

Untersuchung des Einflusses der Wachstumsparameter der metallorganischen Gasphasenepitaxie auf das Relaxationsverhalten von GaAs/In_xGa_{1-x}As/GaAs-Quantengraben

Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Naturwissenschaften
(Dr. rer. nat.)
in der Wissenschaftsdisziplin Festkörperphysik

eingereicht an der
Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Universität Potsdam

von
Ute Zeimer

Potsdam, im Februar 1998

Inhaltsverzeichnis

1.	Einleitung	1
2.	Stand der Forschung	2
3.	Züchtungsverfahren und Analysemethoden	10
3.1	Metallorganische Gasphasenepitaxie (MOVPE)	10
3.2	Hochauflösende Röntgenbeugung (HRXRD)	11
3.3	Methoden zur Bestimmung der Defektstruktur	14
3.2.1	Kathodolumineszenz (KL)	14
3.2.2	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	15
3.3	Elektronenstrahlmikroanalyse zur Bestimmung der Zusammensetzung (ESMA)	16
3.4	Photolumineszenz (PL)	17
3.5	Methoden zur Bestimmung von Grenzflächenübergangsschichten	22
3.5.1	Auger-Elektronenspektroskopie (AES)	22
3.5.2	Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (GID)	23
4.	Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben	25
4.1	Bestimmung der Zusammensetzung x und der Schichtdicke d mittels HRXRD	25
4.1.1	Theoretische Grundlagen	25
4.1.2	Bestimmung der strukturellen Parameter aus visuellem Vergleich	28
4.1.3	Methode der kleinsten Quadrate zur Bestimmung von d und x	34
4.2	Untersuchung von Grenzflächenübergangsschichten mit HRXRD und AES	42

4.3	Bestimmung der Form des Quantengrabens aus vergleichenden Untersuchungen mit HRXRD, GID und PL	47
4.4	Zusammenfassung	53
5.	Relaxationsprozesse bei moderater In-Konzentration ($x < 0.2$)	54
5.1	Zusammenhang zwischen InGaAs-Schichtdicke, Zusammensetzung und Relaxation bei konstanter Züchtungstemperatur	54
5.1.1	Modellvorstellungen	54
5.1.2	Untersuchung der kritischen Schichtdicke in Abhängigkeit von den strukturellen Parametern des Quantengrabens	56
5.1.3	Untersuchung des Relaxationsgrades mit HRXRD	63
5.2	Relaxation in Abhängigkeit von der Züchtungstemperatur	73
5.2.1	Untersuchung der Defektstruktur	73
5.2.2	Ursachen der Temperaturabhängigkeit der Versetzungsdichte	78
5.2.3	Temperaturabhängigkeit der kritischen Schichtdicke	82
5.2.4	Untersuchung der Kristallqualität in Abhängigkeit von der Züchtungstemperatur	86
6.	Relaxation bei hoher Indium-Konzentration in der Gasphase	87
6.1	Übergangsbereich von moderaten zu hohen Indium-Konzentrationen in der Gasphase und ihre Auswirkung auf die Defektstruktur	92
6.2	Abhängigkeit der Relaxation von der Gasphasenzusammensetzung	102
6.2.1	Abhängigkeit der Defektbildung vom In/Ga-Verhältnis in der Gasphase	102
6.2.2	Bestimmung der strukturellen Parameter mit HRXRD und Vergleich zur PL	104
6.2.3	Sekundärionenmassenspektroskopie (SIMS)	107

6.2.4	Einfluss der mechanischen Verspannung auf den Indium-Einbau	109
6.2.5	Modell für den Indium-Einbau in den Festkörper bei hohem Indium-Angebot in der Gasphase	113
7.	Zusammenfassung	117
8.	Literaturverzeichnis	121
9.	Verzeichnis einiger häufig verwendeter Symbole und Abkürzungen	126
10.	Danksagung	127

1. Einleitung

$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben finden bei der Herstellung von Halbleiterlasern für den nahen Infrarotbereich ($\lambda \approx 1\mu\text{m}$) wegen der Möglichkeit, die gewünschte Emissionswellenlänge gezielt einstellen zu können, weitverbreitete Anwendung. Insbesondere werden solche Laser als Pumpquellen für optische Faserverstärker genutzt, wobei optische Ausgangsleistungen des Pumplasers im Bereich $> 200\text{ mW}$ im Monomode-Betrieb gefordert werden. Anwendung finden $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Laser mit einer Wellenlänge von 1060 nm auch zur Abstands- und Längenmessung (Laserradar). Für diese Anwendungen werden Laser-Lebensdauern von mehr als 10^4 Stunden erwartet. Um eine solche Langzeitstabilität des Bauelements zu gewährleisten, ist eine besonders hohe kristalline Perfektion des Halbleitermaterials erforderlich. Das bedeutet, dass keine Kristallbaufehler wie Versetzungen oder Punktdefektansammlungen, die zum Ausgangspunkt für Degradationsprozesse werden können, im Bauelement vorhanden sein dürfen.

Die gewünschten optischen Eigenschaften lassen sich durch Variation der Schichtdicke und der Zusammensetzung des Quantengrabens einstellen. Da jedoch $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ je nach eingebauter Indium-Konzentration eine größere Gitterkonstante als das als Substrat verwendete GaAs aufweist, kommt es beim Aufwachsen zu mechanischen Verspannungen in der Schicht. Erreicht die dabei akkumulierte elastische Energie den zur Versetzungsbildung erforderlichen Wert, kommt es zur plastischen Verformung, das heißt zur Relaxation der Schicht. Will man Emissionswellenlängen $> 1\mu\text{m}$ erreichen, ist es erforderlich, einen hohen Indium-Anteil ($x > 0.3$) in die Schicht einzubauen, was zu einer hohen Verspannung führt. Deshalb ist die Untersuchung der Bedingungen des Einsetzens der Relaxation für Laserbauelemente von besonderer Bedeutung.

Ein weiteres Anwendungsgebiet verspannter $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben ist die Herstellung von pseudomorphen High-Electron-Mobility-Transistoren (HEMTs), bei denen die Höhe des Bandkantensprunges durch die Variation der Dicke und der Zusammensetzung der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht definiert werden kann. Auch hier werden hohe Anforderungen an die Perfektion der Schicht gestellt, weil das Bauelement beim Betrieb einer hohen Strombelastung ausgesetzt wird.

Zur Herstellung von hochreinen und perfekten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten werden Züchtungsverfahren wie die Molekularstrahlepitaxie (MBE) und die Abscheidung aus der Gasphase metallorganischer Verbindungen (MOVPE) genutzt. Letztgenanntes Verfahren bietet sich insbesondere für die industrielle Anwendung an, weil es die kostengünstigste Beschichtung von GaAs-Substraten mit bis zu 4 Zoll Durchmesser ermöglicht. Deshalb kommt der Optimierung des MOVPE-Züchtungsprozesses durch gezielte Beeinflussung der Züchtungsparameter eine besondere Bedeutung zu. Ziel dieser Arbeit ist es, den Einfluss einiger wichtiger Züchtungsparameter, wie der Abscheidungstemperatur und der Zusammensetzung der Gasphase, auf den Relaxationsprozess zu untersuchen und somit den Parameterraum für defektfreies MOVPE-Wachstum von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben mit möglichst langwelliger Emissionswellenlänge zu definieren.

2. Stand der Forschung

Ausgehend vom bereits 1949 von Frank und van der Merwe [1] entwickelten Konzept des pseudomorphen Wachstums war das Relaxationsverhalten von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten, die auf GaAs-Substrat aufgewachsen wurden, in den letzten Jahren Gegenstand zahlreicher Veröffentlichungen.

Pseudomorphes Wachstum einer Monolage eines Materials mit einer von der des verwendeten Substrates verschiedenen Gitterkonstanten findet dann statt, wenn sich die wachsende Schicht mit ihrer parallelen Gitterkonstanten a_{\parallel} an die Gitterkonstante des Substrates angleicht. Für Material mit kubischer Kristallsymmetrie, wie z. B. $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, wird dabei das ehemals kubische Gitter der Schicht tetragonal verspannt. Ist die Gitterfehlانpassung $\Delta a/a$ zwischen Schicht und Substrat $\geq 14\%$, wächst die Monolage mit ihrer natürlichen Gitterkonstanten auf. Die Gitterfehlانpassung relaxiert in diesem Fall über Anpassungsversetzungen und führt zur Ausbildung eines Versetzungsnetzwerkes an der Grenzfläche Schicht/Substrat. Je größer die Gitterfehlانpassung ist, desto geringer muss der Abstand s der Versetzungen sein (1).

$$s = b/(\Delta a/a), \quad (1)$$

b ist dabei der Betrag der Stufenkomponente des Burgers-Vektors der Anpassungsversetzung und $\Delta a/a$ die Gitterfehlانpassung.

2. Stand der Forschung

1974 entwickelten Matthews und Blakeslee eine allgemeine Theorie zur Beschreibung der Bedingungen für die Entstehung von Anpassungsversetzungen in verspannten Multischichten [2], deren Gitterkonstante unterschiedlich, die Dicken der die Multischicht bildenden Einzelschichten aber gleich sind. Sie gingen dabei von einem Gleichgewicht der auf eine durchgehende Versetzung wirkenden Kräfte aus, die zum Umbiegen dieser Versetzung und zur Ausbildung von zwei in den Grenzflächen zwischen den verschiedenen Materialien liegenden Anpassungsversetzungen führen. Sie definierten die kritische Dicke zur Bildung von Anpassungsversetzungen h_c als die Dicke, bei der die Kraft F_ε , die durch die Gitterfehlpassungsverzerrung ausgeübt wird (2), gleich dem Doppelten der Dehnung der Versetzungslinie F_l ist ($F_\varepsilon = 2F_l$). Da die Versetzungen, die zum Abbau der Spannungen führen können, üblicherweise 60° -Versetzen sind, gilt (3, 4).

$$F_\varepsilon = \frac{2G(1+\nu)}{(1-\nu)} \cdot b \cdot d \cdot \varepsilon \cdot \cos \lambda \quad (2)$$

G ist dabei der Schermodul der Schicht, ν die Poisson-Zahl, b die Komponente des Burgers-Vektors in der (001)-Ebene, d die Schichtdicke, ε die Verzerrung (strain) und $\cos \lambda = 1/2$.

$$F_l = \frac{Gb^2}{4\pi(1-\nu)} (1-\nu \cos^2 \alpha) \left(\ln \frac{d}{b} + 1 \right) \quad (3)$$

α ist der Winkel zwischen der Versetzungslinie und dem Burgers-Vektor (60°). Für die kritische Schichtdicke gilt dann

$$h_c = \frac{b}{2\pi f} \cdot \frac{(1-\nu \cos^2 \alpha)}{(1+\nu) \cos \lambda} \left(\ln \frac{h_c}{b} + 1 \right) , \quad (4)$$

wobei f die Gitterfehlpassung $\Delta a/a$ darstellt. Sind die Schichtdicken im Multischichtsystem gleich, verteilt sich die Verspannung auf beide Materialien gleich, so dass $\varepsilon_{\max} = f/2$ ist. Wenn dann $F_\varepsilon > 2F_l$ ist, kommt es zur Bewegung der durchgehenden Versetzung und zur Ausbildung von zwei oberhalb und unterhalb der verspannten Schicht liegenden Anpassungsversetzungen. Der in Gleichung (4) berech-

2. Stand der Forschung

nete Wert für die kritische Schichtdicke ist 4 mal größer als der für eine Einzelschicht auf einem Substrat /2/.

Matthews beschrieb auch einen anderen möglichen Entstehungsmechanismus von Anpassungsversetzungen, nämlich den über die Bildung von Versetzungshalbschleifen an der Probenoberfläche, die dann zur Grenzfläche gleiten können /3/. Ein solcher Oberflächenmechanismus muss zur Beschreibung der Anpassungsversetzungsbildung herangezogen werden, wenn das Substrat weitgehend versetzungsfrei ist. Die experimentelle Bestätigung für einen solchen Oberflächenmechanismus lieferten Petroff und Sauvage /4/. Matthews wies darauf hin, dass bei einer Relaxation über Versetzungsschleifen in jedem Fall die Aktivierungsenergie zur Ausbildung der Versetzungshalbschleife an der freien Oberfläche aufgebracht werden muss. Diese Energie ist bei höheren Züchtungstemperaturen schneller erreicht.

Fritz u. a. /5/ bestätigten die mit der Matthews/Blakeslee-Theorie vorhergesagten kritischen Dicken experimentell für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -Supergitter.

Das Modell von People und Bean /6/ geht von einer Balance der Grenzflächenenergie E_I (5) mit der Energie E_D , die zur Ausbildung einer Versetzung in der Tiefe h bezüglich einer freien Oberfläche aufgewendet werden muss (6, 7), aus.

$$E_I = 2G \frac{(1+\nu)}{(1-\nu)} \cdot h \cdot f^2 \quad (5)$$

$$E_D = \left(\frac{Gb^2}{8\pi\sqrt{2a_L}} \right) \ln\left(\frac{h}{b}\right) \quad (6)$$

a_L ist der Gitterparameter der freien Schicht. Somit ergibt sich für die kritische Schichtdicke

$$h_c = \frac{1}{16\pi\sqrt{2}} \cdot \frac{(1-\nu)}{(1+\nu)} \cdot \frac{b^2}{a_L} \left(\frac{1}{f^2} \ln\left(\frac{h_c}{b}\right) \right) \quad (7)$$

Die gefundene Abhängigkeit beschreibt das Verhalten von $\text{Ge}_x\text{Si}_{1-x}/\text{Si}$ -Heterostrukturen sehr gut. Grundmann u. a. /7/ zeigten jedoch, dass im Falle von $\text{GaAs}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -Doppelheterostrukturen die mit Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) und Kathodolumineszenz (KL) ermittelte kritische Dicke gut mit

2. Stand der Forschung

der Theorie von Matthews und Blakeslee übereinstimmt, während der aus dem Peo-ple-und-Bean-Modell berechnete Wert etwa um den Faktor 2 zu hoch lag.

Weiterhin wurde von ihnen festgestellt, dass eine Degradation der optischen Eigenschaften der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht in Bezug auf die Versetzungsbildung verzögert auftritt. Es muss also erst eine gewisse Dichte von Versetzungen vorliegen, bevor es zu einem Absinken der Photolumineszenz(PL)-Intensität und zum Ansteigen der Halbwertsbreite kommt. Allein aus dem Absinken der PL-Intensität bestimmte kritische Schichtdicken vermitteln einen zu hohen Wert und widerspiegeln den Sachverhalt nicht adäquat. Das ist einer der Gründe für die großen Abweichungen, die bei der experimentellen Bestimmung von kritischen Dicken in der Literatur zu finden sind.

So stellten z. B. Yoon u. a. /8/ mit PL eine um den Faktor 3 höhere kritische Schichtdicke fest als mit dem Matthews/Blakeslee-Modell vorhergesagt. Dagegen berichteten Reitmaier u. a. /9/, dass auch mit TEM bestimmte kritische Dicken im $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -System etwa um den Faktor 3 höher liegen können, als die mit dem Matthews/Blakeslee-Modell berechneten h_c . Sie führten die gefundene höhere kritische Dicke auf die verwendeten MBE-Wachstumsbedingungen, insbesondere auf die niedrige Abscheidungstemperatur ($T_G = 535^\circ\text{C}$) zurück. Die gefundenen Unterschiede basieren also nicht allein auf Differenzen in der Methodik der Bestimmung der kritischen Dicke, sondern können auch von den verwendeten Wachstumsbedingungen abhängig sein.

1987 wurde von Dodson und Tsao ein Modell zur Beschreibung der Relaxation unter Einbeziehung der Kinetik der Versetzungsentstehung und -bewegung vorgelegt /10/. Sie führten aus, dass die Gleitgeschwindigkeit v der Anpassungsversetzungen von der Temperatur und von der effektiven Spannung (stress) δ abhängt

$$v = B \cdot \delta_{\text{eff}} \exp\left(\frac{-E_A}{kT}\right), \quad (8)$$

wobei B eine Konstante, δ_{eff} die effektive mechanische Spannung, E_A eine Aktivierungsenergie (für SiGe/Si gleich 2.2 eV), k die Boltzmann-Konstante und T die Temperatur darstellen.

Sie leiteten unter Berücksichtigung der Bedingungen für die Versetzungsmultiplikation folgende Formel zur Beschreibung des Relaxationsgrades her:

$$\frac{d\gamma(t)}{dt} = C \cdot G^2 [f_0 - \gamma(t) - r(d)]^2 \gamma(t) \quad (9)$$

Dabei stellen t die Zeit, $\gamma(t)$ den zeitabhängigen Relaxationsgrad, G den Schermodul, f_0 die ursprüngliche Gitterfehlpassung und $r(d)$ die elastische Restverzerrung des Gitters bei bereits erfolgter Versetzungsbildung dar. C ist eine Konstante, die die Temperaturabhängigkeit der Versetzungsgleitgeschwindigkeit enthält.

Dodsén und Tsao beschreiben die Relaxation als einen Prozess, der in zwei Stufen abläuft. Die ersten Versetzungen bilden sich während des Wachstums der Schicht, wenn das thermodynamische Gleichgewicht erreicht wird (Matthews/Blakeslee-Modell). In diesem Stadium ist die effektive mechanische Spannung (stress) gering und die Versetzungsdichte steigt exponentiell mit der Zeit an. Daraus resultierend wird die effektive Spannung σ_{eff} abgebaut und es kommt zum Erliegen des Prozesses. Erst bei weiterer Erhöhung der effektiven Spannung, z. B. durch Erhöhung der Schichtdicke, kommt es zu einer vermehrten Versetzungsbildung. Sie definierten damit eine zweite kritische Dicke, die wesentlich höher als die Gleichgewichtsdicke (Matthews/Blakeslee-Dicke) sein kann.

