \quad \text{mit} \quad f = \int n(r) \cdot e^{2\pi i G r} = f_0 \cdot \left(\frac{\sin \Theta}{\lambda} \right) + a_R \quad (9.2)$$

beschreiben. Dabei ist n die Anzahl der Atome in der Elementarzelle, f_n der Atomfaktor, G ein reziproker Gittervektor, r_n die Position des n -ten Atoms innerhalb der Elementarzelle und $n(r)$ die Streudichte und A_r ein Beitrag aufgrund resonanter Absorption. Alle Atomformfaktoren sind größer als Null.

Für den Fall des CdTe (Zinkblendestruktur) ist

$$S_{nnn} = 4 \cdot (f_{Cd} + f_{Te} \cdot e^{2\pi i 3/4n}), \quad (9.3)$$

und im Falle des (111)-, (222)- und (333)-Reflexes ergibt sich

$$S_{\pm 1, \pm 1, \pm 1} = 4 \cdot (f_{Cd} \mp i \cdot f_{Te}), \quad S_{\pm 2, \pm 2, \pm 2} = 4 \cdot (f_{Cd} - f_{Te}), \quad S_{\pm 3, \pm 3, \pm 3} = 4 \cdot (f_{Cd} \pm i \cdot f_{Te}). \quad (9.4)$$

Aufgrund der unterschiedlichen Atomstrukturaktoren für Cadmium und Tellur Atome kann aus der Größe des Verhältnisses der Intensitäten der Beugungsreflexe

$$\left| \frac{S_{Cd}}{S_{Te}} \right|^2 = \left| \frac{S_{111}}{S_{\bar{1}\bar{1}\bar{1}}} \right|^2 > 1; \quad \left| \frac{S_{Cd}}{S_{Te}} \right|^2 = \left| \frac{S_{333}}{S_{\bar{3}\bar{3}\bar{3}}} \right|^2 < 1 \quad (9.5)$$

die Polarität der Oberfläche bestimmt werden.

Zur Bestimmung der Polarität der Oberfläche wurde eine (111)CdTe-Probe beidseitig poliert und einseitig indentiert. Darauf folgend wurden die Intensitäten der (111)- und (333)- $K\alpha_{1,2}$ Beugungsreflexe auf der indentierten und nichtindentierten Oberfläche ausgewertet. Das Beugungsdiagramm ist in Abb. 9.1 wiedergegeben.

Aus der Auswertung der Röntgenstrukturaktoren der (111)Cd- und der ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)Te-Oberfläche ergibt sich ein theoretisches Intensitätsverhältnis für den (111)-Reflex und den (333) Reflex zu $I_{Cd}^{111} / I_{Te}^{111} = 1,13$ bzw. $I_{Cd}^{111} / I_{Te}^{\bar{1}\bar{1}\bar{1}} = 0,88$ [war62]. Die experimentellen Werte der integrierten Intensitätsverhältnisse der indentierten zu der nichtindentierten Oberfläche sind 1,17 und 0,83. Somit kann die indentierte Oberfläche mit als ($\bar{1}\bar{1}\bar{1}$)Te-Oberfläche identifiziert werden.

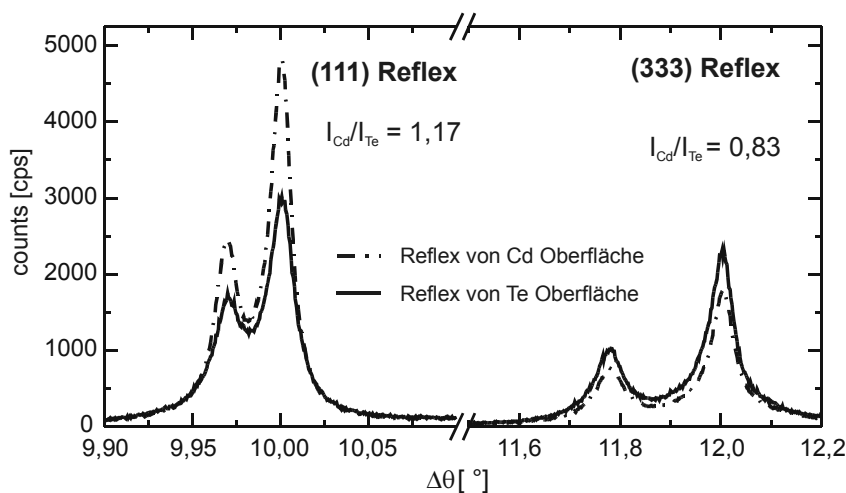


Abb. 9.1 Röntgenbeugungsdiagramm für den (111)- und den (333)-Cr $K\alpha_{1,2}$ Beugungsreflex einer (111)-CdTe Probe. In der linken Bildhälfte ist das Beugungsdiagramm für den (111)-Reflex, in der rechten Bildhälfte das Beugungsdiagramm des (333)-Reflexes dargestellt.

Die absolute Bestimmung der Probenoberfläche wurde mit einer Ätzlösung aus gleichen Teilen konzentrierter Flusssäure, Salpetersäure und Ameisensäure eingeeicht, die Cd-Seite bleibt dabei blank, die Te-Seite ist dunkel [mey83]. Als ein sehr einfaches Verfahren hat sich der Einsatz der Abtragsätze (1-2% Brom in Methanol, siehe Kapitel 3.1.3.1) erwiesen [hoe97]. Während die Cd-Seite nach ein paar Minuten leicht wellig erscheint, bleibt die Te-Seite auch nach längerem Ätzabtrag glatt. Daraus resultiert auch die Tatsache, dass die Terminierte Oberfläche leichter zu präparieren ist.

9.6 Misfitversetzungsstrukturen in heteroepitaktischen Schichten

9.6.1 Modell der Misfitversetzungsanordnung in kompressiv verspannten heteroepitaktischen Schichten

Von besonderem Interesse ist die Beobachtung von Anpassversetzungen (\rightarrow Misfitversetzungen) in Heteroepitaxieschichten als Folge der Spannungsrelaxation [schr99b, wor99, schr00]. Dabei steht vorerst ein möglicher Mechanismus für die Ausbildung der für den Spannungsabbau in den Schichten verantwortlichen Anpassversetzungsanordnungen im Vordergrund des Interesses.

In der Literatur sind eine Vielzahl von Beiträgen zu finden, die sich mit der Nukleation, Migration, Multiplikation und Interaktion von Fehlanpassversetzungen während des epitaktischen Wachstums beschäftigen [sta00]. Einen Überblick über mögliche Nukleations- und Multiplikationsmechanismen gibt [vdo99].

Favorisierte Nukleationsmechanismen sind das Abgleiten einer vom Substrat kommenden Durchstoßversetzung an der Schicht-Substrat-Grenzfläche (Matthews-Blakeslee-Modell [mat66]) bzw. die Generation von Versetzungen an der Epitaxieschichtoberfläche [mat70] oder der Schicht-Substrat-Grenzfläche [per95] während des Schichtwachstums. Bei einer hohen Substratqualität und entsprechend geringer Dichte an eingewachsenen Versetzungen kann eine ausreichende Spannungsrelaxation mit Hilfe dieser Substratversetzungen allein nicht erfolgen. In diesem Fall wird deshalb ein Nukleationsmechanismus mit Versetzungsmultiplikation an der Oberfläche angenommen [bro00, schr99b].