Bei der Untersuchung der Relaxationsphänomene müssen also die äußeren Bedingungen des Wachstums, insbesondere die Temperatur, aber auch andere Abscheidungsbedingungen wie z. B. Flussraten oder Wachstumspausen an den Grenzflächen, d. h. die Wachstumskinetik insgesamt, berücksichtigt werden.

Whaley und Cohen /11/ fanden für MBE-gezüchtetes Material einen deutlichen Einfluss der Substrattemperatur auf die kritische Dicke, die aus der Änderung des Gitterparameters mit RHEED bestimmt wurde. Sie untersuchten den Temperaturbereich von 470 - 510°C und stellten fest, dass nur bei $T_G = 510^\circ\text{C}$ die gemessene kritische Dicke mit der aus dem Matthews/Blakeslee-Modell berechneten Dicke übereinstimmte. Je geringer die Züchtungstemperatur war, desto höher lag die kritische Dicke. Sie berichteten darüber hinaus über ein Umschlagen des Züchtungsmodus vom zwei- zum dreidimensionalen Wachstum bei Erhöhung der effektiven Spannung durch erhöhten Indium-Einbau. Dieser Umschlag des Wachstumsmodus wurde auch von Ballingall u. a. /12/ bei MBE-gezüchteten HEMT-Strukturen mit $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben gefunden. Sie stellten mittels TEM eine deutliche Aufrauung der Grenzflächen, aber keine Ausbildung von Anpassungsversetzungen bei hohen Indium-Konzentrationen fest.

2. Stand der Forschung

Dunstan u. a. /13/ wiesen darauf hin, dass der Zusammenhang zwischen der kritischen Schichtdicke und der Relaxation der Schicht in der Literatur unterschiedlich gedeutet wird. So ist nach ihrer Auffassung die Bildung von Anpassungsversetzungen allein noch kein ausreichendes Kriterium für eine Relaxation der Schicht, die sich in einer Änderung des Gitterparameters ausdrückt. Auch sie definierten eine zweite kritische Dicke t_c , die durch das Einsetzen langreichweitiger Relaxation der Schicht gekennzeichnet und mit einem plötzlichen Ansteigen der Versetzungsdichte verbunden ist. Diese zweite kritische Dicke ist indirekt proportional zur Verzerrung ε_0

$$t_c = \frac{K}{\varepsilon_0} \quad (10)$$

K ist dabei eine empirische Konstante, deren Betrag experimentell mit 0.8 nm bestimmt wurde und die im wesentlichen für alle III/V-Halbleitermaterialien gilt. Zwischen der Restverzerrung $\varepsilon(d)$ der Schicht und der Schichtdicke ($d > t_c$) wurde gefunden

$$\varepsilon(d) = \frac{K}{d} \quad (11).$$

Den Zustand einer $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht mit einer Dicke zwischen der ersten und zweiten kritischen Dicke bezeichneten sie als semikoherent. In ihrem Modell wurde allerdings kein Bezug auf die Züchtungsbedingungen genommen.

Die Situation erscheint noch komplizierter, wenn man berücksichtigt, dass die Versetzungsbildung nicht isotrop verlaufen muss. So beschrieben z. B. Grundmann u. a. /7/ eine Anisotropie der Versetzungsdichte bezüglich der beiden in der (001)-Ebene liegenden orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen. Bereits Abrahams u. a. /14/ fanden 1972 für Materialien der Zinkblendestruktur eine solche Anisotropie für 60° -Versetzen und begründeten sie mit der unterschiedlichen chemischen Struktur des Versetzungskerns. Sie wiesen darauf hin, dass unterschiedliche Gleitsysteme für die beiden Versetzungstypen vorliegen.

Von Maree u. a. /15/ wurde bemerkt, dass der Versetzungskern von 60° -Versetzen eine geringere Verzerrungsenergie als der von Stufenversetzungen beinhaltet. Diese beiden Versetzungstypen sind prinzipiell in der Lage, die Gitterfehlanspannungen an der (001)-Heterogrenzfläche abzubauen, während Schraubenversetzungen dafür nicht geeignet sind. Deshalb bilden sich in III-V-Halbleiterschichtsystemen bevorzugt 60° -Versetzen zum Abbau von

2. Stand der Forschung

Gitterfehlpassungs-Spannungen. Sie führten aus, dass die Bildung von Versetzungsschleifen bevorzugt an einer freien Oberfläche stattfindet, da die Bildung im Inneren des Kristalls, z. B. an der Grenzfläche, eine doppelt so hohe Energie erfordert. Nach Ihren Erkenntnissen liegen diese 60° -Versetzungen in der Gleit-Konfiguration vor und sind im Fall von kompressiven Spannungen in der Schicht, z.B. beim $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -System, nicht in die Shockley-Partial-versetzungen dissoziiert.

Von Grundmann u. a. /7/ wurde festgestellt, dass die Anpassungsversetzungen bevorzugt parallel zur $[110]$ -Richtung liegen, wenn eine (001) -orientierte Substrat-Oberfläche vorliegt. Ebenso beobachteten Hiesinger u. a. /16/ mittels KL die Versetzungen bevorzugt parallel $[110]$. Sie führten aus, dass es sich bei den bevorzugten Versetzungen um α -Versetzungen handelt. α -Versetzungen sind in der Gleit-Konfiguration am Versetzungskern mit As-Atomen besetzt und gleiten auf $\{111\}$ B-Flächen, während β -Versetzungen mit Ga-Atomen besetzt sind und auf $\{111\}$ A-Flächen gleiten. Green u.a. /17/ fanden dagegen bei in-situ-Röntgentopographie an MBE-gezüchteten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten als bevorzugte Versetzungsrichtung $[1-10]$ beim Wachstum auf (001) -Substrat und begründeten diese Richtung als Schnittlinie der $\{111\}$ B-Flächen mit der Wachstumsebene. Köhler u. a. /18/ berichteten, dass die Richtungsabhängigkeit des Versetzungswachstums stark von der Dotierung der Schicht abhängt. So fanden sie für p-dotierte Schichten eine Gleichverteilung der Dichten in beiden Richtungen, während bei n-Dotierung die Anisotropie sehr stark ausgeprägt war.

Es wird also deutlich, dass, obwohl eine Vielzahl von Arbeiten die im Zusammenhang mit der Relaxation beobachteten Phänomene beschreiben, die Vorgänge sehr komplex und noch nicht generell verstanden sind. Zwar existieren für MBE-gezüchtete $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten schon relativ klare Vorstellungen zum Einfluss der Züchtungsparameter auf die Relaxation, aber für die MOVPE sind die Vorgänge bisher wenig untersucht.

Das Anliegen der vorliegenden Arbeit ist es, den Einfluss der Wachstumsparameter der MOVPE auf die Relaxation von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben zu untersuchen. Durch gezielte Variation der Züchtungsparameter sollen Bedingungen für ein defektfreies Wachstum gefunden werden. Dabei wird insbesondere der Einfluss der Abscheidungstemperatur auf die Relaxation betrachtet, da das Wachstum in der MOVPE üblicherweise bei höheren Temperaturen ($600 - 750^\circ\text{C}$) als bei der MBE

2. Stand der Forschung

(500 - 600°C) stattfindet. Neben der Abscheidungstemperatur wird auch der Einfluss des V/III-Verhältnisses und der Einfluss des In-Angebots in der Gasphase auf die Kristallperfektion untersucht. Hier wird besonders der Umschlag vom zwei- zum dreidimensionalen Wachstum und die Auswirkung dieses Prozesses auf die Relaxation betrachtet.

Durch Kombination mehrerer Analysemethoden soll ein möglichst umfassendes Bild über die Relaxationsprozesse gewonnen werden, wobei auch der Anisotropie Aufmerksamkeit geschenkt wird.

Als Analysemethoden werden besonders hochauflösende Röntgenbeugung (HRXRD) und Kathodolumineszenz verwendet, da die strukturellen und optischen Eigenschaften der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben mit diesen Methoden gut zu bestimmen sind. Flankierend werden Ergebnisse der Photolumineszenz, der Auger-Spektroskopie, der Sekundärionenmassenspektroskopie (SIMS), der Rasterkraftmikroskopie (AFM) und der Transmissionselektronenmikroskopie vorgestellt.

3. Züchtungsverfahren und Analysemethoden

3.1 Metallorganische Gasphasenepitaxie (MOVPE)

Als Züchtungsverfahren wurde die Abscheidung aus der Gasphase unter Verwendung metallorganischer Verbindungen der III. Hauptgruppe und den Hydriden der V. Hauptgruppe genutzt. Es wurde eine Züchtungsanlage AIX 200 der Fa. Aixtron mit horizontalem Reaktor und einem rotierenden Substrathalter für 2“-Scheiben verwendet (Abb.1).

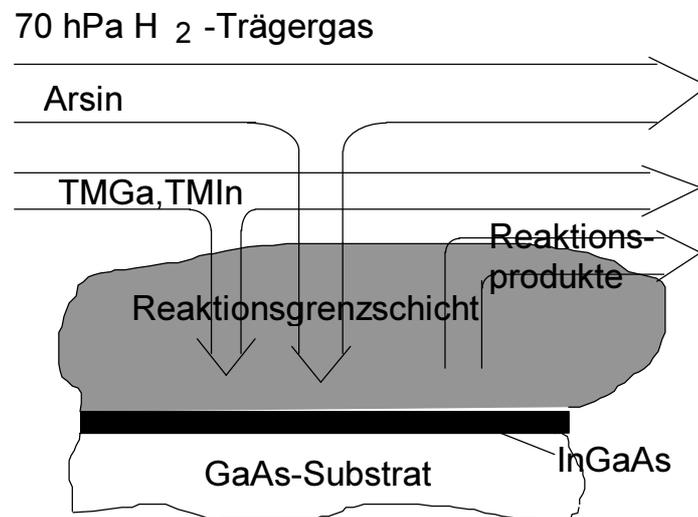
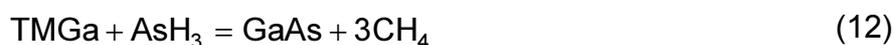


Abb. 1 Schematische Darstellung der MOVPE

Die Züchtungstemperatur wurde mit Hilfe eines Thermoelements, das sich unter dem Subtrathalter befindet, eingestellt. Das Trärgas für die metallorganischen Verbindungen und Hydride war Wasserstoff. Der Arbeitsdruck im Reaktor betrug ca. 70 hPa (Niedrigdruckregime). Als Ausgangskomponenten zur Bereitstellung von Ga, In und As wurden Trimethylgallium (TMGa) - Ga(CH₃)₃, Trimethylindium (TMIIn) - In(CH₃)₃ und Arsin - AsH₃ verwendet. Auf dem heißen Substrat (Züchtungstemperatur T_Z ≥ 600°C) reagieren diese Verbindungen bzw. ihre Dissoziationsprodukte zu In_xGa_{1-x}As, Methylgruppen und Wasserstoff. Die Reaktion zur Bildung von GaAs läuft z. B. gemäß (12) ab:



Die Wachstumsrate wird vom Anteil der III-er-Komponente (TMGa + TMIIn) im Gasgemisch und der Züchtungstemperatur bestimmt. Sie ist nahezu unabhängig vom Anteil der V-er-Komponente (AsH_3), solange diese im Überschuss angeboten wird. Die kristallographischen Eigenschaften der abgeschiedenen Schichten werden von den Wachstumsbedingungen wie der Züchtungstemperatur, den Partialdrücken der Ausgangskomponenten, dem V/III-Verhältnis, den Gas-Umschaltprozessen und eventuellen Wachstumsunterbrechungen an den Grenzflächen bestimmt.

Als Modellstruktur zur Untersuchung der Abhängigkeit des Relaxationsverhaltens von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben von den Züchtungsparametern wurde ein Dreischichtsystem genutzt. Auf ein GaAs-Substrat wurde eine GaAs-Pufferschicht mit einer Dicke von 300 nm aufgewachsen. Darauf wurde unter Variation der Züchtungsbedingungen (Einzelheiten s. folgende Kapitel) eine dünne verspannte $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht aufgewachsen. Es folgte die Abscheidung einer GaAs-Deckschicht, deren Dicke je nach Untersuchungsanliegen variiert wurde.

3.2 Hochauflösende Röntgenbeugung (HRXRD)

Zur Untersuchung der Schichtdicke d und der Zusammensetzung x von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben eignet sich die HRXRD besonders deshalb, weil es damit möglich ist, beide Parameter gleichzeitig zu bestimmen. Es können auch Quantengraben, die in ein Schichtsystem von mehreren Schichten verschiedener Dicke und Komposition eingebettet sind, charakterisiert werden. Voraussetzung dafür ist die Linearität der Intensitätsmessung des gebeugten Röntgenstrahls über 6 Größenordnungen, da die Reflektivität der einzelnen Schichten je nach ihrer Dicke sehr unterschiedlich sein kann. Weiterhin erlaubt es die HRXRD als zerstörungsfreie Methode, vollständige Substratscheiben nach der Epitaxie zu untersuchen. Die charakterisierten Scheiben können danach zu Bauelementen prozessiert werden.

Für die Untersuchungen wurde ein Philips-MRD-Diffraktometer verwendet, das besonders hohen Anforderungen an das Signal/Rausch-Verhältnis genügt. Abb. 2 zeigt den Aufbau eines solchen hochauflösenden Röntgendiffraktometers. Unmittelbar hinter der Cu-K_α -Röntgenquelle ist ein 4-Kristall-Barthels-Monochromator angebracht, der in der Ge-(220)-Konfiguration einen monochromatischen Röntgenstrahl mit einer Winkeldivergenz von < 10 Winkelsekunden und einer Intensität im Primär-

3. Züchtungsverfahren und Analysemethoden

strahl von 500000 cps erzeugt. Als Detektor wird ein Xe-Proportionalzählrohr verwendet.

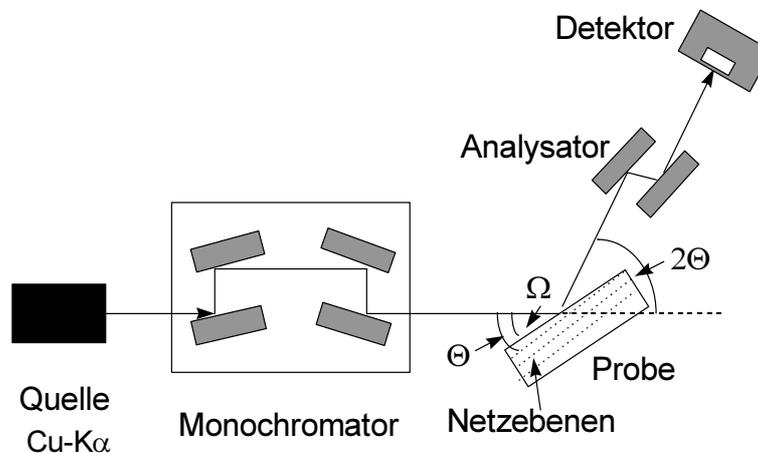


Abb. 2 Aufbau des benutzten hochauflösenden Röntgendiffraktometers

In den Strahlengang des von der Probe reflektierten Strahls kann ein Analysator, der aus einem Ge-Doppelkristall in (220)-Reflexion besteht und einen Akzeptanzwinkel von etwa 15 Winkelsekunden besitzt, eingefügt werden. Diese sogenannte Drei-Achsen-Geometrie wird genutzt zur Aufnahme von zweidimensionalen Intensitätsverteilungen $I(q_x, q_z)$ in der Umgebung bestimmter fundamentaler Bragg-Reflexe im reziproken Raum, wobei q_x und q_z die Koordinaten im reziproken Raum sind. Sie kann aber auch zur Trennung besonders eng benachbarter Bragg-Winkel bestimmter Schichten verwendet werden.

Zur Bestimmung von d und x werden (004)- $\Omega/2\Theta$ -Rockingkurven gemessen, wobei die Bragg-Winkel von Schicht und Substrat hintereinander angefahren werden. Probe und Detektor werden dabei im Verhältnis 1:2 bewegt. Um möglichst viel reflektierte Intensität zu sammeln, wird mit einem 0.75 mm breiten Spalt vor dem Detektor gemessen.

Aus dem (004)-Reflex berechnet man gemäß der Braggschen Gleichung (13) den Abstand der Gitterebenen $d(004)$ senkrecht zur (001)-Substratoberfläche

$$n\lambda = 2d(004)\sin\Theta_B, \quad (13)$$

3. Züchtungsverfahren und Analysemethoden

wobei $\lambda = 1.54056 \text{ \AA}$ die Wellenlänge des einfallenden Röntgenstrahls und Θ_B der Bragg-Winkel ist. Aus dem Abstand der Gitterebenen wird die Gitterkonstante der verspannten Schicht senkrecht zur (001)-Fläche $a_{\perp} = 4d(004)$ berechnet.

Unter Verwendung der Poisson-Zahl ν kann aus dem Gitterparameter der deformierten Schicht a_{\perp} der Gitterparameter der unverspannten Schicht a_L

$$a_L = a_{\perp} [1 - 2\nu / (1+\nu) * (a_{\perp} - a_{\parallel}) / a_{\perp}] \quad (14)$$

berechnet werden, wobei a_{\parallel} die Gitterkonstante der Schicht parallel zur (001)-Fläche ist. Bei vollständig verspannten Schichten gilt $a_{\parallel} = a_S$ (a_S : Gitterkonstante des GaAs-Substrates).

Der Indium-Anteil x ergibt sich gemäß der Vegard'schen Regel, die für ternäres Material einen linearen Verlauf des Gitterparameters zwischen den binären Endkomponenten postuliert, aus dem berechneten a_L :

$$a_L(x) = a_S + 0.405 x . \quad (15)$$

Infolge der Interferenz der an der Schichtober- und Unterseite reflektierten Röntgenwellen kommt es zu Oszillationen der reflektierten Intensität. Aus dem Winkelabstand $\Delta\Theta$ der Oszillationsmaxima kann die Dicke der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht d nach (16)

$$d = \lambda / (2\Delta\Theta \cdot \cos\Theta_B) \quad (16)$$

berechnet werden.

Die obigen Formeln sind anwendbar, solange klar ausgeprägte Schichtoszillationen sichtbar sind. Das ist im allgemeinen bis zu Schichtdicken $\geq 25 \text{ nm}$ der Fall /19/.

Eine genauere Analyse der gemessenen Rockingkurven ist möglich, wenn man Simulationsrechnungen, denen der Takagi-Taupin-Formalismus zugrunde liegt, mit den Messungen vergleicht. Der Takagi-Taupin-Formalismus berücksichtigt dynamische Effekte wie Vielfachreflexionen an den Grenzen der einzelnen Schichten sowie die Absorption /20/. Letzteres ist besonders für Vielschichtstrukturen mit unterschiedlichen Dicken der Einzelschichten und einer Gesamtschichtdicke in der Nähe der Extinktionslänge von Bedeutung. Darauf wird in Kap. 4 genauer eingegangen.

In einem trial-and-error-Verfahren werden die Parameter für die Simulation solange geändert, bis sich eine befriedigende Übereinstimmung zwischen Simulation und

Messkurve ergibt. Bei $d < 25$ nm kann sowohl x als auch d nur aus der Simulation der Rockingkurven mit ausreichender Genauigkeit bestimmt werden (s. Kap. 4).

Zur Untersuchung des Relaxationsgrades R der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht wurden für asymmetrische Reflexe wie $\{115\}$ und $\{224\}$ die Intensitätsverteilungen $I(q_x, q_z)$ im reziproken Raum mit Hilfe der Drei-Achsen-Geometrie gemessen. Aus den Koordinaten des Schichtreflexes bezüglich denen des Substratreflexes wurden die Gitterkonstanten parallel und senkrecht zur (001)-Ebene ermittelt. Daraus wurde der Relaxationsgrad gemäß

$$R = (a_{\parallel} - a_{\text{GaAs}})/(a_{\perp} - a_{\text{GaAs}}) \quad (17)$$

bestimmt. Aus diesen Messungen konnte auch eine eventuell vorhandene makroskopische Verkipfung ζ der Schicht gegenüber dem Substrat aus

$$\zeta = \xi_S - \xi_L \quad (18)$$

ermittelt werden, wobei $\xi_S = \arctan(q_{xS}/q_{zS})$ und $\xi_L = \arctan(q_{xL}/q_{zL})$ sind. q_{xS} und q_{zS} sind die Koordinaten des Substrates und q_{xL} und q_{zL} die der Schicht im reziproken Raum. Die mikroskopische Verkipfung von Netzebenen in der Nähe von Defekten kann aus der diffusen Streuung bestimmt werden (s. Kap. 5)

3.2 Methoden zur Bestimmung der Defektstruktur

3.2.1 Kathodolumineszenz

Die Kathodolumineszenz (KL) entsteht in direkten Halbleitern als Folge der Wechselwirkung des einfallenden Elektronenstrahls mit dem Probenmaterial. Dabei entstehen Elektronen-Loch-Paare, die nach einer materialspezifischen Lebensdauer unter Aussendung von Lichtquanten rekombinieren können. An Kristallbaufehlern kann es in Konkurrenz zur Lumineszenz zu nichtstrahlender Rekombination kommen.

In einem Rasterelektronenmikroskop JSM 840A wurden die Proben bei einer Elektronenstrahlbeschleunigungsspannung von 10 bis 25 kV und Strahlströmen von etwa $1 \cdot 10^{-7}$ A bei Raumtemperatur zur Lumineszenz angeregt. Als Empfänger der von der Probe emittierten Strahlung diente ein Photoempfänger, der im Infrarotbereich für Wellenlängen bis zu 1.2 μm empfindlich ist. Der Elektronenstrahl traf senkrecht zur (001)-Probenoberfläche auf. Die KL-Abbildungen wurden integral gewonnen, d.

h. der gesamte von der Probe emittierte Wellenlängenbereich der Strahlung wurde zur Abbildung benutzt. Zur Bestimmung der spektralen Verteilung der Strahlung wurde das Oxford-System Mono-CL am gleichen Mikroskop verwendet. Bei etwa 110 K wurden Spektren gemessen und festgestellt, dass die Intensität der Wellenlänge des Quantengrabens sehr viel größer als die Intensität des umgebenden GaAs ist. Damit wurde klar, dass die beobachteten Defekte dem Quantengraben zuzuordnen sind.

Die in der Probe enthaltenen Defekte werden aufgrund ihrer nichtstrahlenden Rekombinationsaktivität als dunkle Linien (dark line defects - DLDs) oder dunkle Punkte (dark spot defects - DSDs) abgebildet. Die Natur dieser DLDs bzw. DSDs muss dann mittels TEM identifiziert werden. Als Ursachen kommen Versetzungen, Versetzungsschleifen (loops), Mikrodefekte oder Punktdefektcluster in Frage. Man kann aber bereits aus dem KL-Bild erkennen, ob in einer Probe Anpassungsversetzungen enthalten sind, da diese in charakteristischer Weise als DLDs abgebildet werden. Auch durchgehende Substratversetzungen sind erkennbar, da sie aufgrund ihrer Cottrell-Wolke meist als ovale DSDs mit der für das eingesetzte Substrat charakteristischen Dichte auftreten. Darüber hinaus vorhandene DSDs bedürfen der TEM-Untersuchung. Bei der Bestimmung der Dichte von Anpassungsversetzungen muss berücksichtigt werden, dass nahe beieinanderliegende Versetzungen oft nicht als getrennte DLDs zu sehen sind und somit ihre Dichte unterschätzt werden kann. Ein Vergleich der mittels TEM und KL bestimmten Dichten [7] zeigte, dass bei niedrigen Dichten KL- und TEM-Wert übereinstimmten, d. h. alle auftretenden Anpassungsversetzungen auch rekombinationsaktiv und somit einzeln erkennbar sind. Erst bei Liniendichten $> 4 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-1}$ wird die Dichte mittels KL als zu niedrig ermittelt.

3.2.2 Transmissionselektronenmikroskopie

Zur Bestimmung der Schichtdicken und der Lage der Defekte bezüglich der Schichtgrenzen wurden Querschnitte von den GaAs/In_xGa_{1-x}As/GaAs-Proben hergestellt. Dazu wurden die Proben in ca. 1mm x 1mm große Blöcke zerteilt. Jeweils zwei Blöcke wurden dann mit den Epitaxieschichtseiten zusammengeklebt. Danach wurden die Proben mit der (110)-Fläche nach oben in einen Aluminium-Ring eingeklebt und mittels Ionenstrahlätzen in einer RES 010-Anlage der Fa. BAL-TEC in einem Pendelhalter von beiden Seiten bis zur Elektronenstrahltransparenzdicke von ca. 500 nm abgedünnt. Die Untersuchungen wurden in einem Transmissionselektronenmikroskop CM 20 der Fa. Philips bei 200 kV Beschleunigungsspannung durchgeführt.

3.3 Elektronenstrahlmikroanalyse zur Bestimmung der Zusammensetzung

Die quantitative Elektronenstrahlmikroanalyse (ESMA) ist ein Verfahren zur Bestimmung der Zusammensetzung von Stoffgemischen. Mit dem Elektronenstrahl werden die in der Probe vorhandenen Atome zur Emission charakteristischer Röntgenstrahlung angeregt. Die Intensität der entsprechenden Linien der charakteristischen Röntgenstrahlung des Elementes A in einer Standardprobe I_A^S wird mit der Intensität der von der Probe emittierten Strahlung I_A^P verglichen und so die Konzentration des Elementes A in der Probe c_A bestimmt [21]

$$\frac{I_A^P}{I_A^S} = c_A \cdot f(c_A) \quad (19),$$

wobei $f(c_A)$ eine Korrekturfunktion ist, die die Tiefenverteilung der Ionisation, die Absorption und die Fluoreszenz berücksichtigt.

$$f(c_A) = \frac{\int_0^{\infty} \Phi^P(\rho z) \cdot \exp(-K^P \cdot \rho z) d(\rho z)}{\int_0^{\infty} \Phi^S(\rho z) \cdot \exp(-K^S \cdot \rho z) d(\rho z)} \quad (20)$$

Dabei stellt ρz die Massentiefe dar. $K = (\mu/\rho) \operatorname{cosec} \zeta$, wobei ζ der Winkel zwischen der Probenoberfläche und dem Detektor und μ/ρ der Massenabsorptionskoeffizient ist.

Diese Methode bietet den Vorteil, dass sie von den in der Probe vorhandenen mechanischen Spannungen und Gitterverzerrungen nicht beeinflusst wird. Ohne Berücksichtigung des Relaxationsgrades oder bei inhomogen relaxierten Proben kann es z. B. bei der HRXRD zu Verfälschungen des Ergebnisses kommen. Die Genauigkeit der hier angewendeten energiedispersiven ESMA beträgt ± 0.5 At%. Es wurde ein Li-gedrifteter Si-Detektor mit ultradünem Fenster der Fa. KEVEX verwendet. Zur Bestimmung der Zusammensetzung wurde das Programm Φ PZ der gleichen Firma verwendet.

Allerdings ist die konventionelle ESMA auf Schichtdicken beschränkt, die durch die zur Messung notwendige Anregungsenergie definiert werden und im Bereich einiger Hundert nm liegen. Zur Bestimmung der Zusammensetzung von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Einzelschichten auf GaAs-Substrat wurden die charakteristischen L-Linien für Ga, As und In ausgewertet ($E_{\text{As-L}\alpha} = 1.282$ keV, $E_{\text{Ga-L}\alpha} = 1.096$ keV, $E_{\text{In-L}\alpha} = 3.287$ keV). Als

Standard für die Bestimmung der In-Konzentration wurde eine 1 μm dicke $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht auf InP-Substrat mit $x = 0.557$ verwendet. Zur Bestimmung von Ga und As wurde ein GaAs-Substrat als Standard benutzt. Um eine hinreichend große Intensität der Linien zu gewährleisten, wurde mit einer Elektronenstrahlbeschleunigungsspannung von 7 kV gearbeitet. Dabei muss die Dicke der zu untersuchenden Schicht ≥ 500 nm betragen um sicherzustellen, dass die aus der Probe austretende Röntgenstrahlung ausschließlich von der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht stammt.

1990 entwickelten Pouchou und Pichoir ein Verfahren zur Bestimmung der Zusammensetzung von dünnen Schichten /22/, das die Erzeugung von Röntgenstrahlung im Substrat und die Absorption in der darüber liegenden Schicht bei der Berechnung der Intensität einer bestimmten charakteristischen Linie berücksichtigt. Dieser Formalismus liegt dem Programm STRATA zugrunde, mit dem die In-Konzentration von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten mit Dicken < 500 nm bestimmt werden konnte /23/.

Dieses Verfahren ist allerdings sehr zeitaufwendig, da bei mehreren Anregungsenergien ESMA-Messungen sowohl an der Probe als auch an den Standards durchgeführt werden müssen. Ein weiteres Problem besteht darin, dass nur an Einzelschichten oder Schrägschliffen gemessen werden kann. So können die ESMA-Ergebnisse nur an speziellen Proben zum Vergleich mit der HRXRD herangezogen werden.

3.4 Photolumineszenz

Die optischen Eigenschaften der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben wurden mit Photolumineszenz (PL) untersucht (Abb. 3). Die Anregung der Proben erfolgte mit einem Ar^+ -Laser, wobei sowohl bei 10 K Probentemperatur als auch bei Raumtemperatur gemessen wurde. Die emittierte Strahlung wurde bezüglich der Wellenlängen mit einem 1m-Gittermonochromator analysiert, der eine Auflösung von 0.1 nm gewährleistet. Bis zu Wellenlängen von 1000 nm wurde die Photolumineszenz mit einem Photomultiplier (InGaAs-Kathode) und Photonenzählung detektiert. Bei Wellenlängen oberhalb 1000 nm wurde ein mit flüssigem Stickstoff gekühlter Ge-Detektor und lock-in Technik verwendet. Auf diese Weise erfolgte die Bestimmung der Emissionswellenlänge des Quantengrabens (λ -PL), der Intensität und der Halbwertsbreite. Die verwendete experimentelle Anordnung zur Messung der Photolumineszenz ist in Abb. 3 dargestellt.

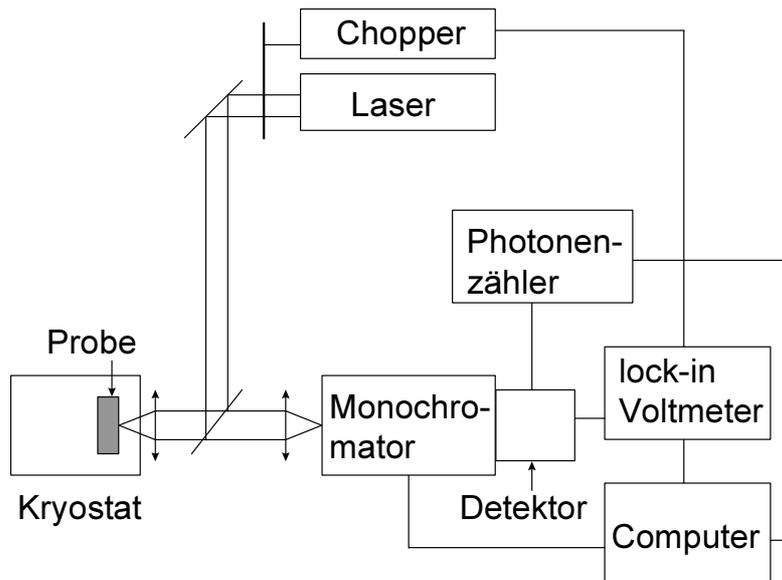


Abb. 3 Experimentelle Anordnung zur PL-Messung

Bei Kenntnis der strukturellen Parameter x und d , die die Form des Quantengrabs definieren, kann die Übergangsenergie des Quantengrabs berechnet werden. Zu diesem Zweck berechnet man die Energieeigenwerte (e_1, hh_1, hh_2 usw.) für die Elektronen und Löcher im Quantengraben mit Hilfe der Schrödinger-Gleichung

$$-\frac{\hbar}{4\pi m^*} \Delta\Psi(z) + V(z)\Psi(z) = e_n\Psi(z), \quad (21)$$

wobei m^* die effektive Masse der betrachteten Ladungsträger, \hbar die Plancksche Konstante, $\Psi(z)$ die Wellenfunktion, $V(z)$ das Potential (d. h. der Verlauf der Leitungs- bzw. Valenzbandkante in Wachstumsrichtung z) und e_n der Energieeigenwert sind. Bei Kenntnis der Energieeigenwerte und der Breite der verbotenen Zone E_g (Bandlücke) des Quantengrabs kann dann die Übergangsenergie der Rekombinationsstrahlung ($e_1 - hh_1$), die mit der PL-Wellenlänge korreliert ist ($\lambda_{PL} = 12349/(e_1 - hh_1)$), bestimmt werden. Das Bandschema eines $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengrabs, der in GaAs eingebettet ist, ist in Abb. 4 dargestellt.

Effekte, wie die Schrumpfung der Bandlücke infolge der Auffüllung der Bänder bei hoher Anregung, die zu einer Abweichung der PL-Wellenlänge von der hier berechneten Übergangswellenlänge führen können, brauchen nicht berücksichtigt zu werden, da die experimentellen Bedingungen entsprechend gewählt wurden (Bereich niedriger Anregung).

3. Züchtungsverfahren und Analysemethoden

Unter diesen Voraussetzungen sind drei Einflüsse auf die Lage der Energieniveaus zu beachten:

1. Die Abhängigkeit der Bandlücke E_g^0 von der Zusammensetzung des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ für das kompakte Material /24/ ist zu berücksichtigen

$$E_g^0 = 1.425 - 1.501x + 0.436x^2 \text{ (eV)} \quad (23).$$

2. Die Verspannung bewirkt eine zusätzliche Verschiebung der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Bandkanten bezüglich des GaAs im Vergleich zu unverspannten Quantengraben. Sie äußert sich ebenso in einer Veränderung der effektiven Massen der Elektronen und Löcher, sowie in einer Aufhebung der Entartung des Valenzbandes für die schweren und leichten Löcher /25/.
3. Es muss der quantum-size-Effekt, der durch die geringe Dicke des Quantengrabens verursacht wird und zu einer Verschiebung der Zustände gegenüber dicken Schichten führt, berücksichtigt werden.

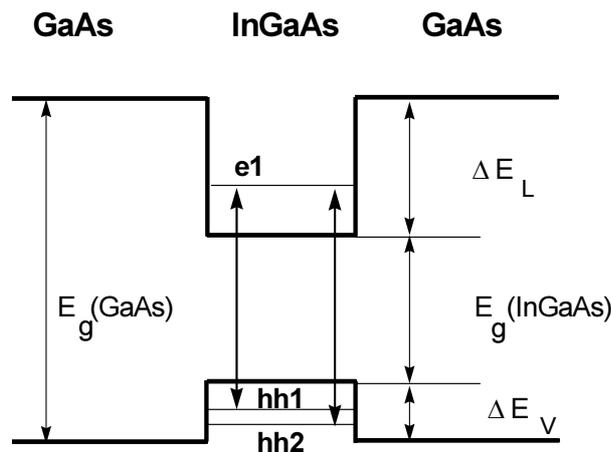


Abb. 4 Bandschema eines GaAs/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-Quantengrabens

Das Problem besteht darin, die Verläufe der Leitungs- und Valenzbandkanten (d. h. das Potential, in dem sich die Ladungsträger bewegen), insbesondere die Bandkantensprünge an den Heterogrenzflächen (band-offsets) ΔE_L und ΔE_V , in Abhängigkeit von der Verspannung möglichst genau zu kennen.