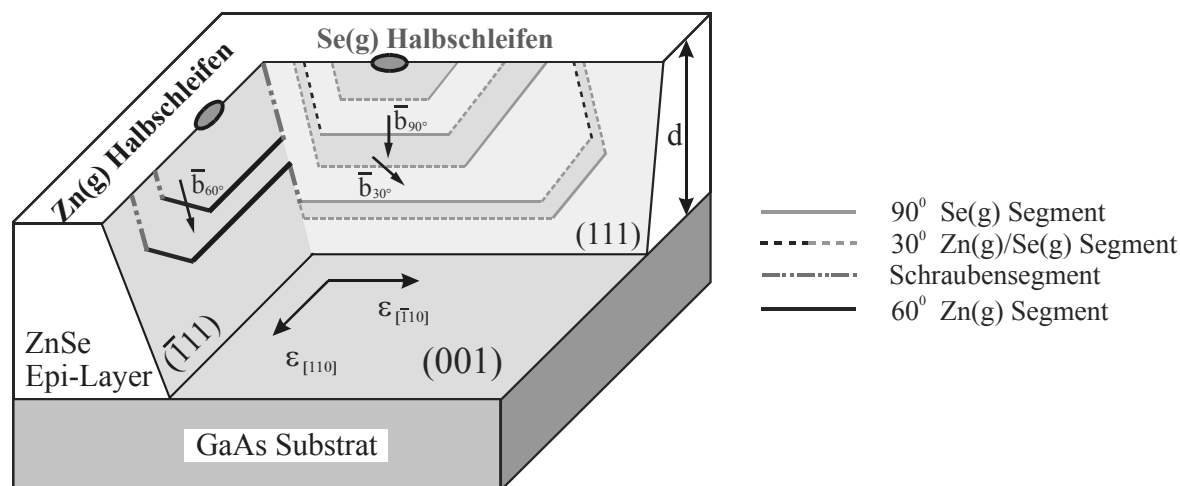


Abb. 9.2 Modell zur Spannungsrelaxation beim Schichtwachstum ZnSe/GaAs(001) durch den Einbau von Fehlanpassversetzungen. Die Se(g)-Versetzungen sind im dissoziierten Zustand dargestellt. Eine detaillierte Beschreibung findet sich in [schr99b].

Im folgenden wird die Bildung von Misfitversetzungsstrukturen für das Heteroschichtsystem ZnSe/GaAs(001) näher betrachtet. Das Modell zur Versetzungsnukleation an der Epitaxieschichtoberfläche mit anschließender Ausbreitung der Versetzungshalbschleifen im Se(g)- und Zn(g)-Subsystem ist in Abb. 9.2 dargestellt. Ein atomistischer Ansatz zur Beschreibung der Ausbildung der Anpassversetzungsanordnung auf der Basis der Oberflä-

chennukleation von Versetzungshalbschleifen in der Diamantstruktur ist in [bro00] gegeben. Bei Schichten mit Zinkblendestruktur muss zusätzlich die Polarität der Versetzungen in die Betrachtungen mit einbezogen werden. Letzteres erklärt erst das Auftreten einer anisotropen Spannungsrelaxation.

Polarisationsaufgelöste Photolumineszenzuntersuchungen in [wor96, wor98] belegen die verschiedenen Stadien der Spannungsrelaxation in der ZnSe-Schicht während des epitaktischen Wachstums. Unterhalb der kritischen Schichtdicke von $\approx 130\text{nm}$ für ZnSe/GaAs(001) (der Gittermisfit beträgt hier $-2,7 \times 10^{-3}$) erfolgt das Wachstum pseudomorph. Der wachsende Energiegehalt in der Schicht mit zunehmender Schichtdicke äußert sich in einer größer werdenden Energieverschiebung der Lumineszenzlinien der exzitonischen Rekombination der leichten und schweren Löcher [schr99b]. An den mittels PL untersuchten ZnSe-Schichten wurden zur mikroskopischen Charakterisierung KL-Messungen durchgeführt.

9.6.2 KL-Messungen zur Spannungsrelaxation von ZnSe/GaAs(001)-Schichten

Das Ergebnis der REM-KL Untersuchungen ist in Abb. 9.3 wiedergegeben. Es zeigt die Entstehung einer kristallografisch determinierten Anpassversetzungsanordnung [pic99], durch die der relativ geringe Unterschied in den Gitterkonstanten der Schicht und des Substrates von nur $-2,7 \times 10^{-3}$ kompensiert wird.

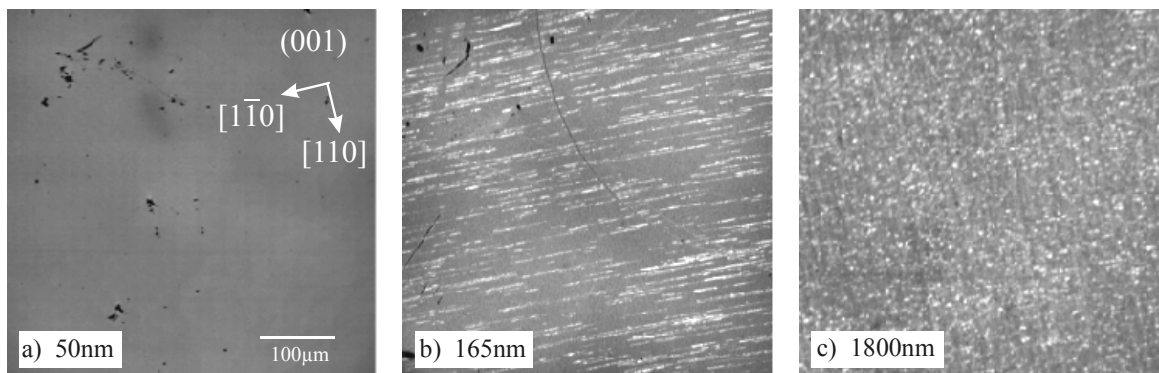


Abb. 9.3 Panchromatisch KL-Bilder von ZnSe/GaAs-Heteroepitaxieschichten unterschiedlicher Schichtdicke von 50nm (a), 165nm (b) und 1800nm (c).

Bei Schichtdicken unterhalb 130nm (\rightarrow kritische Schichtdicke) lässt sich keine Anpassversetzungsanordnung nachweisen (Abb. 9.3.a). Das Schichtwachstum erfolgt bis hierher noch pseudomorph. Die elastische Verspannung ist nahe der kritischen Schichtdicke am größten.

Die in Abb. 9.3.b) auftretenden KL-Hellkontraste (\rightarrow Y-Lumineszenz) in den Schichten oberhalb 130nm bilden Se(g)-Versetzungen ab. Das Fehlen von KL-Dunkelkontrasten, wie sie für Zn(g)-Versetzungen erwartet werden, korreliert mit einer anisotropen Spannungsrelaxation ausschließlich durch die Se(g)-Misfitversetzungen [bro89, schr99b]. Das Zn(g)-Versetzungssystem wird offensichtlich erst in Schichten dicker als 300nm ausgebildet (Abb. 9.3.c). Die Anisotropie in der Verspannung nimmt dann deutlich ab. Weitergehende Betrachtungen sind in [schr99a, hil00] zu finden.

9.6.3 Versetzungsbewegung in Heteroepitaxieschichten

Mögliche Nukleationsmechanismen von Misfitversetzungen in heteroepitaktischen Schichten sind in [vdo99] gegeben. In [sta00] ist eine gute Beschreibung der Prozesse der Interaktion von Versetzungen in heteroepitaktischen Schichten zu finden.

Versetzungen sind Quellen interner Spannungen. Größe und Richtung werden durch den Burgersvektor bestimmt. Eine einfache Beschreibung der Wechselwirkungskraft zweier Versetzungen ist durch die Peach-Köhler-Fraft [pea50]

$$F_{ij} = k \cdot \frac{\underline{b}_i \cdot \underline{b}_j}{r} \quad (9.6)$$

gegeben. Hier sind die $\underline{b}_{i,j}$ die Burgersvektoren, r ist der Abstand der Versetzungen und k ist eine Konstante, die die elastischen Parameter der speziellen Geometrie enthält. Verallgemeinerungen, die zu wesentlich komplizierteren Ausdrücken für die Wechselwirkung von Versetzungen führen, sind in [hir82] zu finden. Die Bewegung einzelner Versetzungen ist durch die in der Schicht vorhandene Verspannung bestimmt [dod87]. Die Verspannung σ_{ex} ergibt sich aus der Differenz von der Verspannung aufgrund des Gittermisfits σ_a und der Verspannung aufgrund der Selbstenergie pro Länge der Versetzung σ_T :

$$\sigma_{ex} = \sigma_a - \sigma_T \quad (9.7)$$

Die Verspannung kann in folgender Weise geschrieben werden [sta00]:

$$\sigma_{ex} = 2\mu S \varepsilon \frac{1+\nu}{1-\nu} - \frac{\mu b \cos \phi (1-\nu \cos^2 \theta)}{4\pi h (1-\nu)} \ln \left(\frac{\alpha h}{b} \right) \quad (9.8)$$

Hier sind μ bzw. ν Schermodul und Poisson-Zahl der Schicht, ε ist der Misfit, b ist der Betrag des Burgersvektors, h ist die Schichtdicke, α ist ein Versetzungskern-Energie-Parameter (1...4), S ist der Schmidfaktor, ϕ ist der Winkel zwischen Gleitebene und Interface und θ ist der Winkel zwischen Versetzungslinie und Burgersvektor (entspr. Versetzungstyp).