Experimentell wurde gefunden, dass das band-offset-Verhältnis $\Delta Q_L/\Delta Q_V$ von der Zusammensetzung x abhängt ($\Delta Q_{L(V)} = \Delta E_{L(V)}/\Delta E_g$, $\Delta E_g = E_g(\text{GaAs}) - E_g(\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As})$).

3. Züchtungsverfahren und Analysemethoden

In der Literatur gibt es verschiedene Ansätze /24, 28/ zur Berücksichtigung der Verspannung bei der Berechnung der Bandkantenverläufe.

Die Leitungsbandkante wird für den unverspannten Fall wie folgt definiert /26/

$$E_L(0) = E_V(0) + \frac{\Delta_0}{3} + E_g^0, \quad (24)$$

wobei $E_V(0)$ die absolute Lage der mittleren Valenzbandkante und Δ_0 die Spin-Bahn-Aufspaltung ist.

Für das Leitungsband gilt dann unter Berücksichtigung der Verspannung

$$E_L(\varepsilon) = E_L(0) - \delta E_L, \quad (25)$$

wobei δE_L vom hydrostatischen Deformationspotential Ξ_L für das Leitungsband abhängt ($\delta E_L = -\Xi_L \cdot \varepsilon$). ε_{xx} , ε_{yy} und ε_{zz} sind die Diagonalelemente des Deformationstensors, wobei $\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy} = \varepsilon = (a_{\text{GaAs}} - a_{\text{InGaAs}})/a_{\text{InGaAs}}$ ist. Für das Valenzband der schweren Löcher erhält man unter Berücksichtigung der Verspannung

$$E_V(\varepsilon) = E_V(0) + \frac{\Delta_0}{3} + \delta E_V - \frac{1}{2} \delta E_{\text{sh}}. \quad (26)$$

Dabei ist $\delta E_V = -\Xi_V \cdot \varepsilon$ und $\delta E_{\text{sh}} = -4b \cdot \varepsilon$. Ξ_V ist das hydrostatische Deformationspotential des Valenzbandes und b ist das Scherdeformationspotential (Ξ_L , Ξ_V und b sind negativ).

Bei dem in dieser Arbeit verwendeten Programm QUANTSCH /27/ zur Bestimmung der Übergangsenergie werden wahlweise entweder die von Ahrent /24/ oder die von Van de Walle /26/ beschriebenen Konstanten benutzt. Abb. 5 zeigt den Einfluss der Verspannung auf die Bandlücke und die daraus berechnete PL-Wellenlänge ohne Berücksichtigung des quantum-size-Effektes. Die Berücksichtigung der Verspannung bewirkt eine deutliche Blauverschiebung der Übergangswellenlänge gegenüber dem unverspannten Fall. Der Vergleich der beiden Modelle zeigt eine wachsende Differenz in der PL-Wellenlänge bis zu 10 nm bei $x = 0.5$.

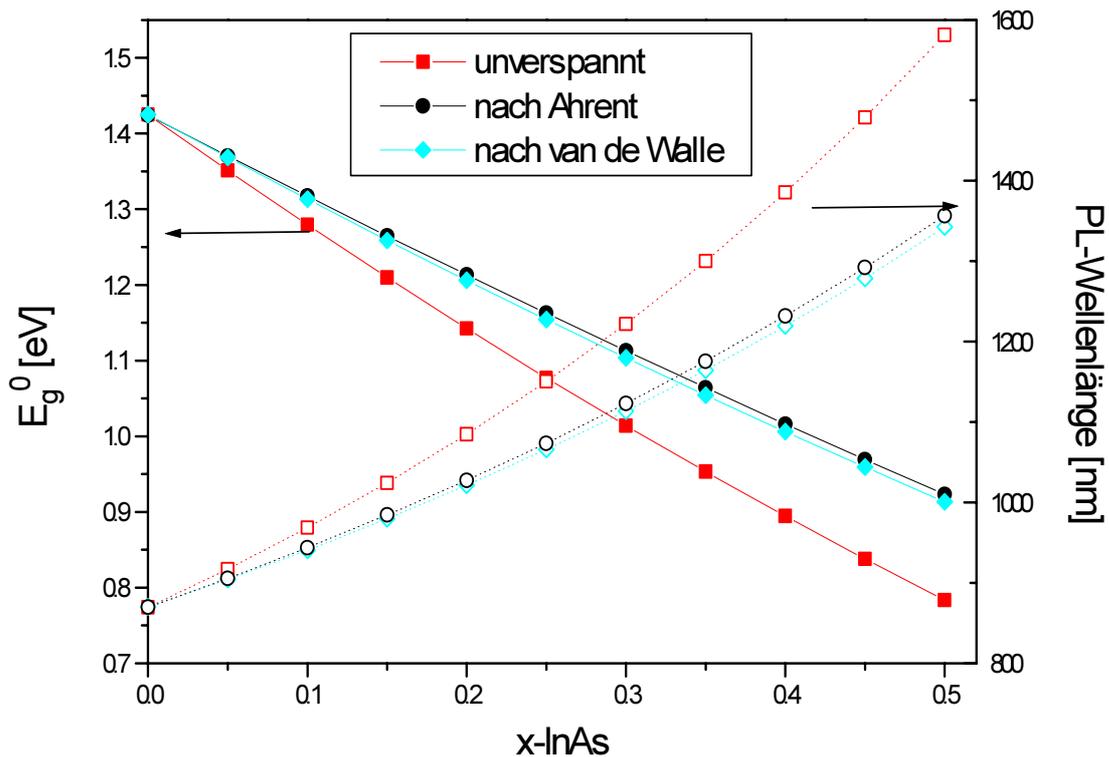


Abb. 5 Einfluss der Verspannung auf die Bandlücke und die PL-Wellenlänge

Die Abhängigkeit der mit beiden Modellen berechneten PL-Wellenlänge von der Dicke des Quantengrabs ist in Abb. 6 für zwei x-Werte dargestellt. Bezieht man den quantum-size-Effekt und den in beiden Modellen unterschiedlich berücksichtigten Einfluss der Verspannung auf die effektiven Massen in die Berechnung ein, werden die Differenzen in der berechneten PL-Wellenlänge besonders bei geringen Dicken und hohen x-Werten signifikant ($d = 5 \text{ nm}$ und $x = 0.5$, $\Delta\lambda\text{-PL} = 19 \text{ nm}$).

Im Folgenden werden In-Gehalte mit x-Werten ≤ 0.3 betrachtet. In diesem Bereich betragen für Schichtdicken von $5 \text{ nm} \leq h \leq 15 \text{ nm}$ die Differenzen der aus beiden Modellen berechneten Wellenlängen aber höchstens $\pm 5 \text{ nm}$, so dass man von einer ausreichend guten Übereinstimmung sprechen kann. Auch die mit dem Programm TOSCA berechneten Übergangswellenlängen liegen innerhalb dieses Fehlerbereiches [28].

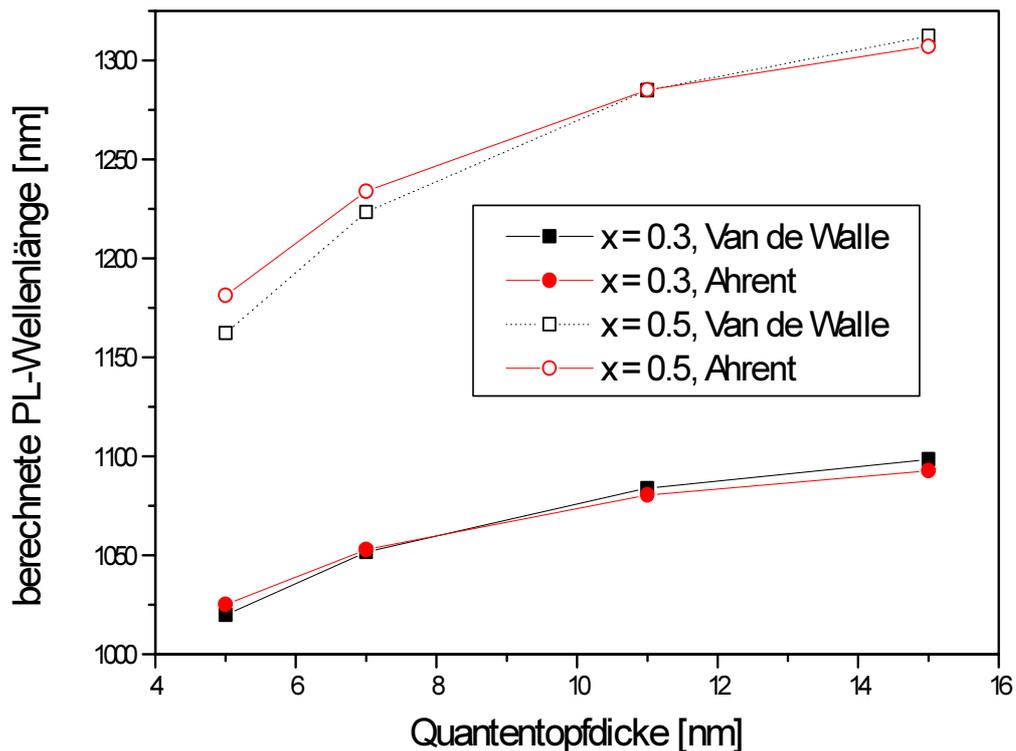


Abb. 6 Abhängigkeit der PL-Wellenlänge von der Quantengrabenstärke

Sowohl Van de Walle als auch Ahrent gehen in ihren Modellen von idealen, d. h. abrupten Grenzflächenübergängen aus. Kristallographische Störungen, wie Versetzungen und Punktdefekte, und ihr Einfluss auf die Verspannung in der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht bleiben dabei unberücksichtigt.

3.5 Methoden zur Bestimmung von Grenzflächenübergangsschichten

3.5.1 Auger-Elektronenspektroskopie (AES)

Bei der Auger-Elektronenspektroskopie wird die Energie der infolge der Auger-Wechselwirkung der Atome mit den Primärelektronen des anregenden Elektronenstrahls aus einer Festkörperprobe austretenden Elektronen ausgewertet. Diese Energie ist charakteristisch für die in der Probe enthaltenen Atome. Damit eignet sich diese Methode zur quantitativen Analyse der Zusammensetzung von Halbleitermaterial. Der Vorteil gegenüber der ESMA besteht darin, dass infolge der geringen Austrittstiefe der Elektronen die Information über die Zusammensetzung aus einem auf einige nm unterhalb der Oberfläche beschränkten Bereich stammt. In Kombination mit

Ionenstrahlabtrag kann somit ein Tiefenprofil der Zusammensetzung in der Probe erzielt werden.

Die Genauigkeit der Tiefenauflösung wird durch die Sputterenergie ($< 1\text{keV}$) und die Oberflächenrauigkeit begrenzt und beträgt ca. 2 nm /29/. Bei Verwendung eines mit Ionenstrahlätzen hergestellten sehr flachen Schrägschliffs (Schliffwinkel $\leq 0.1^\circ$) kann auf das Sputtern verzichtet werden. Dann ist die Tiefenauflösung durch die Austrittstiefe der Auger-Elektronen, den Durchmesser der Elektronensonde und den Schliffwinkel definiert und beträgt ebenfalls 2 nm /30/. AES-Tiefenprofile wurden mittels einer Physical Industries-Anlage PHI 595 bei 10 KeV Anregungsenergie und 2 nA Strahlstrom gewonnen.

3.5.2 Röntgenbeugung unter streifendem Einfall

Die Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (grazing incidence diffraction-GID) bietet den Vorteil, den lateralen Gitterparameter $a_{||}$ und das In-Konzentrationsprofil tiefenaufgelöst untersuchen zu können /31, 32/. Dabei wird die Probe mit einem parallelen monochromatischen Röntgenstrahl unter sehr flachem Einfallswinkel $\alpha_i \geq \alpha_c$ (α_c - kritischer Winkel der Totalreflexion) bestrahlt. Die Probe wird um die Oberflächennormale gedreht, bis eine senkrecht zur Oberfläche stehende Netzebene unter dem Winkel Θ_B die Bragg-Bedingung erfüllt. An der Winkelposition Θ_B werden mit Hilfe eines ortsauflösenden Detektors für verschiedene α_i die Reflexionsprofile $I(\alpha_f)$ aufgenommen (α_f - Ausfallwinkel, s. Abb. 7). Diese Reflexionsprofile enthalten die Information über das vertikale Dichteprofil und damit über die Zusammensetzung.

Bei $\alpha_i < \alpha_c$ dringt der Röntgenstrahl nur etwa 5 bis 7 nm in die Oberfläche der Probe ein. Bei schrittweiser Vergrößerung von α_i tragen nach und nach tiefer liegende Probenbereiche zur Braggreflexion bei. Auf diese Weise erhält man eine Tiefenauflösung.

Da die Intensität des gebeugten Strahls sehr gering ist und demzufolge eine hohe Intensität im Primärstrahl benötigt wird, wurden diese Untersuchungen am Elektronenspeicherring in Hamburg (HASYLAB) an der beamline D 4.1 durchgeführt.

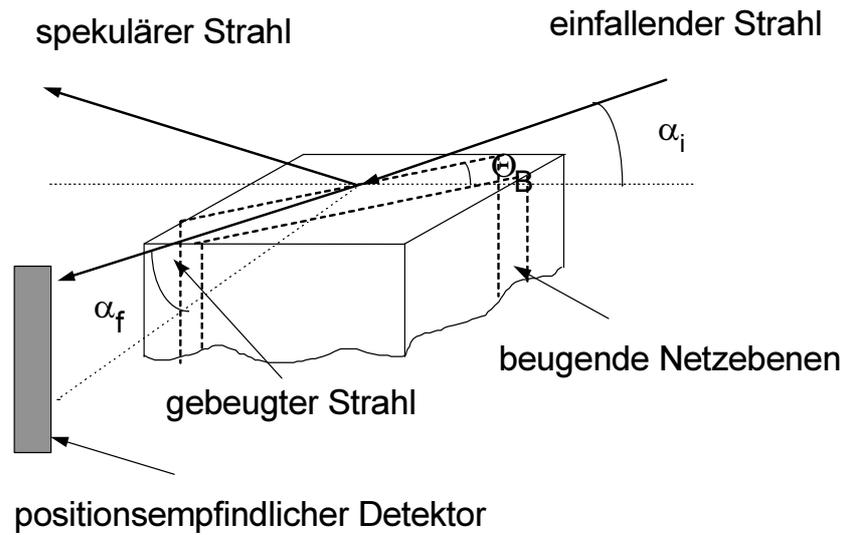


Abb. 7 GID-Meßaufbau

Die bei unterschiedlicher Informationstiefe, d. h. verschiedenen α_i gemessenen Reflexionsprofile des gebeugten Strahls wurden mit einer semikinematischen Theorie simuliert /32, 33, 34/, wobei der Parametersatz für die Simulation aller an einer Probe gemessenen $I(\alpha_i, \alpha_f)$ konstant gehalten wurde.

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

4.1 Bestimmung der Zusammensetzung und Schichtdicke mittels HRXRD

4.1.1 Theoretische Grundlagen

Wie bereits unter 3.2 dargestellt, werden (004)-Rockingkurven mit Simulationsrechnungen verglichen, denen der Takagi/Taupin-Formalismus zugrunde liegt. Diese Theorie berücksichtigt neben den dynamischen Effekten wie Absorption im Kristall und Mehrfachstreuung des Röntgenquants zwischen intrinsischen Grenzflächen insbesondere den Einfluss der elastischen Deformation des Kristallgitters auf die Röntgenbeugung [35, 36, 37, 38, 39]. Sie unterscheidet sich in diesem Punkt von der dynamischen Theorie der Röntgenbeugung ebener Wellen, bei der nur kleine Deformationen beschrieben werden können. Im Gegensatz zu letzterer Theorie, bei der die Amplituden der einfallenden und gebeugten Welle als ortsunabhängig betrachtet werden, werden bei der Takagi/Taupin-Theorie die Amplituden der einfallenden und gebeugten Wellen im Kristall als langsam veränderliche Funktion vom Ortsvektor beschrieben. Die einfallende Welle wird als Wellenbündel betrachtet, das auf der Kristalleintrittsfläche als Verteilung von Punktquellen charakterisiert werden kann. Die sich im Kristall ausbreitenden Wellen können als Summe modulierter Wellen betrachtet werden:

$$\mathbf{D} = \sum_{\mathbf{h}} \mathbf{D}_{\mathbf{h}}(\mathbf{r}) \exp(-2\pi i \mathbf{K}_{\mathbf{h}} \cdot \mathbf{r}), \quad (27)$$

wobei \mathbf{D} die Wellenamplitude und $\mathbf{D}_{\mathbf{h}}(\mathbf{r})$ eine langsam veränderliche Funktion vom Ortsvektor ist, in die der langsam veränderliche Phasenterm eingeht. Dabei gilt $\mathbf{K}_{\mathbf{h}} = \mathbf{K}_0 - \mathbf{h}$, wobei $\mathbf{K}_{\mathbf{h}}$ der Wellenvektor der gebeugten Welle, \mathbf{K}_0 der Wellenvektor der einfallenden Welle und \mathbf{h} der reziproke Gittervektor ist. Die Summierung erfolgt über alle reziproken Gitterpunkte, die in der Nähe der Ewald-Kugel liegen.

Wenn man die elastische Deformation des Gitters betrachtet als

$$\mathbf{r} = \mathbf{r}' - \mathbf{u}(\mathbf{r}'), \quad (28)$$

wobei \mathbf{r} der Ortsvektor eines bestimmten Gitterpunktes vor, \mathbf{r}' der Ortsvektor nach der Deformation und $\mathbf{u}(\mathbf{r}')$ der Verschiebungsvektor ist, kann man die elektrische Suszeptibilität als Fourierreihe zerlegen und erhält

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

$$\chi = \sum_h \chi_h \exp\{2\pi i \mathbf{h}[\mathbf{r}' - \mathbf{u}(\mathbf{r}')]\}. \quad (29)$$

Indem man \mathbf{r}' durch \mathbf{r} ersetzt, kann man diesen Ausdruck schreiben als die in der klassischen Theorie der dynamischen Röntgenbeugung bekannte Zerlegung der elektrischen Suszeptibilität in die Fourierreihe

$$\chi = \sum_h \chi'_h \exp(2\pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{r}), \quad (30)$$

wobei aber die Fourier-Koeffizienten χ'_h die Deformation enthalten und die Form haben

$$\chi'_h = \chi_h \exp[-2\pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{u}(\mathbf{r})], \quad (31)$$

χ_h ist mit dem Strukturfaktor F_h über (32) verknüpft

$$\chi_h = -\frac{R\lambda^2 F_h}{\pi V}. \quad (32)$$

Dabei ist λ die Wellenlänge, V das Volumen der Elementarzelle und R der klassische Elektronenradius.

In diesen Sinne sind die Fourier-Koeffizienten keine Konstanten mehr, sondern variieren mit den Ortskoordinaten. Nun kann man die Ausdrücke (27) und (29) in die Wellengleichung

$$\nabla^2 \mathbf{D} + \text{rot rot}(\chi \mathbf{D}) + 4\pi^2 k^2 \mathbf{D} = 0, \quad (33)$$

einsetzen, wobei k die Wellenzahl der einfallenden Welle im Vakuum ist. Die Wellengleichung besteht dann aus einer unendlichen Summe von Termen. Es kann gezeigt werden, dass die Lösungen dieser Gleichung gleich der Summe der Lösungen von zwei Gleichungssystemen mit unendlich vielen (wegen der Ortsabhängigkeit der Koeffizienten) partiellen Differentialgleichungen ist. Betrachtet man den Zweistrahlfall, das heißt jeweils zwei sich im Kristall ausbreitende Wellen (die einfallende und die gebeugte) und unter Berücksichtigung der grundlegenden Annahme der Takagi-Taupin-Theorie, dass die zweiten Ableitungen der langsam veränderlichen Funktionen $D_h(\mathbf{r})$ verschwinden, vereinfacht sich dieses System partieller Differentialgleichungen zu:

$$\begin{aligned} \frac{\partial D_0(\mathbf{r})}{\partial s_0} &= -i\pi k C \chi'_h(\mathbf{r}) D_h(\mathbf{r}) \\ \frac{\partial D_h(\mathbf{r})}{\partial s_h} &= -i\pi k [C \chi'_h(\mathbf{r}) D_0(\mathbf{r}) - 2\beta_h D_h(\mathbf{r})] \end{aligned} \quad (34)$$

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

Der Koeffizient C ist der Polarisationsfaktor, wobei $C = 1$ für den Fall ist, dass die Komponenten des D -Vektors senkrecht zu der von K_h und K_0 aufgespannten Fläche sind und $C = \cos 2\Theta$ für den Fall ist, dass sie in der Ebene liegen. s_0 und s_h sind die Koordinaten des Ortsvektors parallel zum einfallenden und gebeugten Strahl und β_h ist

$$\beta_h = \frac{|\mathbf{K}_h|^2 - k^2(1 + \chi_0)}{2k^2}. \quad (35)$$

Die Gleichungen (34) und (35) sind die Takagi-Gleichungen, deren Lösungen $D_0(\mathbf{r})$ und $D_h(\mathbf{r})$ nur in Spezialfällen analytisch zu finden sind /39/.

Für den Bragg-Fall kann man die Gleichungen (34) und (35) kombinieren /36/ und erhält nur eine Differentialgleichung für das Verhältnis X der Amplituden der gebeugten und einfallenden Welle. Halliwell u.a. /20/ fanden eine analytische Lösung für den Fall symmetrischer Reflexe. Barthels u. a. /40/ verallgemeinerten diesen Ansatz für beliebige Reflexe und beliebig viele Schichten auf einem Substrat, indem sie eine Rekursionsformel für die Beugung an jeder Grenzfläche ableiteten. Die Takagi/Taupin-Gleichungen kann man für das Amplitudenverhältnis X in der Form (36) schreiben:

$$-i \frac{dX}{dT} = X^2 - 2\eta X + 1, \quad (36)$$

wobei

$$X = \left(\frac{F_{-h}}{F_h} \right)^{1/2} |\gamma_h / \gamma_0|^{1/2} \cdot \frac{D_h}{D_0}, \quad (37)$$

$$\eta = \frac{-b(\Theta - \Theta_B) \sin 2\Theta_B - \frac{1}{2} \chi_0(1-b)}{|b|^{1/2} C \chi_h} \quad (38)$$

und

$$T = \frac{\pi C \chi_h h}{\lambda |\gamma_0 \gamma_h|^{1/2}} \quad (39)$$

ist. Die Größen γ_0 und γ_h sind die Richtungskosinusse der einfallenden und gebeugten Welle bezüglich der Oberflächennormalen. Der Abweichungsparameter η beschreibt die Differenz der einfallenden Welle zum Bragg-Winkel und beinhaltet im zweiten Term die Absorption. Die Differentialgleichung (37) kann für Schichten mit konstantem η und beliebiger Dicke gelöst werden. Es kann eine Rekursionsformel

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

für das Amplitudenverhältnis X_t an der Schichtoberseite in Abhängigkeit vom Amplitudenverhältnis an der Schichtunterseite X_0 abgeleitet werden (40)

$$X_t = \eta + (\eta^2 - 1)^{1/2} [(S_1 + S_2) / (S_1 - S_2)] \quad (40),$$

wobei

$$S_1 = \left[X_0 - \eta + (\eta^2 - 1)^{1/2} \right] \exp \left[-i \cdot T (\eta^2 - 1)^{1/2} \right] \quad (41)$$

und

$$S_2 = \left[X_0 - \eta - (\eta^2 - 1)^{1/2} \right] \exp \left[i \cdot T (\eta^2 - 1)^{1/2} \right] \quad (42)$$

ist. Für Schichtsysteme mit mehreren Schichten kann dieser Formalismus angewendet werden, wenn in jeder Einzelschicht (oder Lamelle) $\eta = \text{const.}$ betrachtet werden kann. Dieser Formalismus liegt den Programmen HRS und EPITAXY /41/ zugrunde, die zur Simulation von Rockingkurven benutzt wurden. Dabei können sowohl beliebig viele Schichten mit homogener Zusammensetzung als auch Zusammensetzungsgradienten simuliert werden, indem die gradierte Schicht als Summe mehrerer sehr dünner homogener Schichten betrachtet wird.

4.1.2 Bestimmung der strukturellen Parameter aus visuellem Vergleich

Der Vergleich der simulierten mit der gemessenen Rockingkurve erfolgte zunächst visuell, indem versucht wurde, durch Variation der Schichtparameter eine möglichst gute Übereinstimmung zwischen beiden Kurven zu erzielen.

Diese Methode wurde zur Bestimmung der Parameter x und d einer Probenserie verwendet, bei der die Dicke des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengrabens variiert wurde. Der Quantengraben wurde zwischen einer GaAs-Deckschicht mit einer Dicke von ca. 100 nm und einer GaAs-Pufferschicht eingebettet, die auf ein exakt (001)-orientiertes GaAs-Substrat aufgewachsen wurde. Die Indium-Konzentration in der Gasphase wurde konstant gehalten und die Abscheidungszeit von 6 s bis 45 s variiert. Die Abscheidungstemperatur betrug 750°C.

In Abb. 8 sind Messkurven und Simulationen unter Verwendung eines idealen Quantengrabenprofils für die Grenzwerte 6 s (oben) und 45 s Abscheidungszeit (unten) dargestellt. Abb. 8 (unten) zeigt die charakteristischen Merkmale einer (004)-Rockingkurve eines $\text{GaAs}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -Schichtsystems. Die Intensität des

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

GaAs-Substratpeaks bei $\Omega = \Theta_B(\text{GaAs}) = 33.024^\circ$ beträgt ca. 200000 cps und liegt damit 4 Größenordnungen über der Intensität der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht. Wegen der Mehrfachreflexionen an den Grenzflächen erhält man sowohl von der GaAs-Deckschicht hochfrequente als auch von der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht niederfrequente Dickenoszillationen, die bei bestimmten Winkellagen zu einer Schwebung aufgrund der Überlagerung beider Oszillationen führen.

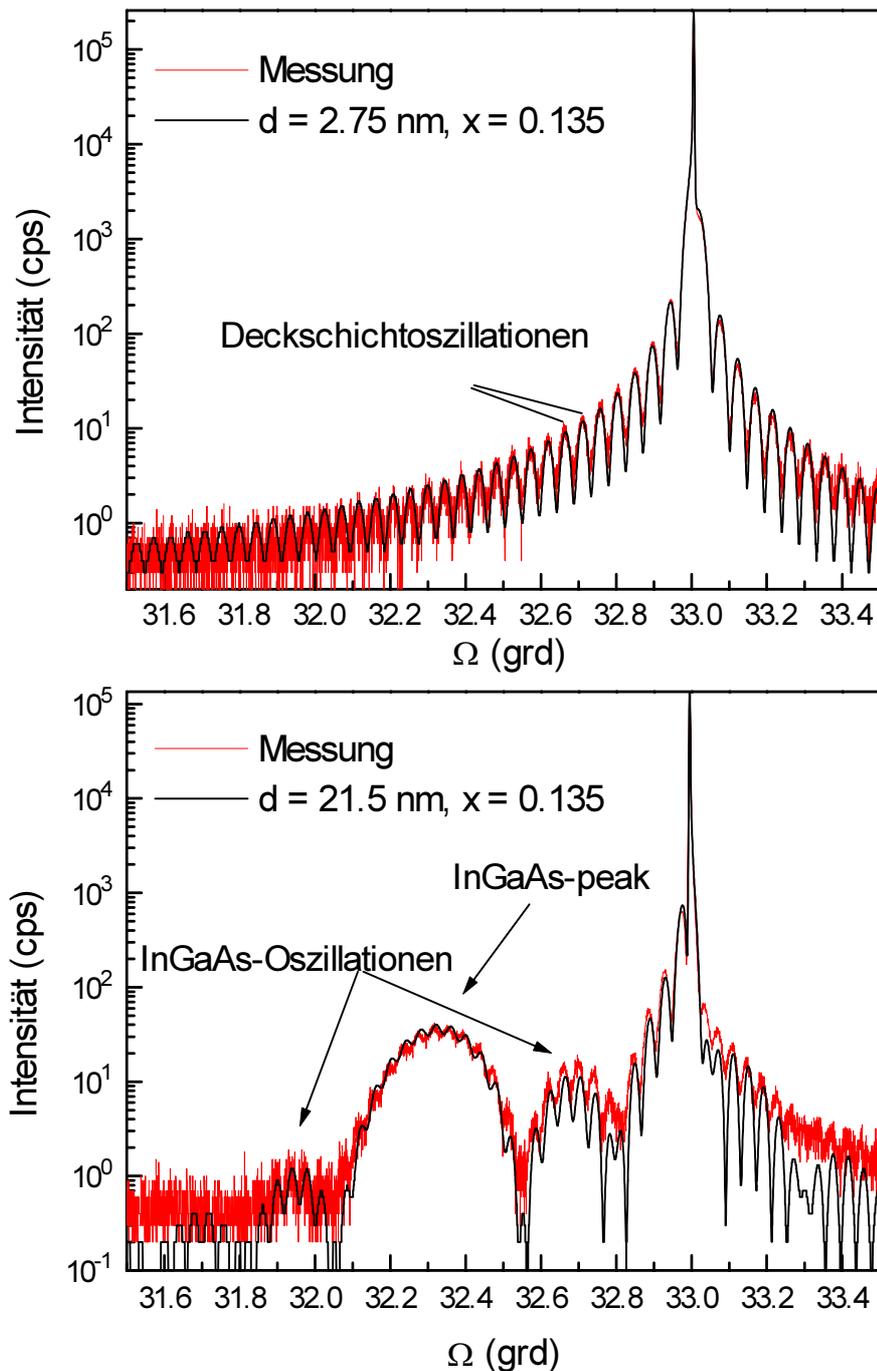


Abb. 8 Vergleich zwischen Messung und Simulation von (004)-Rockingkurven für Quantengraben gleicher Zusammensetzung und unterschiedlicher Dicke

Aus dem Winkelabstand zwischen Schicht- und Substratpeak kann die Zusammensetzung der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht gemäß (13 - 15) eindeutig bestimmt werden. Dabei muss allerdings noch der Fewster/Curling-Effekt /42/ berücksichtigt werden, der für geringe Schichtdicken ($< 0.5 \mu\text{m}$) bei gleicher Zusammensetzung eine Verschiebung des Schichtpeaks in Richtung Substratpeak beinhaltet. Im Simulationsprogramm ist dieser Effekt enthalten. Gemäß (16) kann die Dicke der GaAs- und der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

Schicht berechnet werden. Die charakteristischen Merkmale der Simulationskurve ändern sich signifikant mit der Wahl der Parameter d und x für die $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht. Für den Fall „dicker Schichten“ ist demnach die Eindeutigkeit der Parameter für eine optimale Kurvenanpassung aufgrund der ausgeprägten lokalen Maxima und Minima gegeben.

Für den Fall sehr geringer Schichtdicke (Abb. 8 oben) wäre die Bestimmung der Parameter der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht ohne Simulation nicht möglich, da in der Rockingkurve kein der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht zuzuordnender Peak mehr vorhanden ist. Zwar sind die deutlich ausgeprägten, der Deckschicht zuzuschreibenden Oszillationen ein Indiz für das Vorhandensein einer Schicht mit von GaAs verschiedenem Brechungsindex zwischen GaAs-Deckschicht und GaAs-Pufferschicht/Substrat, die als Phasenschieber für die in Substrat und Deckschicht gebeugten Teilwellen wirkt, die Eindeutigkeit der Wahl der Parameter ist aber nicht mehr ohne weiteres gegeben.

Von Tapfer und Ploog /43/ wurde zur Beschreibung der Phasenverschiebung durch eine dünne Schicht, die in GaAs eingebettet wurde, ein Phasenverschiebungsparameter eingeführt, der dem Produkt aus Schichtdicke und Verspannung proportional ist ($d \cdot \epsilon_{\perp}$). Folglich erhält man bei konstanter GaAs-Deckschichtdicke die gleiche Phasenverschiebung für verschiedene Kombinationen der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Parameter d_i und x_i solange das Produkt aus beiden konstant gehalten wird. Auf dieses Problem wurde auch von Finkelstein u. a. /44/ hingewiesen, die bei ihrer Auswertung von Rockingkurven sehr dünner $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben den Parameter d festlegten, indem sie die Dicke der GaAs-Deckschicht aus dem Abstand der Oszillationen bestimmten und die Dicke der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht d mit der Abscheidungszeit korrelierten. Die Zusammensetzung der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht wurde aus dem besten Fit der Intensität der Oszillationen in der Nähe des Substratpeaks bestimmt und somit aus den möglichen Parameterkombinationen d_i , x_i ein einziges Wertepaar festgelegt. Das Problem besteht aber darin, dass insbesondere bei geringen In-Konzentrationen der Einfluss der Zusammensetzung auf die Form der Rockingkurve bei $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Dicken ≤ 3 nm gering ist (Abb. 9).

In Abb. 9 ist die experimentelle Rockingkurve eines 2.5 nm dicken Quantengrabens zusammen mit zwei Simulationen dargestellt, bei denen die GaAs- und $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicken konstant gehalten, die Zusammensetzung aber deutlich variiert wurde ($x = 0.135$ und 0.16). Der Unterschied zwischen beiden Simulationskurven besteht

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

nur in einer geringfügig höheren Intensität der ersten Oszillation rechts vom Substratpeak für $x = 0.16$.

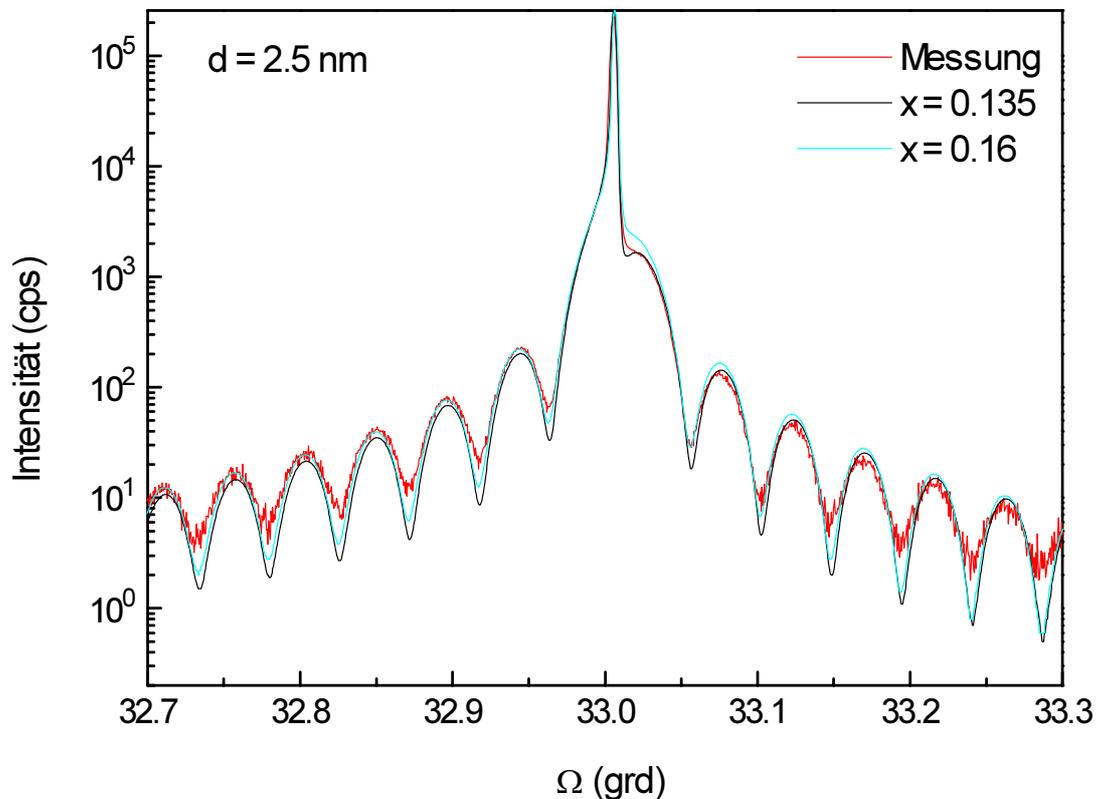


Abb. 9 Einfluss der Indium-Konzentration auf die Form der Rockingkurve für sehr dünne Schichten

Bei geringer Verspannung ($\varepsilon_{\perp} \leq 1.5\%$) und geringer $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke ($d \leq 5$ nm) wird der Fehler bei der Bestimmung des x -Wertes größer und kann bis zu $\Delta x = \pm 0.02$ betragen. Bei größeren Quantengrabendicken kann der x -Wert dagegen mit einer Genauigkeit von $\Delta x = \pm 0.005$ bestimmt werden.