Die Versetzungsgeschwindigkeit ergibt sich zu:

$$v = v_0 \sigma_{ex}^m \cdot e^{-E_A/kT} \quad (9.9)$$

9.7 KL-Messserien

Im folgenden werden komplette Messserien zur Defektverteilung nach Nano- bzw. Mikroindenterung dargestellt. Sie vervollständigen die in den vorangegangenen Kapiteln aufgeführten Messergebnisse.

Der erste Teil besteht aus den Messungen zur Versetzungskonfiguration nach Mikroindenterung niedrigindizierter Oberflächen von CdTe. Besonderes Augenmerk liegt dabei auf der Analyse der Volumengleitsysteme. Durch kontrollierte Abtragsätze wurden die Defektanordnungen in der Tiefe zugänglich gemacht. Vorliegende Messserien zeigen Defektkonfigurationen an identischen Mikrohärteneindrücken. Das in Kapitel 2.3 entwickelte Gleitprismenmodell wird in vollem Umfang für die $\pm(111)$ - (Abb. 9.4, Abb. 9.5) und (110) -Oberflächen (Abb. 9.6) bestätigt.

Des Weiteren werden Messungen vorgestellt, die Versetzungskonfigurationen der Oberflächengleitung in Abhängigkeit zur Indenterlast zeigen. Eine ausgedehnte Versetzungsrosette kann nach Indenterung mit Lasten von 0,1mN noch nicht festgestellt werden. Punktförmige Dunkelkontraste sind vereinzelt zu finden. Die Defektkonfigurationen nach Indenterung mit Lasten von 1mN, 10mN und 100mN geben einen sehr guten Eindruck von der fortschreitenden Ausbreitung der Versetzungsschleifen. Indentereindrücke niedriger Lasten zeigen oberflächenparallele Versetzungsschleifen, diese sind an Indentereindrücken höherer Lasten nicht registrierbar, da hier die Schleifen zu tief unterhalb der Oberfläche liegen.

Als weiterer Aspekt der lastabhängigen Untersuchungen ergab sich die Frage, ob die Indenterform einen Einfluss auf die zu erwartende Defektanordnung hat. Ergibt sich ein von der Radialsymmetrie abweichendes Verspannungsfeld um den Indenter, so ist ebenfalls eine Asymmetrie in der Größe der Rosettenarme zu erwarten. Die in Abb. 9.7 vorgestellte Messung bestätigt in hervorragender Weise diese Vermutung. Die Benutzung eines Berkovich-Indenters (dreizählige Symmetrie in Übereinstimmung mit der Symmetrie der (111) -Probenoberfläche) zeigt eindeutig, dass die Kristallrichtungen, die in Richtung der Flächennormalen des Indenters weisen, ein höheres Spannungsfeld erfahren, die Gleitung in diese Richtungen ist weiter ausgedehnt. Eine Asymmetrie kann bei der Benutzung eines Vickers-Indenters (Abb. 9.8) für die (111) -Probenorientierung nicht festgestellt werden.

Abb. 9.9 zeigt abschließend noch lastabhängige Untersuchungen mit Berkovich-Indenter an einer (110) -Spaltfläche. Hier ist zu erwähnen, dass bei Indenterungen geringer Last die Volumengleitung in die $(\pm 10\bar{1})$ - und $(0\pm 1\bar{1})$ -Richtungen anhand auftretender Hell- und Dunkelkontraste von polaren 60° -Versetzungsegmenten zu identifizieren ist, während bei hoher Last (100mN) nur Dunkelkontraste von Schraubenversetzungssegmenten zu sehen sind.

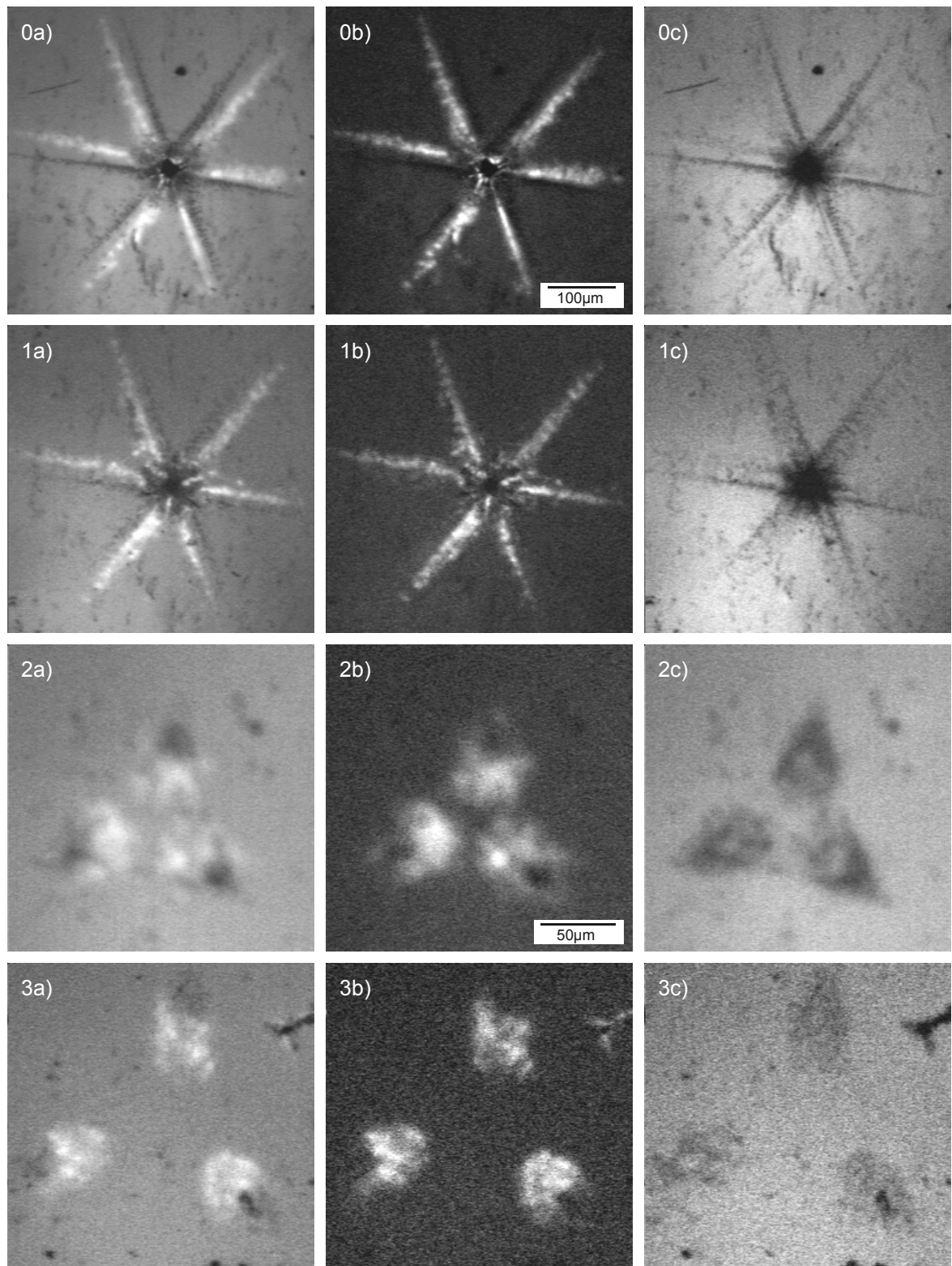


Abb. 9.4 Tiefenabhängige Untersuchung der Tangential- und Volumengleitung nach Indentierung auf einer (111)Cd-Oberfläche von CdTe. Dargestellt sind die panchromatischen KL-Bilder (a) sowie die Lang- (b) und Kurzpassbilder (c). (0) bezeichnet die KL-Bilder vor dem Abtrag, (1), (2) und (3) entsprechend nach einem Abtrag von etwa $8\mu\text{m}$, $28\mu\text{m}$ und $40\mu\text{m}$ (72K, Last: 200mN).