Umgekehrt kann bei Kenntnis der Zusammensetzung (z. B. aus den Züchtungsbedingungen einer Serie, in der die Zusammensetzung von dickeren Schichten genau bekannt ist und unter der Voraussetzung, dass die Zusammensetzung im Quantengraben homogen ist) die Dicke auch eines sehr dünnen Quantengrabens mit einer Genauigkeit von ± 1 Monolage (0.28 nm) bestimmt werden. Ein Beispiel dafür zeigt Abb. 10.

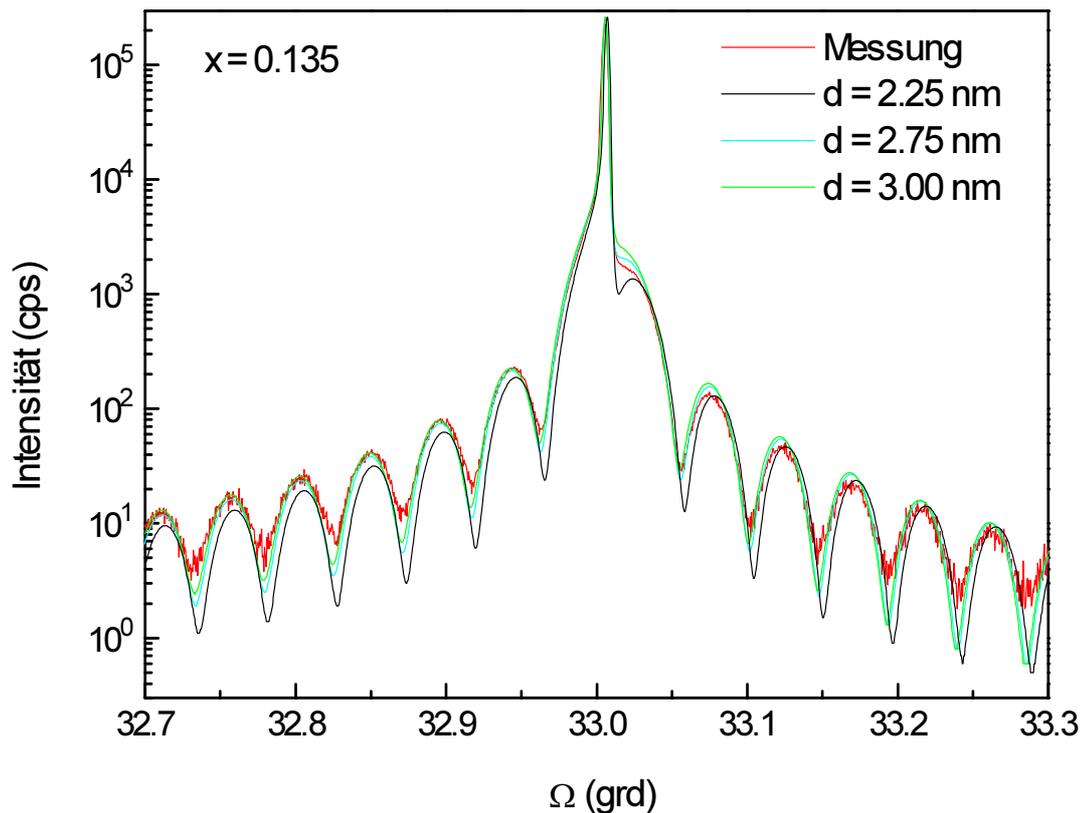


Abb. 10 Einfluss der Quantengrabendicke auf die Form der Rockingkurve

Während die Differenz für Dicken von 2.75 nm und 3.0 nm und identischem x-Wert sehr gering ist und visuell nicht mehr entschieden werden kann, welche Simulation die „bessere“ ist, weicht die Simulation mit $d = 2.25$ nm insbesondere um den Substratpeak herum, aber auch im Hub der Oszillationen, signifikant ab. Die gleiche Situation ergibt sich für $d = 3.25$ nm (nicht in Abb. 10 dargestellt). Somit liefern 2.25 nm und 3.25 keine gute Übereinstimmung mit der Messkurve und sind auszuschließen. Die Unsicherheit bei der Dickenbestimmung beträgt folglich ± 1 ML.

Für die oben genannte Probenserie ergeben sich aus den Simulationen unter Verwendung eines idealen Kastenprofils für den Quantengraben, d. h. abrupten Übergängen an den Grenzflächen und homogener Indium-Konzentration, folgende in Tab. 1 zusammengestellte Parameter.

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

Probe	Abscheidungszeit (s)	d-In _x Ga _{1-x} As (nm)	x
20008	6	3.0	0.135
20009	12	6.0	0.135
20010	18	9.0	0.132
20011	25	13.0	0.135
20012	36	18.0	0.132
20013	45	21.5	0.137

Tab. 1 Ergebnisse der Simulation der (004)-Rockingkurven für Probenreihe 20008 - 20011

Daraus kann mit linearer Regression eine Wachstumsrate von 0.48 nm/s ermittelt werden.

4.1.3 Methode der kleinsten Quadrate zur Bestimmung von d und x

Um den subjektiven Faktor bei der Bewertung der Simulationen zu eliminieren, wurde die Minimierung der quadratischen Abweichung zwischen Messkurve und Simulation als objektives Kriterium zur Begutachtung der Güte der Anpassung verwendet. Die Messkurve wurde angenommen als Summe der Intensitäten an den einzelnen Winkeln Ω_i gemäß (40)

$$y = \sum_{i=1}^N y_i(\Omega_i) \quad (40).$$

Die Simulation wurde entsprechend betrachtet als

$$a(x, h) = \sum_{i=1}^N a_i(\Omega_i, x, d) \quad (41).$$

Die mittlere quadratische Abweichung zwischen beiden Kurven wurde berechnet als

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [y_i(\Omega_i) - a_i(\Omega_i, x, d)]^2} \quad (42).$$

Da bei der Messung der Rockingkurve eines solchen Systems die Intensität über mehrere Größenordnungen variiert und die dünne In_xGa_{1-x}As-Schicht nur eine um mehrere Größenordnungen kleinere Intensität im Vergleich zum GaAs-Substrat lie-

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

fert, sind die Auswirkungen der Variation der Parameter x und d nur für den Bereich geringer Intensitäten relevant. Deshalb wurde eine Gewichtsfunktion $\omega(i)$ eingeführt, um den Einfluss großer Intensitätsdifferenzen am Substatpeak zu eliminieren.

$$\omega(i) = \begin{cases} 1, & i \notin [i_{\max} - j, i_{\max} + j] \\ 0, & i \in [i_{\max} - j, i_{\max} + j] \end{cases} \quad (43),$$

wobei j die wählbare Anzahl der Meßschritte, die ausgeschlossen werden können, ist.

Dann verändert sich (42) entsprechend

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [y_i(\Omega_i) - a_i(\Omega_i, x, d)]^2 \cdot \omega(i)} \quad (44).$$

Da beim visuellen Vergleich der Messkurve mit der Simulation in der logarithmischen Darstellung gearbeitet wird, um die geringen Intensitäten um den $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeak sichtbar zu machen, wurde auch in der mathematischen Beschreibung der Logarithmus der Intensitäten verwendet und entsprechend σ_{\log} definiert als

$$\sigma_{\log} = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [\ln y_i(\Omega_i) - \ln a_i(\Omega_i, x, d)]^2 \cdot \omega(i)} \quad (45).$$

Die Größen σ und σ_{\log} wurden zur Begutachtung der Perfektion des Fits verwendet /45/. Beispielhaft dafür ist die Auswertung einer Messkurve, bei der durch visuelle Begutachtung als beste Übereinstimmung mit der Simulation für die $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht eine In-Konzentration von $x = 0.215$, eine Quantengrabendicke von 9 nm und eine GaAs-Deckschichtdicke von 108 nm ermittelt wurde. Das Parameterfeld für die Simulationen wurde wie folgt definiert:

Dicken: 7.5, 8.0, 8.5, 8.75, 9.0, 9.25, 9.5, 10.0, 10.5 nm
 x-Werte: 0.2, 0.205, 0.21, 0.215, 0.22, 0.225, 0.23

Die Dicke der GaAs-Deckschicht wurde nicht in die Variation der Parameter einbezogen und für alle Simulationen konstant gehalten. Für alle möglichen Kombinationen x, h wurde eine Simulation erstellt und sowohl σ als auch σ_{\log} berechnet. In Abb. 11 ist das Ergebnis der Berechnung von σ_{\log} in Abhängigkeit von x und d dargestellt. Für die quadratische Abweichung des Logarithmus der Intensitäten σ_{\log} wurde ein

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

absolutes Minimum bei folgenden Parametern gefunden: $x = 0.22$, $d = 9.0$ nm. Für die lineare quadratische Abweichung σ wurden zwei lokale Minima ermittelt (σ -1: $x = 0.20$, $d = 9.5$ nm und σ -2: $x = 0.225$, $d = 8.5$ nm, siehe Abb. 12).

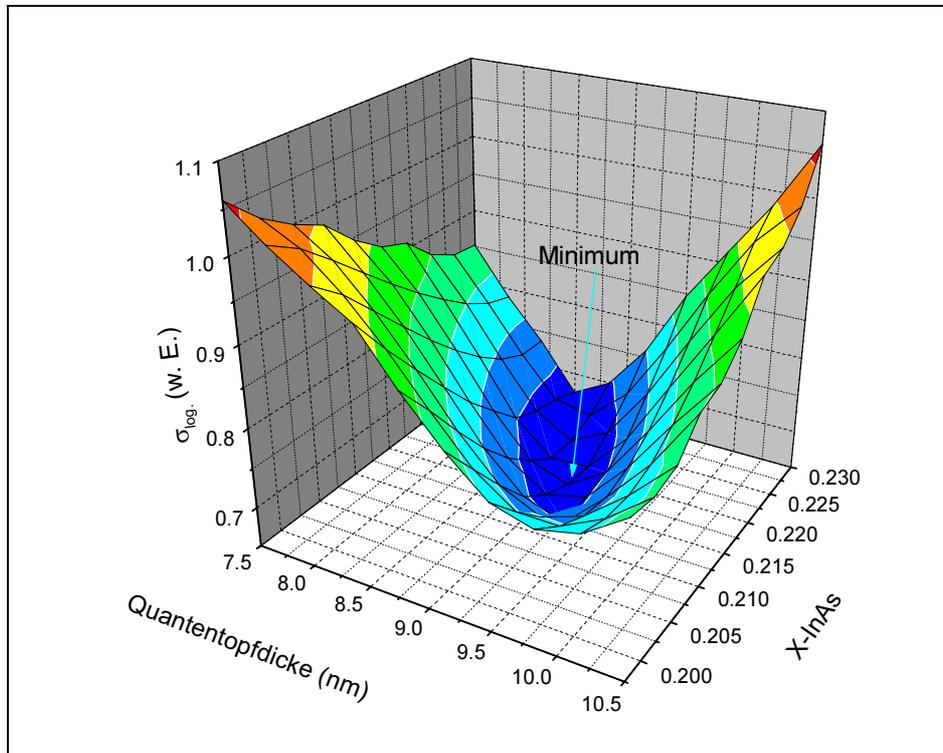


Abb. 11 Quadratische Abweichung des Logarithmus der Intensitäten σ_{\log} in Abhängigkeit von x und d

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

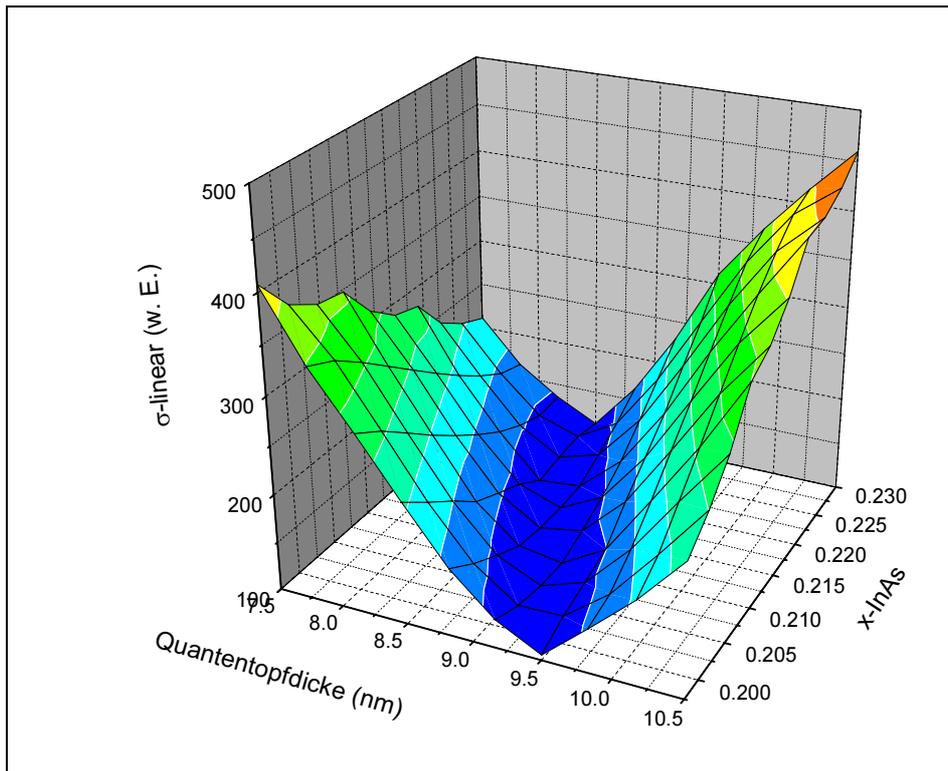


Abb. 12 Lineare quadratische Abweichung σ in Abhängigkeit von x und d
In Abb. 13 sind die gemessene Rockingkurve, die visuell als beste Simulation ermittelte und die den obigen Wertepaaren entsprechenden Simulationen dargestellt.

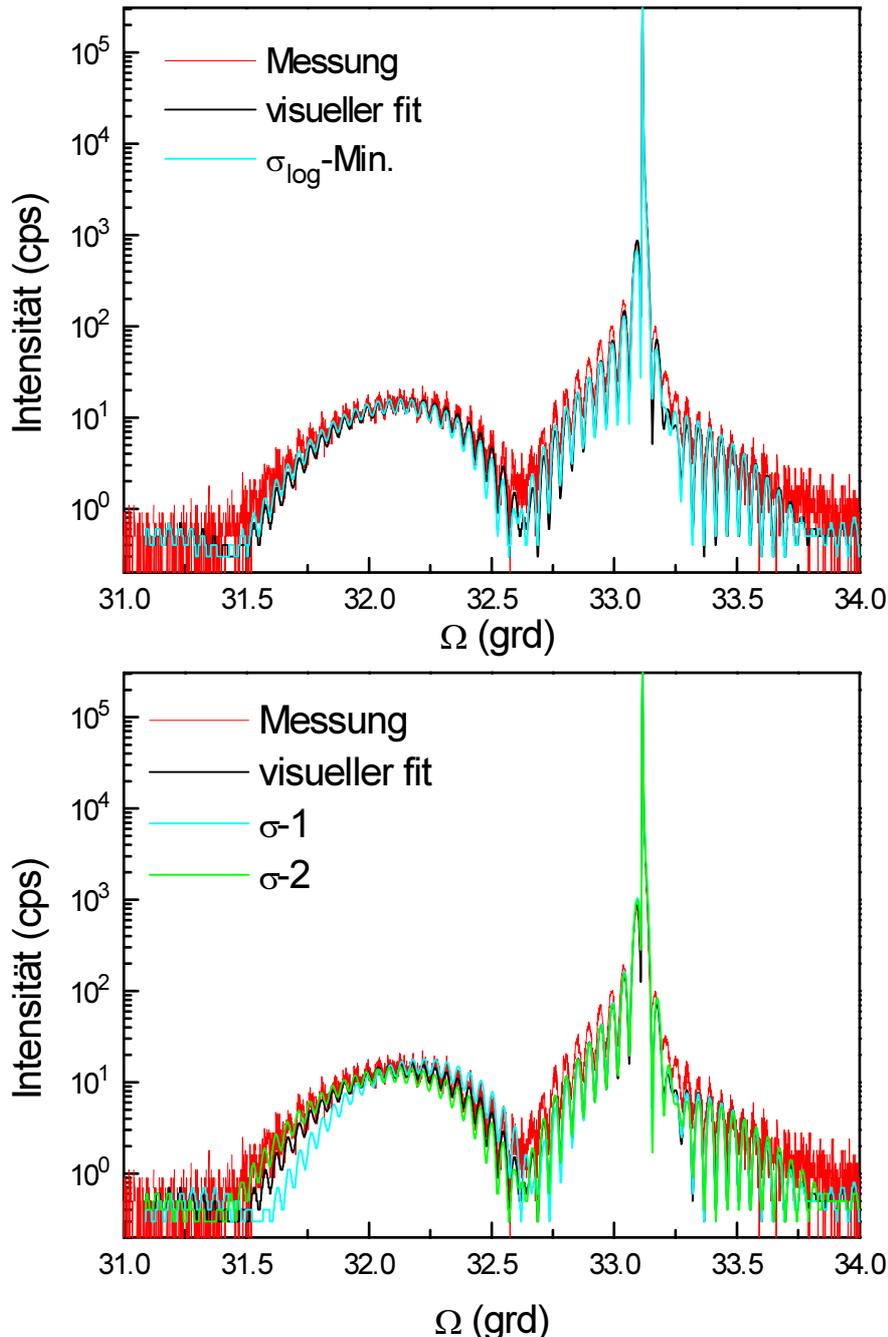


Abb. 13 Vergleich der gemessenen Rockingkurve mit den entsprechenden Simulationen für die Minima der quadratischen Abweichung (s. Text)

Es wird deutlich, dass sich im Fall der aus der kleinsten quadratischen Abweichung der Logarithmen der Intensitäten ermittelten Parameter (Abb. 13 oben) eine sehr gute Übereinstimmung zwischen gemessener und simulierter Kurve ergibt. Alle für die Einschätzung der Güte des Fits wesentlichen Eigenschaften der Kurve wie Winkellage des Minimums, Winkellage des der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht zuzuordnenden loka-

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

len Maximums, Krümmung der Kurve, Übergang zum Untergrund und Intensitätsverteilung der Oszillationen in der Nähe des Substratpeaks werden exakt wiedergegeben.