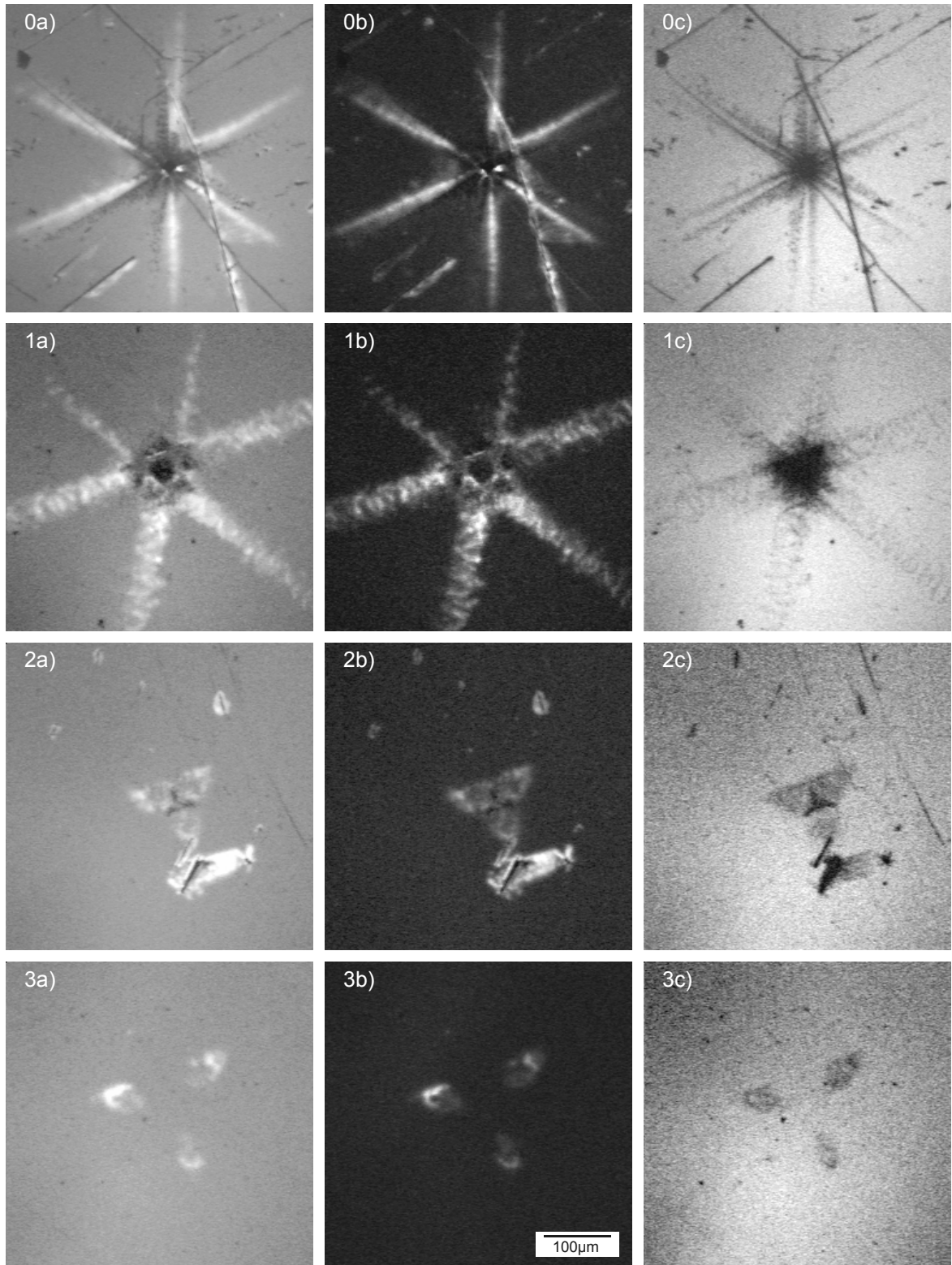


Abb. 9.5 Tiefenabhängige Untersuchung der Tangential- und Volumengleitung nach Indentierung auf einer $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})\text{Te}$ -Oberfläche von CdTe. Dargestellt sind die panchromatischen KL-Bilder (a) sowie Lang- (b) und Kurzpassbilder (c). (0) bezeichnet die KL-Bilder vor dem Abtrag, (1), (2) und (3) entsprechend nach einem Abtrag von etwa $6\mu\text{m}$, $20\mu\text{m}$ und $40\mu\text{m}$. (72K, Last: 100mN)

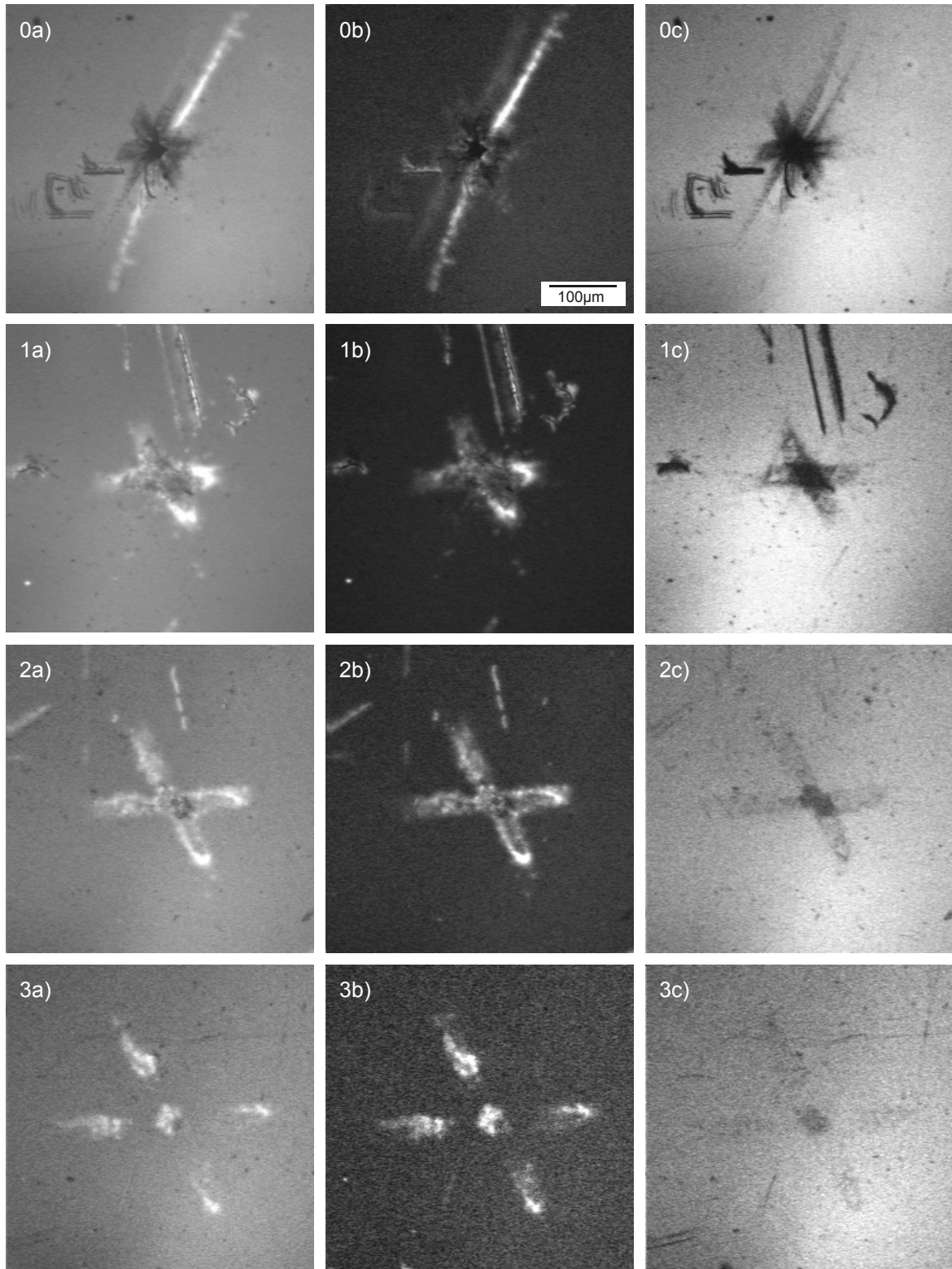


Abb. 9.6 Tiefenabhängige Untersuchung der Tangential- und Volumengleitung nach Indentierung auf einer (110) Oberfläche von CdTe. Dargestellt sind die panchromatischen KL-Bilder (a) sowie Lang- (b) und Kurzpassbilder (c). (0) bezeichnet die KL-Bilder vor dem Abtrag, (1), (2) und (3) entsprechend nach einem Abtrag von etwa $6\mu\text{m}$, $20\mu\text{m}$ und $32\mu\text{m}$ (72K, Last: 200mN).

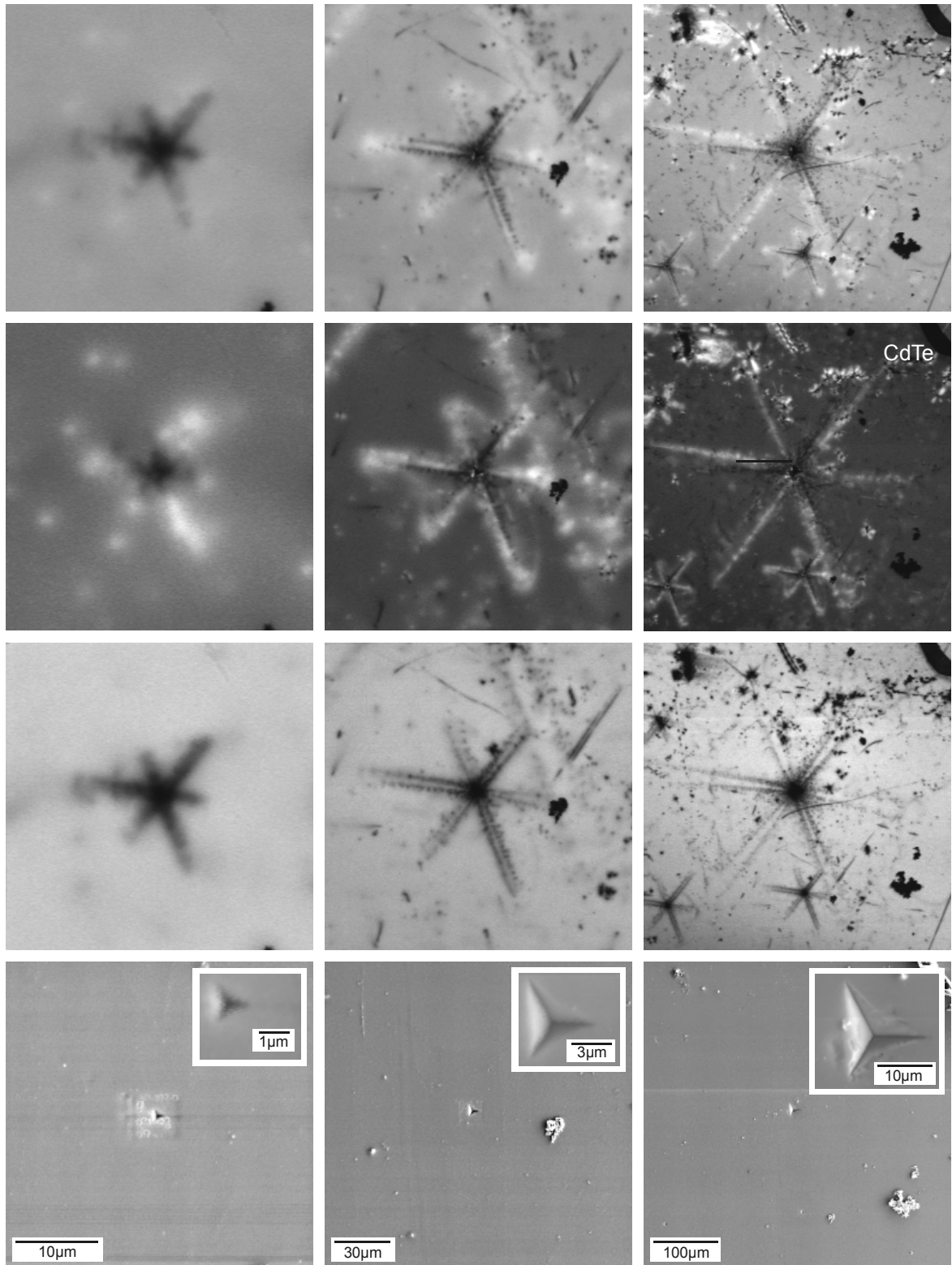


Abb. 9.7 Lastabhängigkeit von 1mN (links), 10mN (Mitte) und 100mN (rechts) der Rosettenstruktur der Tangentialleitung nach Indentierung mit einem Berkovich-Indenter einer (111)-Oberfläche von CdTe. Dargestellt sind jeweils von oben nach unten: Panchromatische KL-Abbildung, Defektlumineszenzbild, Matrixlumineszenzbild und SE-Bild.

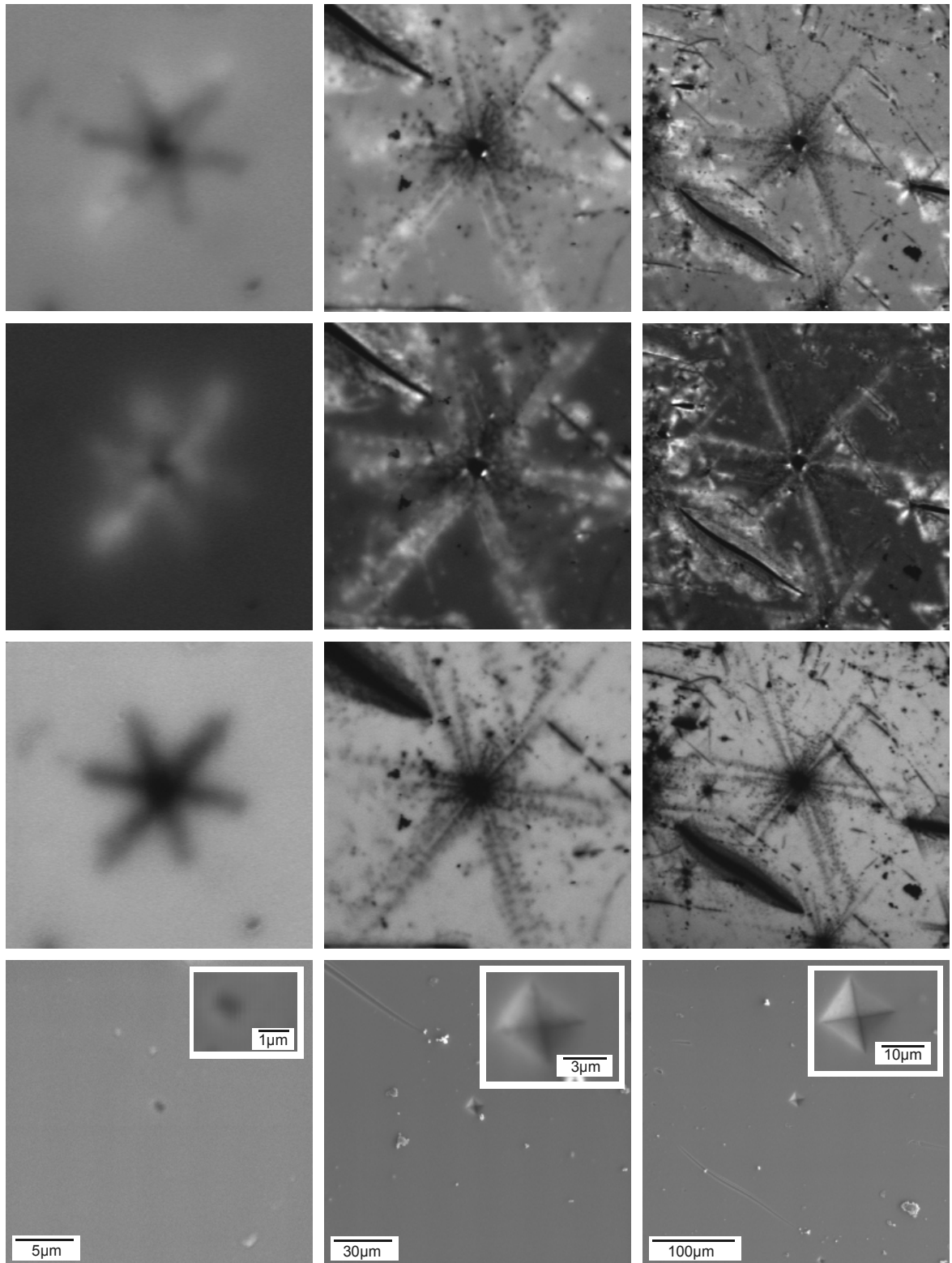


Abb. 9.8 Lastabhängigkeit von 1mN (links), 10mN (Mitte) und 100mN (rechts) der Rosettenstruktur der Tangentialgleitung nach der Indentierung mit einem Vickers-Indenter einer (111)-Oberfläche von CdTe. Dargestellt sind jeweils von oben nach unten: Panchromatische KL-Abbildung, Defektlumineszenzbild, Matrixlumineszenzbild und SE-Bild.