Das ist nicht der Fall für die aus den lokalen Minima der linearen quadratischen Abweichung σ -1 und σ -2 ermittelten Parameter (Abb. 13 unten). Als wichtig erweist sich hierbei die Winkellage des lokalen Maximums, die ein direkter Ausdruck der Verspannung der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht und somit des x -Wertes ist. Die Simulation für σ -1 zeigt eine deutliche Verschiebung des lokalen Maximums hin zum Substratpeak. Damit ist die Verspannung der Schicht im Vergleich zur Messung zu gering. Das lokale Maximum der σ -2 entsprechenden Simulation ist zu weit zu kleinen Winkeln verschoben, d. h. die Verspannung der Schicht ist größer als in der gemessenen Kurve.

Die lineare quadratische Abweichung σ eignet sich also für dieses Schichtsystem nicht zur Einschätzung der Güte des Fits, da die zahlenmäßig geringen, für die Bewertung der Kurve aber wesentlichen Abweichungen im Bereich des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks nicht hinreichend berücksichtigt werden.

Die quadratische Abweichung der Logarithmen der Intensitäten σ_{\log} ist, da sie Differenzen im Bereich großer Intensitäten weniger berücksichtigt, gegenüber Abweichungen im Bereich kleiner Intensitäten empfindlicher und erweist sich als geeignet zur Bewertung der Güte des Fits.

Wie bereits beschrieben, kann die Dicke der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht aus den zugehörigen Dickenoszillationen ermittelt werden. Bei dickeren Schichten (≥ 15 nm) sind mehrere solche Oszillationen zu sehen (siehe Abb. 8 unten). Bei geringeren Dicken (ca. 5 -12 nm) tritt nur noch ein lokales Minimum auf, dessen Winkellage sowohl vom x -Wert, als auch von der Schichtdicke beeinflusst wird (Abb. 13). Bei geringen Schichtdicken (≤ 7 nm) und/oder geringer Verspannung ($\Delta a_{\perp}/a \leq 1.5\%$) tritt in der Rockingkurve kein lokales Minimum mehr auf. In diesem Fall ist, wie bereits diskutiert, die Eindeutigkeit der Parameterwahl nicht mehr gegeben, da es mehrere Wertepaare (d_i, x_i) gibt, deren Simulationskurven nahezu identisch sind. In diesem Fall ist auch die Begutachtung der Güte des Fits mit σ_{\log} problematisch.

Als Beispiel dient ein Quantengraben, dessen Parameter aus der visuellen Betrachtung der Simulationen mit 7 nm und $x = 0.125$ festgelegt wurden. Aus dem Parameterfeld $5.5 \text{ nm} \leq d \leq 8.5 \text{ nm}$ und $0.11 \leq x \leq 0.15$ wurde ein absolutes Minimum für

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

σ_{\log} bei $h = 6.0$ nm, $x = 0.145$ und ein lokales Minimum für $d = 6.5$ nm, $x = 0.13$ ermittelt (s. Abb. 14).

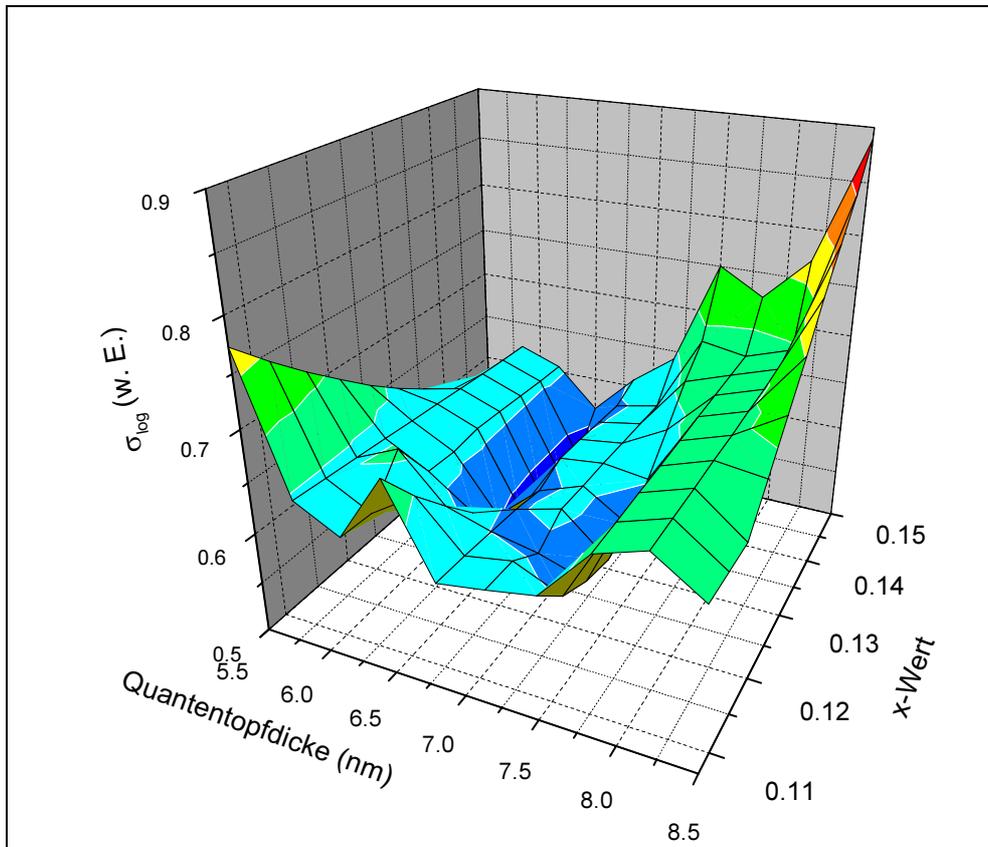


Abb. 14 Quadratische Abweichung σ_{\log} für eine Rockingkurve ohne ein lokales Minimum

Für σ wurde ein absolutes (σ -1: $d = 6.5$ nm, $x = 0.145$) und ein lokales (σ -2: $d = 6.75$ nm, $x = 0.13$) Minimum gefunden. Die zugehörigen Simulationskurven sind in Abb. 15 im Vergleich zur Messkurve und dem visuellen Fit dargestellt. In Abb. 15 oben ist erkennbar, dass die Simulation für σ_{\log} -Min. bei kleinen Winkeln eine bessere Übereinstimmung mit der Messkurve als der visuelle Fit zeigt, der Kurvenanstieg jedoch eine stärkere Krümmung als die Messkurve aufweist. Es kann hier objektiv nicht mehr entschieden werden, welche der beiden Simulationskurven „wahrheitsgemäßer“ ist.

Da aber für jeden x -Wert genau eine Dicke existiert, für die ein σ_{\log} -Minimum gefunden werden kann, wird der mögliche Wertebereich eingeschränkt. Diese Wertepaare genügen dem bereits diskutierten $x \cdot d = \text{const.}$ - Kriterium. Wenn z. B. die Schichtdicke aus der TEM-Abbildung des Querschnitts bekannt ist, kann auch eine eindeutige Zuordnung der Zusammensetzung erfolgen (und umgekehrt).

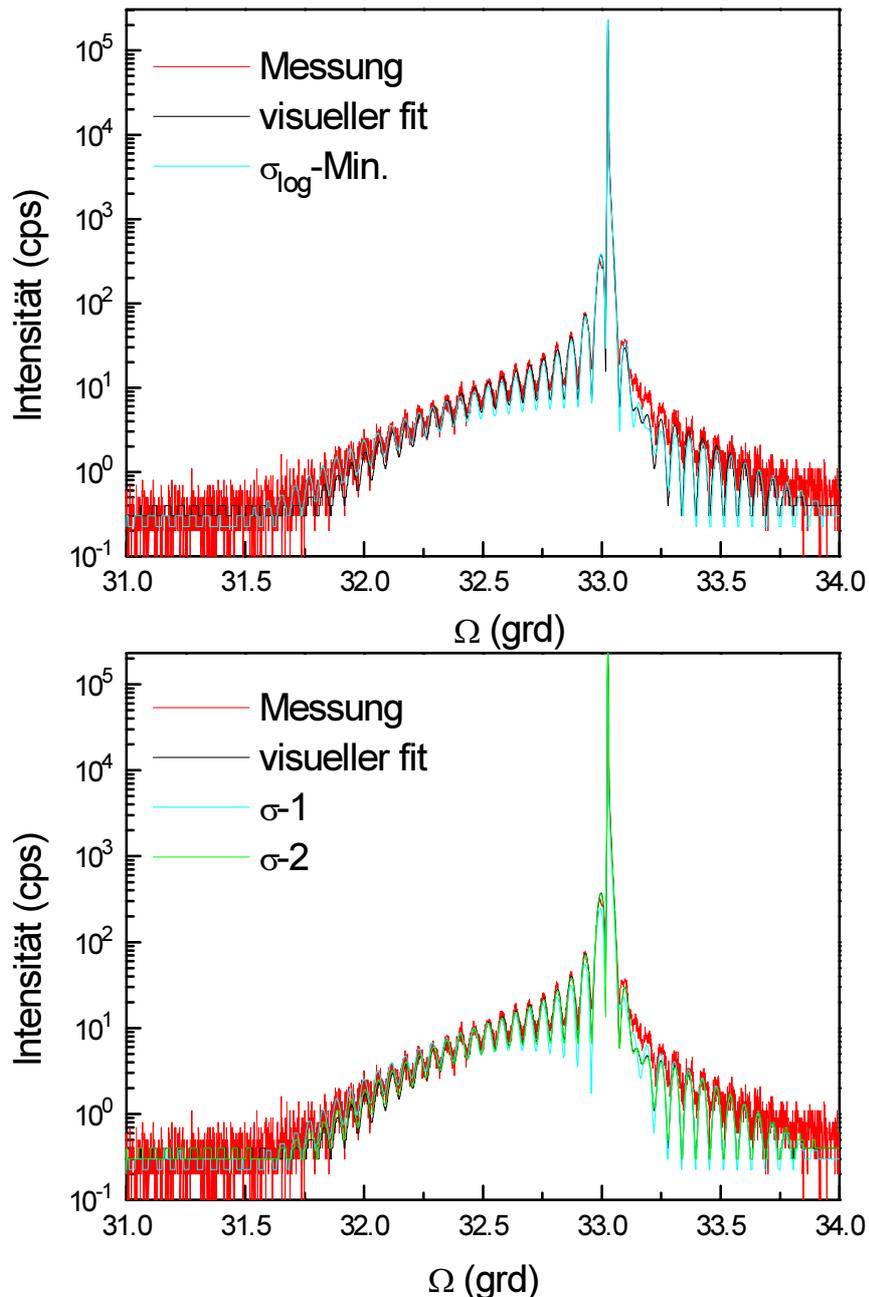


Abb. 15 Simulationen für eine Rockingkurve ohne ein lokales Minimum

Anhand dieses Beispiels zeigt sich die allgemeine Schwierigkeit für die Erstellung von Fit-Programmen für die Parameteranpassung. Ein Fit-Programm ist im allgemeinen nicht in der Lage, die bei Parametervariation und visuellem Vergleich der Simulationen erkennbaren Tendenzen zu quantifizieren. Nur bei sehr einfachen Schichtstrukturen, wie im Fall des oben beschriebenen Zweischichtsystems ist ein solcher Zugang möglich.

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

Der Vergleich der aus den Simulationen der Rockingkurven gewonnenen Parameter mit den TEM-Ergebnissen ist für einige Quantengraben in Tab. 2 dargestellt. Es zeigt sich eine sehr gute Übereinstimmung bei der Bestimmung der Dicke des Quantengrabens.

Probe	d-HRXRD (nm)	d-TEM (nm)	x-HRXRD
20453	10.0	9.9	0.23
MBE 583	10.0	10.3	0.16
20474	14.5	15.0	0.16
20476	24.0	23.8	0.16

Tab. 2 Vergleich der mit HRXRD und TEM ermittelten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicken

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass für ideale, d. h. rechteckige Quantengraben die strukturellen Parameter d und x aus der Simulation bestimmt werden können, wobei sich die Ermittlung der kleinsten quadratischen Abweichung der Logarithmen der Intensitäten σ_{\log} als hilfreiches Kriterium zur Bestimmung des „besten“ Fits erweist. Bei geringen Dicken der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht wird die Genauigkeit der Bestimmung des x -Wertes geringer und es ist keine eindeutige Lösung für ein Wertepaar (x, d) mehr gegeben.

4.2 Untersuchung von Grenzflächenübergangsschichten mit HRXRD und AES

In Abhängigkeit von den Züchtungsbedingungen bei der MOVPE kann das Indium-Profil des Quantengrabens von der idealen Kastenform abweichen und es können sowohl Übergangsschichten an den Grenzflächen als auch Inhomogenitäten im Indium-Gehalt in Züchtungsrichtung auftreten. Aus der MBE sind Segregationseffekte für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben bekannt [46, 47, 48, 49]. Um zu prüfen, ob solche Effekte bei der MOVPE eine Rolle spielen und ob die HRXRD empfindlich genug ist, um sie nachzuweisen, wurde eine Probenserie hergestellt, bei der die Abscheidungszeit der

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

$\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht konstant gehalten wurde und jeweils zwei Indium-Konzentrationen bei zwei Temperaturen gezüchtet wurden. Um das Indium-Tiefenprofil mit AES untersuchen zu können und Memory-Effekte auszuschließen, wurde eine GaAs-Deckschicht von nur 10 nm Dicke auf den $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben abgeschieden. Abb. 16 zeigt die gemessenen Rockingkurven. Es wird deutlich, dass bei einem nominellen x -Wert von 0.24 die Form der Rockingkurven für die Züchtungstemperaturen 650°C und 750°C nahezu identisch ist (Abb. 16 oben), während sie bei $x = 0.3$ voneinander abweicht (Abb. 16 unten). Die Rockingkurven der bei 750°C gezüchteten Proben weisen hochfrequente Oszillationen mit einer der Pufferschicht zuzuordnenden Dicke auf. Das ist auf eine Kontamination der Grenzfläche Substrat/Pufferschicht mit Indium zurückzuführen.