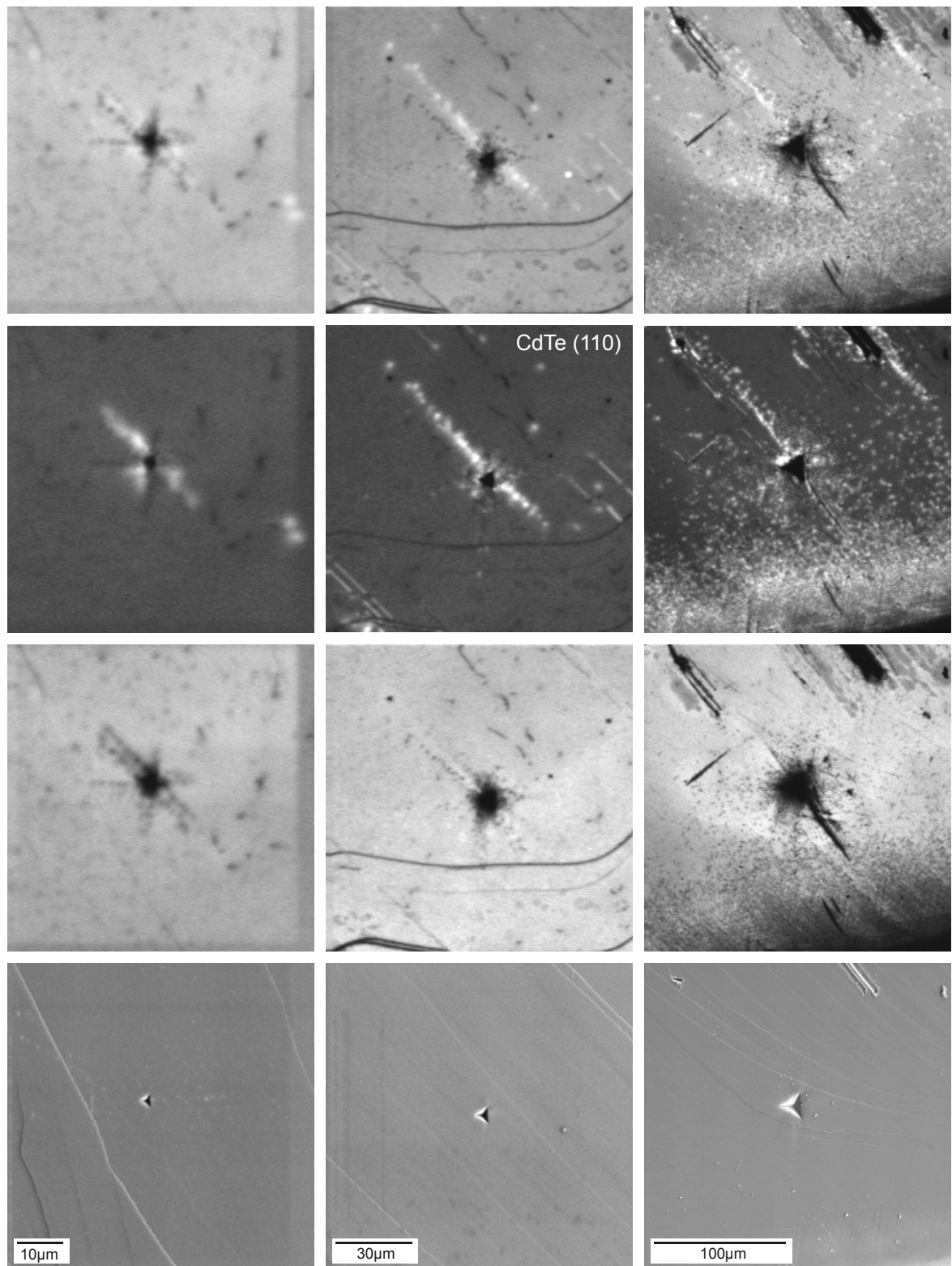


Abb. 9.9 Lastabhängigkeit von 1mN (links), 10mN (Mitte) und 100mN (rechts) der Rosettenstruktur der Tangentialgleitung nach Indentierung einer (110)-Oberfläche von CdTe mit einem Berkovich-Indenter. Dargestellt sind jeweils von oben nach unten: Panchromatische KL-Abbildung, Defektlumineszenzbild, Matrixlumineszenzbild und SE-Bild.

9.8 Weitere Messungen

9.8.1 μ -PL an Defektstrukturen in CdTe-Oberflächen

Durch Mikrophotolumineszenz-Untersuchungen (μ -PL, durchgeführt am Paul-Drude-Institut Berlin / Dr. M. Ramsteiner) konnte eine Verbindung zwischen hoher spektraler und hoher lokaler Auflösung erreicht werden. Die Suche geeigneter Probenstellen erwies sich bei diesen Untersuchungen jedoch als schwierig. So konnten an Indentereindrücken keine gezielten Untersuchungen in Form von Linienscans über ausgewählte Rosettenarme ausgeführt werden. Deshalb wurde die μ -PL-Untersuchung an einem längeren Kratzer durchgeführt.

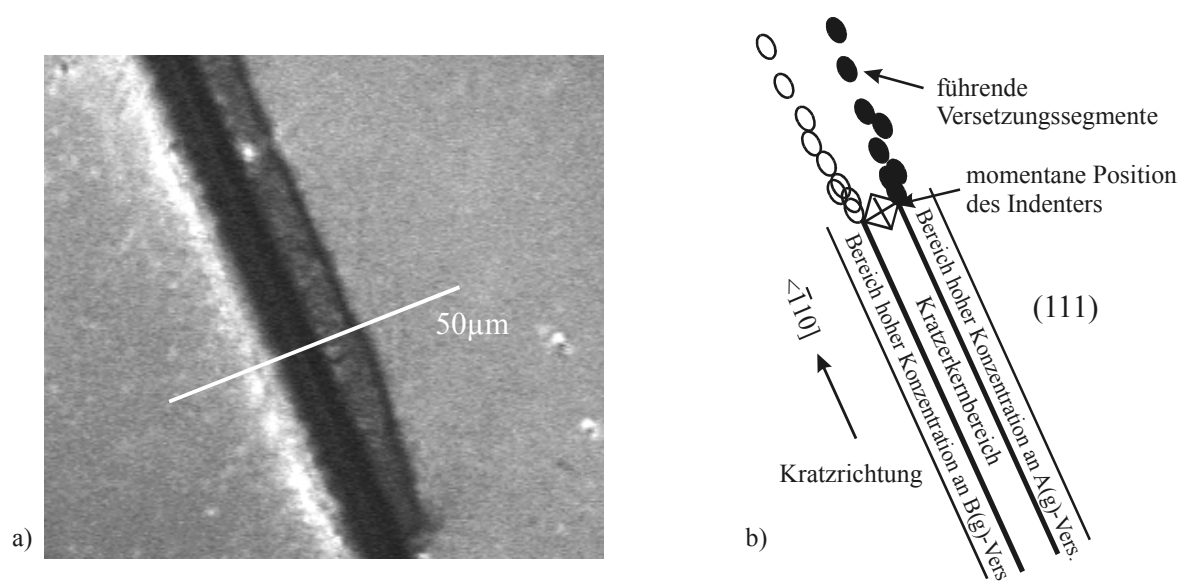


Abb. 9.10 Panchromatische KL-Abbildung eines Kratzers auf einer (111)-Oberfläche (a). Zu sehen ist die asymmetrische Verteilung der Defektlumineszenz. Der Linienscan der μ -PL-Messung führt entsprechend der Markierung über die Probe. In (b) ist die asymmetrische Defektverteilung nach Einbringen eines Kratzers skizziert.

Aus den KL-Abbildungen (vgl. Abb. 9.10.a) war bekannt, dass eine asymmetrische Verteilung der Defektlumineszenz am Kratzer auftritt. Dies kann anhand der μ -PL-Messung bestätigt werden. In der Skizze in Abb. 9.10.b) ist die erwartete Defektverteilung verdeutlicht. Aufgrund der geringen Lasten beim Kratzen tritt ein ausgedehntes Gleiten in die $[\bar{1}01]$ - und $[01\bar{1}]$ -Richtungen nur am Beginn auf. Danach wird die Defektkonfiguration durch die in Kratzrichtung vorangetriebenen Versetzungssegmente bestimmt. Ihre Dichte ist in den Deformationsrandgebieten noch relativ hoch.

Der spektral aufgelöste Linienscan der μ -PL-Messung ist in Abb. 9.11 wiedergegeben. Er zeigt die in der Richtung des Linienscans variierende Spektralverteilung der Emission. Die Grauskalencodierung folgt einer logarithmischen Intensitätsskalierung.

Bei der Scanposition von etwa „30µm“ befindet sich das Kerngebiet des Kratzers, was durch das Minimum des $(A^0_{Cu,X})$ -Peaks bei 780nm deutlich wird. Gefolgt wird dieser Peak im Niederenergetischen von einem bisher nicht identifizierten Peak (786nm) und dem

ILO(A^0_{Cu}, X)-Übergang. Bei etwa 800nm ist ein breiter Peak zu sehen, der sich aus dem (e, A^0)- und (D^0, A^0)-Übergang zusammensetzt.

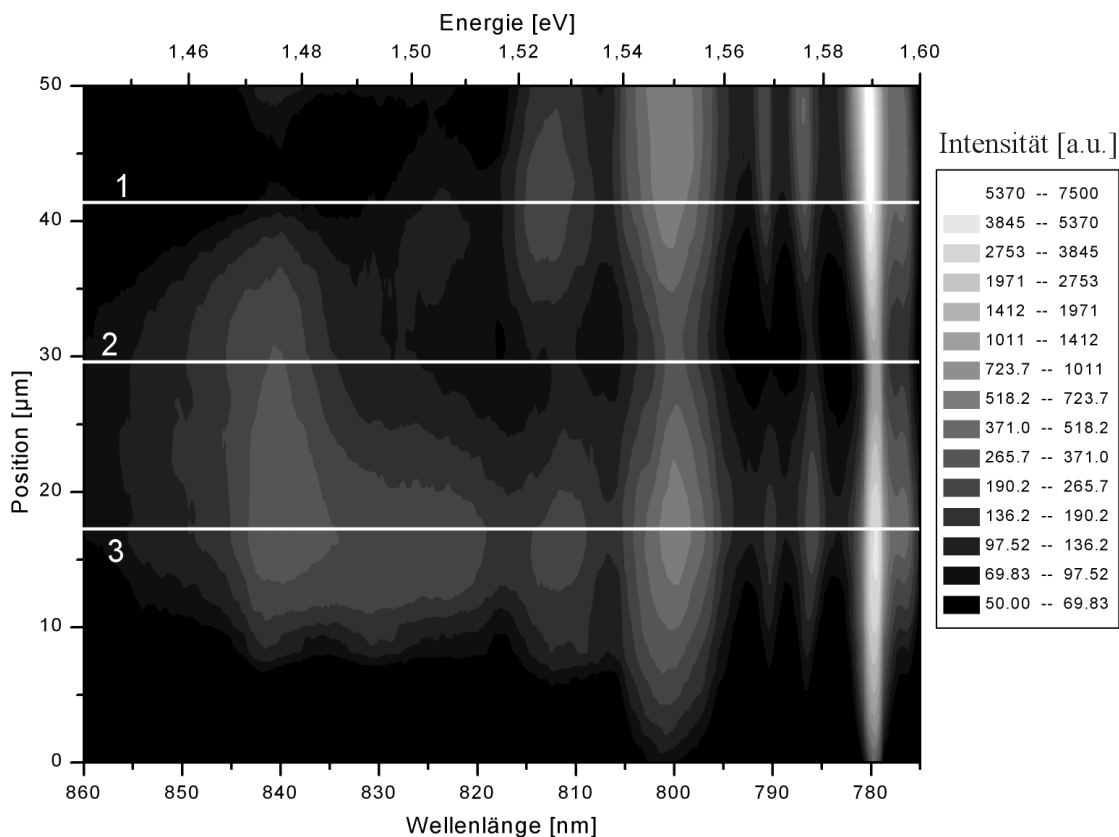


Abb. 9.11 μ -PL-Linienscan über den Kratzer auf einer CdTe(111)-Oberfläche. Gekennzeichnete Spektren sind in Abb. 9.12 dargestellt.

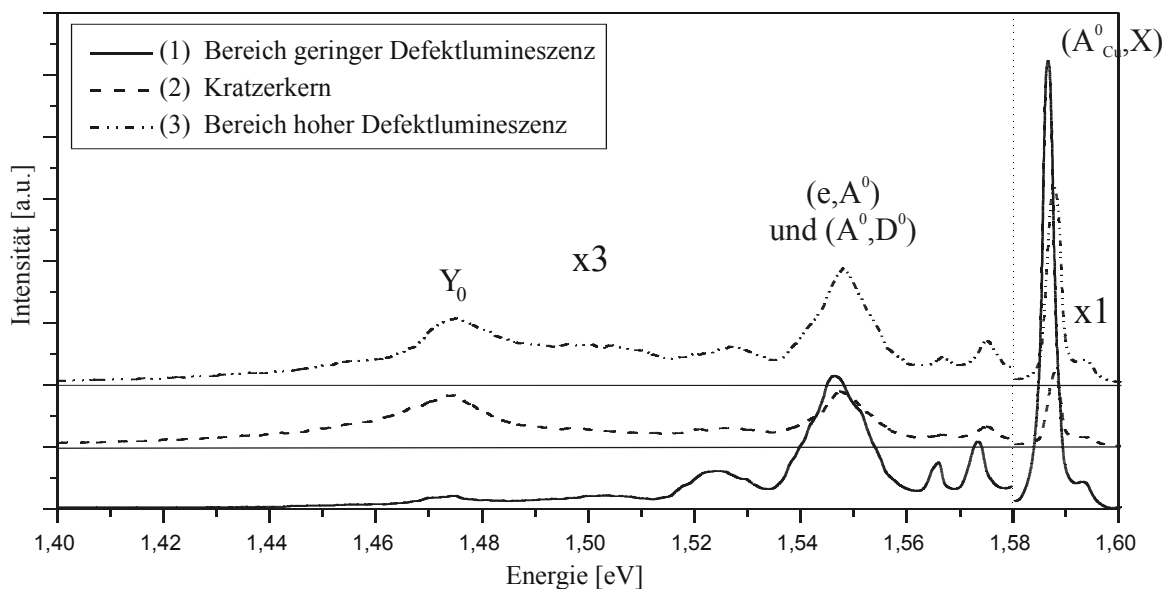


Abb. 9.12 μ -PL-Spektren aus Abb. 9.11.

Bei 840nm befindet sich der Hauptpeak der Y-Lumineszenz. Zu erkennen ist, dass diese bevorzugt auf der unteren Seite des Kratzers auftritt. Bei der Scanposition „15 μm “ ist die größte Dichte an Te(g)-Versetzungen zu vermuten. Die Emission der Y-Lumineszenz nimmt zum Kratzer hin ab und ist auf der oberen Seite nur noch schwach vorhanden. Ebenfalls

festzustellen ist, dass an der Stelle maximaler Y-Intensität diese eine höherenergetische Schulter hat, die in der Y-Spektrenstruktur, gemessen an der Position des Kratzerkerns, nicht vorkommt. Diese höherenergetische Schulter kann bisher nicht zugeordnet werden.

Verifiziert werden können die Aussagen anhand der aus der Messung entnommenen Spektren. In Abb. 9.12 sind drei charakteristische Spektren im Vergleich dargestellt. Ebenfalls erkennbar ist eine Verschiebung der gesamten exzitonischen Spektrenstruktur im Bereich des Kratzers. Dies deutet auf ein Vorhandensein von Restverspannungen hin. Deshalb wurden zusätzliche μ -PL Untersuchungen mit höherer spektraler Auflösung im exzitonischen Bereich durchgeführt. Diese ermöglichen eine Identifizierung der (A^0, X) -Peaks. Da sich das Peakhöhenverhältnis zwischen (A^0_{Cu}, X) und (A^0_{Li}, X) ändert, kann auf eine Diffusion von Punktdefekten im Defektbereich geschlossen werden. Es ist bisher jedoch nicht klar, ob sich vorliegende Daten zuverlässig auswerten lassen.

9.8.2 TEM-Untersuchung an einem Mikrohärtteeindruck auf (001)GaAs

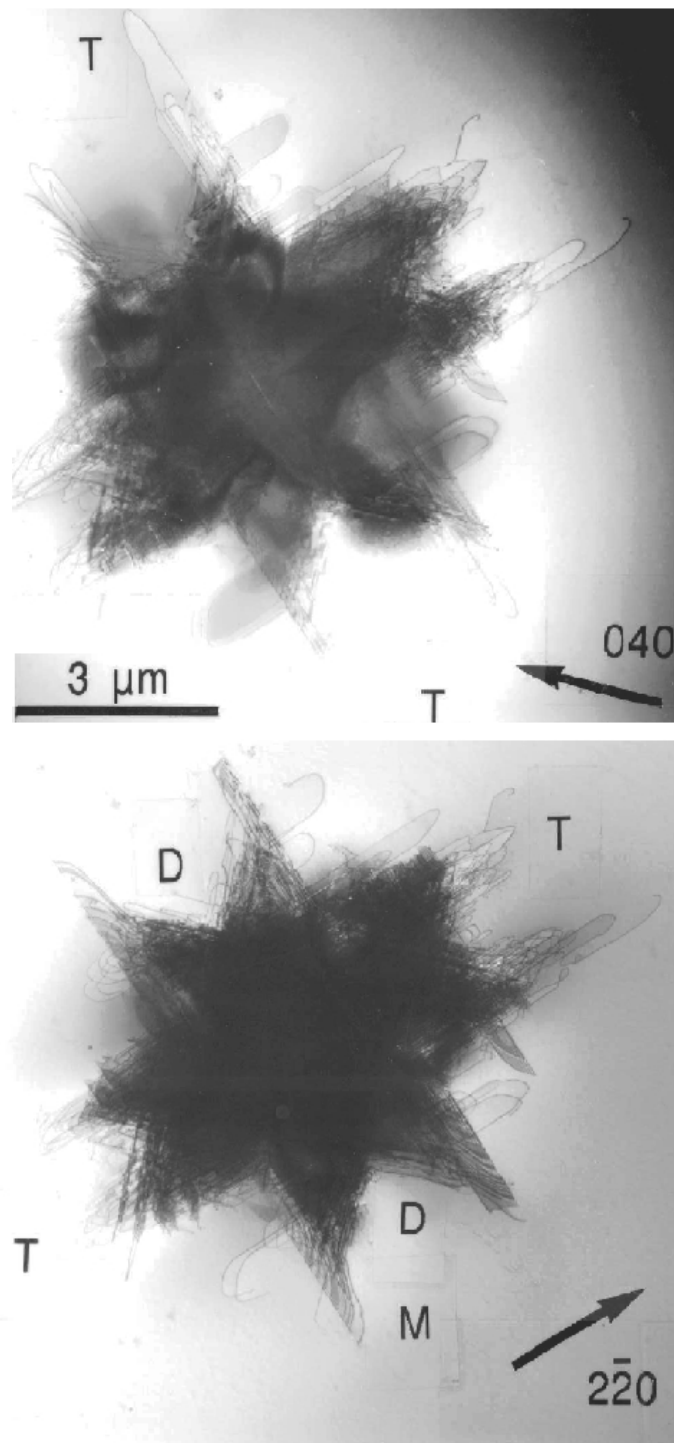


Abb. 9.13 Hochspannungs-Zweistrahl-TEM-Hellfeldabbildungen des plastizierten Bereiches um einen Mikrohärtteeindrucks auf (001)GaAs für $g=(040)$ (oben) und $g=(2\bar{2}0)$ (unten). T-vollständige Versetzungen der Tangentialgleitung, M-Mikrozwillinge, D-Versetzungen auf tetraedrischen Gleitebenen. Die Versetzungen T parallel zu $[110]$ (unteres Bild) sind im oberen Bild kontrastlos. Die Ergebnisse sind [Kou00] entnommen. Die Messung repräsentiert in hervorragender Weise die vollständige Ausbildung einer Versetzungsstruktur nach Mikrodeformation sowohl in tangentialer als auch tetraedrischer Gleitung.

Danksagung

Ich möchte mich bei allen, die zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben, herzlich bedanken. Mein besonderer Dank gilt dabei

Herrn Prof. Dr. G. Dräger für die Bereitstellung der interessanten Thematik

Herrn Dr. J. Schreiber für die Betreuung dieser Arbeit und die vielen konstruktiven Diskussionen und Anregungen

den Mitwirkenden des Graduiertenkollegs 415 „Defektstrukturbestimmte physikalische Eigenschaften“, speziell Herrn Prof. Dr. H.-R. Höche für die Förderung dieser Arbeit in den letzten Monaten, den Herren U. Hilpert, N. Engler und Dr. H. S. Leipner für die konstruktive Zusammenarbeit sowie den Herren D. Lorenz und A. Zeckzer für die Untersuchungen zur Nanoindentierung.

Herrn H. Mähl für die intensive Betreuung bei den Untersuchungen im REM-Labor und die Unterstützung beim Ausbau der experimentellen Technik

Herrn Dr. M. Ramsteiner für die Durchführung der μ -PL Messungen

den Mitarbeitern der Fachgruppe Experimentelle Physik V, die in den letzten Jahren die erfolgreiche Arbeit mitgestaltet haben, insbesondere den Herren C. Klose und F. Halbig, die beim Zähmen der Computertechnik wesentlichen Anteil hatten, und Herrn L. Long, der in der entscheidenden Phase der Arbeit viele neue Gedanken einbrachte

den mechanischen und elektronischen Werkstätten, insbesondere Herrn A. Müller, der massgeblichen Anteil an der Etablierung der KL-Technik hat, der Fa. POINT Electronic, die das dynamische Bildaufnahmesystem WinDISS entwickelten

meiner Familie, insbesondere meiner Verlobten Susan Wallinger, die die vielen abendlichen Stunden am Computer erdulden mussten.

Angaben zur Person und zum Bildungsgang

Name: Höring
Vorname: Lutz
Anschrift: Geiststrasse 51
06108 Halle (Saale)
Geburtsdatum: 24. Januar 1972 in Halle (Saale)
Familienstand: ledig
Kinder: Lukas Wallinger, geb. 26. Juni 1999 in Halle (Saale)
Staatsangehörigkeit: BR Deutschland

Schulbildung:

09/78 - 07/88 Allgemeinbildende Polytechnische Oberschule „Clara-Zetkin“ Halle-Neustadt, Abschluss: 10. Klasse mit Prädikat "Auszeichnung"
09/88 - 07/90 Spezialklassen für Mathematik und Physik der Sektion Mathematik der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg, Abschluss: Abitur mit Prädikat „sehr gut“

Wehrdienst:

09/90 - 08/91

Studium:

09/91 - 08/97 Studium der Fachrichtung Physik an der Martin-Luther- Universität Halle-Wittenberg, Abschluss: Diplom mit Prädikat „sehr gut“
09/94 – 03/95 Studienaufenthalt an der „University of Manchester - Institute of Science and Technology“, Manchester, United Kingdom
seit 08/97 Promotionsstudium an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg

Halle (Saale), den 31. 05. 2001

Eidesstattliche Erklärung

Ich versichere, daß ich die vorliegende Arbeit selbständig und nur unter Verwendung der angegebenen Quellen und Hilfsmittel angefertigt habe. Alle Ausführungen, die wörtlich oder sinngemäß übernommen wurden, sind als solche gekennzeichnet.

Diese Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in dieser oder ähnlicher Form in einem Prüfungsverfahren vorgelegt.

Halle, den 31. 05. 2001

Lutz Höring