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

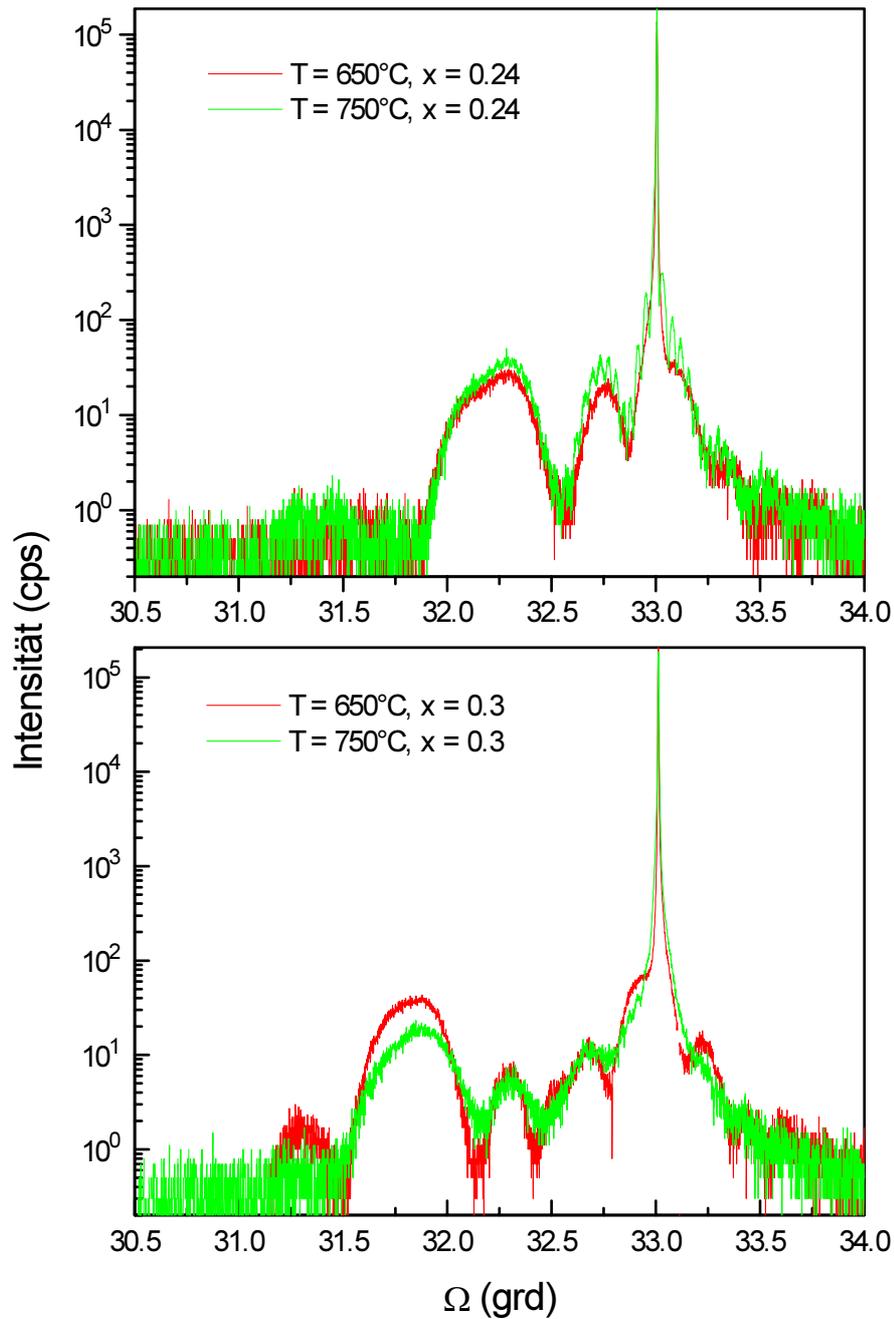


Abb. 16 Rockingkurven für verschiedene Züchtungstemperaturen und x-Werte

Die aus der Simulation der experimentellen Rockingkurven ermittelten Parameter sind in Tab.3 zusammengestellt:

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

Probe	T (°C)	t _A (s)	x-nom.	d-In _x Ga _{1-x} As (nm)	x-Sim.	d _Ü (nm)	d-GaAs (nm)
20365	750	30	0.24	15.5	0.16	-	11
20366	650	„	0.24	15	0.16	-	11
20367	750	„	0.3	14	0.24	5	9
20364	650	„	0.3	16.7	0.24	-	12

Tab. 3 Ergebnisse der Simulation der (004)-Rockingkurven der Probenreihe 20364 - 20367

Die Rockingkurve der Probe 20367 konnte nur erfolgreich simuliert werden, wenn eine Übergangsschicht zwischen In_xGa_{1-x}As-Quantengraben und GaAs-Deckschicht mit einem (linearen) Indium-Gradienten angenommen wurde. In Abb. 17 sind die AES-Tiefenprofile der Proben 20367 und 20364 dargestellt.

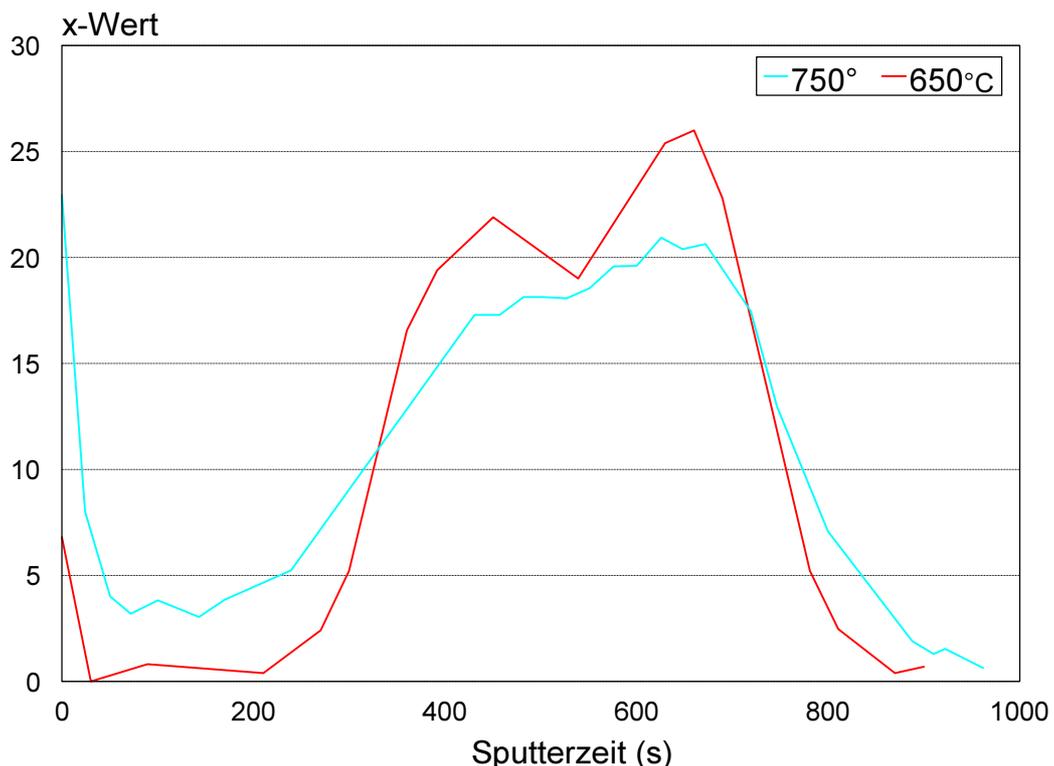


Abb. 17 AES-Tiefenprofil für bei verschiedenen Temperaturen gezüchtete Quantengraben mit einem nominellen x-Wert von 0.30

Es ist eine Indium-Verschleppung über die obere In_xGa_{1-x}As/GaAs-Grenzfläche zu beobachten, deren Größenordnung mit der aus der Simulation bestimmten Dicke der Übergangsschicht übereinstimmt. Ebenso entspricht der mittlere x-Wert im Quanten-

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

graben dem aus der Simulation ermittelten ($x = 0.24$). In Abb. 18 sind Messung und Simulation für die Rockingkurven der Proben 20364 (oben) und 20367 (unten) dargestellt.

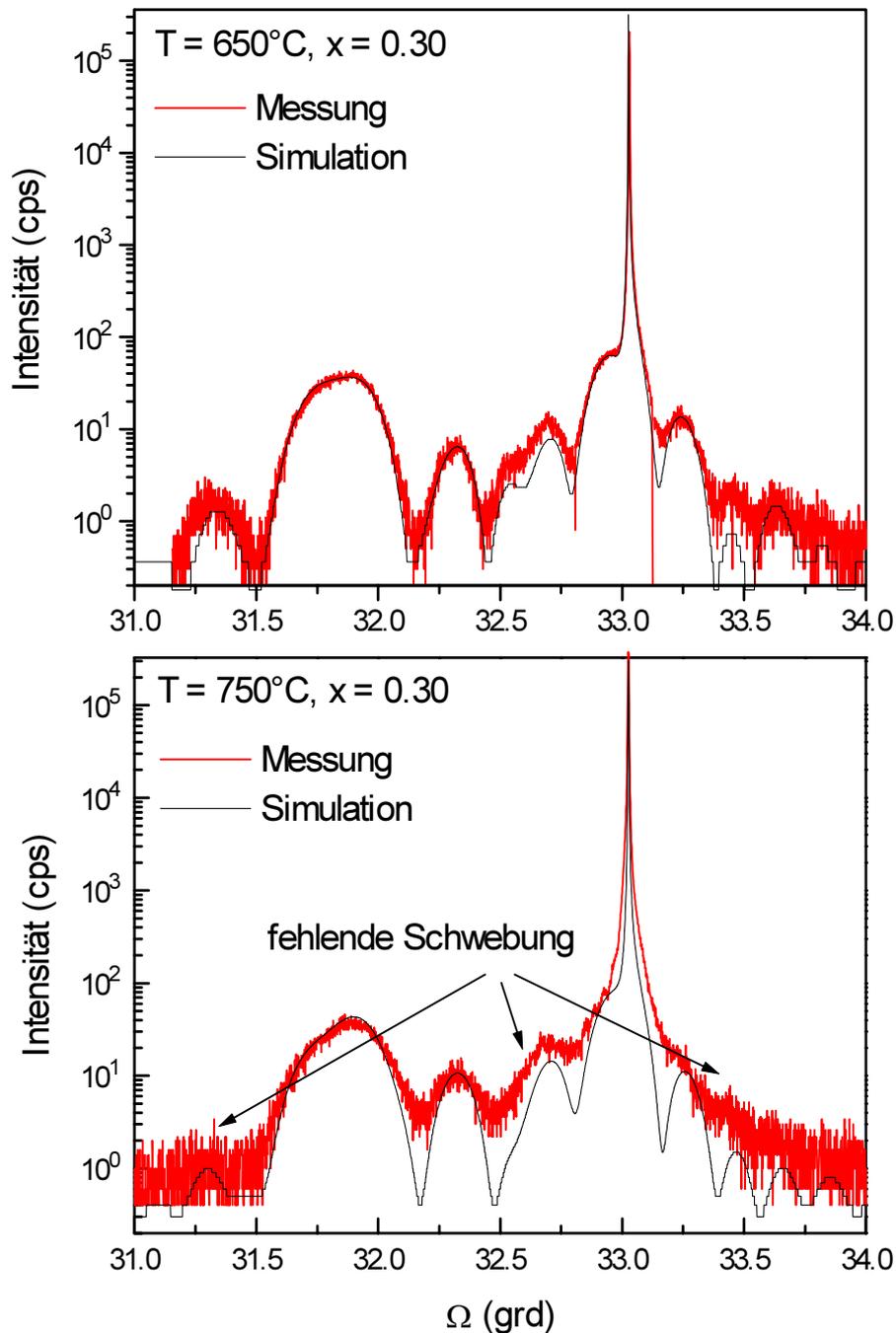


Abb. 18 Messung und Simulation für GaAs/In_xGa_{1-x}As/GaAs-Quantengraben mit Übergangsschicht (Simulationsparameter s. Tab. 3)

Man erkennt das Vorhandensein einer Übergangsschicht an den Grenzflächen eines In_xGa_{1-x}As-Quantengrabens insbesondere an der schwachen Ausbildung bzw. dem

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

Fehlen der Schwebungen, die sich aus der Überlagerung der Dickenoszillationen von GaAs-Deckschicht und $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben ergeben (Abb. 18 unten). Es muss allerdings aus Untersuchungen der Defektstruktur gewährleistet sein, dass nicht andere Ursachen wie z. B. Kristalldefekte für das Fehlen der Schwebungen verantwortlich sind.

Das Problem besteht darin, dass bei einer Abweichung vom Kastenprofil zwei Parameter mehr in die Simulation eingehen, nämlich die Dicke der Übergangsschicht und die Indium-Verteilung in der Übergangsschicht. In diesem Fall ist die Eindeutigkeit der Wahl dieser Parameter nicht gegeben und es lassen sich mehrere Parameterkombinationen finden, die einen guten Fit liefern. Es ist daher ratsam, die Ergebnisse der Simulation anhand einer anderen Analysenmethode (AES, SIMS) zu verifizieren.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass man mit Hilfe der HRXRD prinzipiell in der Lage ist, das Vorhandensein von Übergangsschichten zu erkennen, vorausgesetzt, in der Rockingkurve sind genügend signifikante lokale Minima und Maxima vorhanden und die Dicke der Übergangsschicht ist genügend groß (s. folgenden Abschnitt). Es wird deutlich, dass auch bei der MOVPE in Abhängigkeit von den Züchtungsbedingungen Effekte wie die Indium-Segregation, aber auch parasitäre Abscheidungen vom Suszeptor während des Hochheizens des Substrates auf die Züchtungstemperatur oder während einer Wachstumsunterbrechung an den Grenzflächen eine Rolle spielen. Auf diese Phänomene wird in Kap. 6 näher eingegangen.

4.3 Bestimmung des Quantengrabenprofils aus vergleichenden Untersuchungen mit HRXRD, PL und GID

Nicht immer lässt sich aus der Form der Rockingkurve entscheiden, ob eine Übergangsschicht an einer oder beiden Grenzflächen des Quantengrabens vorhanden ist oder nicht. Das trifft insbesondere dann zu, wenn in der Rockingkurve keine lokalen Minima und Maxima vorhanden sind (s. Abschnitt 4.1.3). Abb. 19 zeigt eine solche Rockingkurve und die zugehörigen Simulationen unter der Annahme eines Kastenprofils für die Indium-Verteilung (a) und unter der Annahme eines linearen Indium-Gradienten an der oberen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -Grenzfläche (b). Dabei wurde das Produkt $x \cdot d$ konstant gehalten. Wie bereits in 4.1.2 diskutiert, erhält man in diesem Fall

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

den gleichen Phasenverschiebungsparameter und die Differenzen zwischen beiden Simulationen sind marginal. Es ergibt sich nur für sehr kleine Ω -Winkel eine geringe Differenz in den Intensitäten. Die HRXRD ist in diesem Fall nicht empfindlich genug, um die Frage nach dem Quantengrabenprofil für dünne Schichten zu beantworten.

Die Röntgenbeugung unter streifendem Einfall (GID) wurde, wie in 3.5.2 vorgestellt, zur Charakterisierung von Übergangsschichten genutzt. Die bei verschiedenen Einfallswinkeln α_i gewonnenen Reflexionsprofile $I(\alpha_f)$ wurden mit der in /32/ und /33/ beschriebenen Theorie unter der Annahme des gleichen Parametersatzes für alle $I(\alpha_f)$ simuliert.

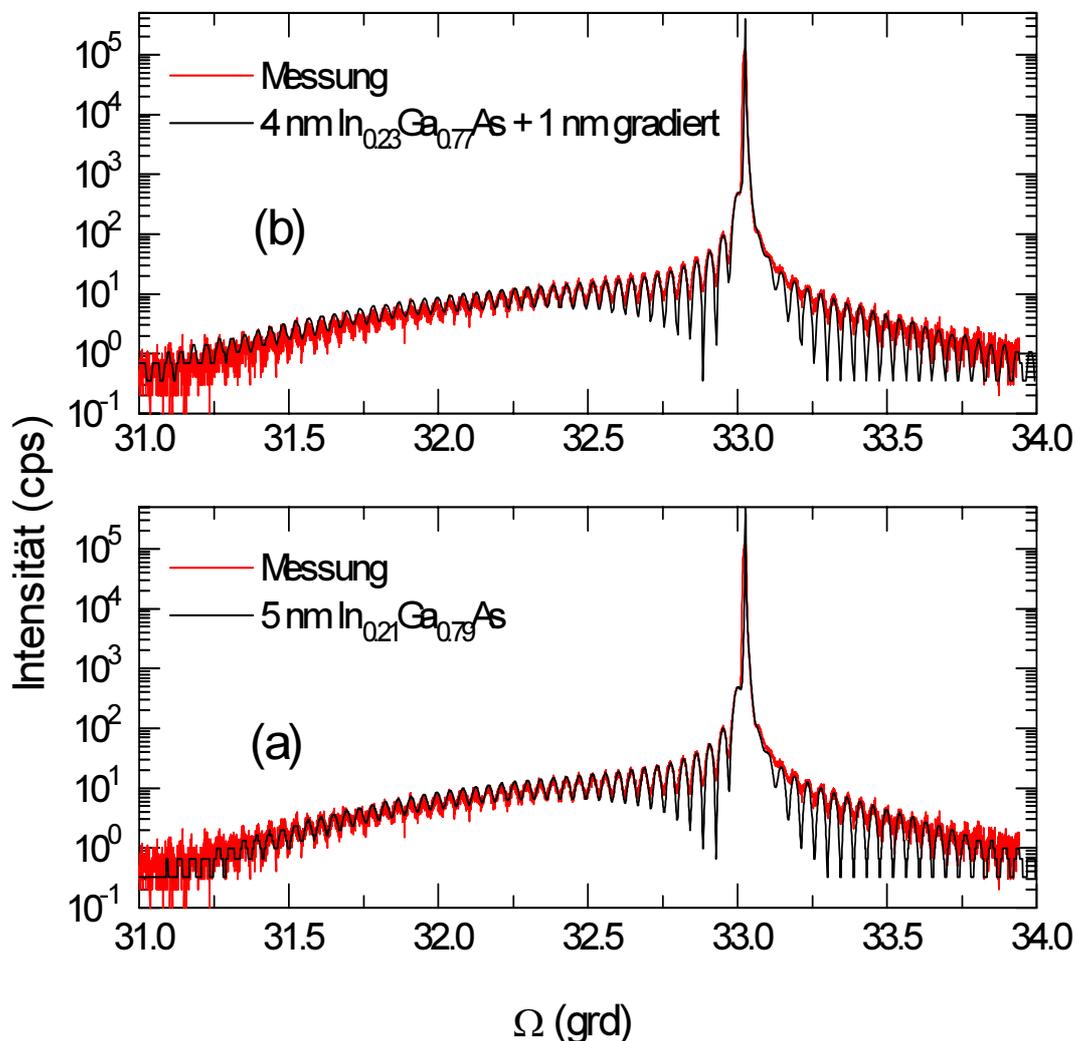


Abb. 19 Vergleich von HRXRD-Messung und Simulationen mit verschiedenen Quantengrabenprofilen: (a) Kastenprofil, (b) linearer Indium-Gradient an der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-Grenzfläche

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

In Abb. 20 sind die gemessenen GID-Intensitätsprofile der gleichen Probe (20242) wie in Abb. 19 mit den entsprechenden Simulationen dargestellt. Es wurde gefunden, dass unter Annahme eines Kastenprofils (homogene Indium-Konzentration im Quantengraben und abrupte Grenzflächenübergänge) ebenso wie bei der HRXRD eine Überlagerung der GaAs-Deckschichtoszillationen mit denen des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengrabens in Form einer Schwebung auftritt (s. Pfeil in Abb. 20 Mitte). Infolge der Nähe zur Oberfläche sind die Intensitätsdifferenzen der Dickenoszillationen größer als bei der HRXRD.

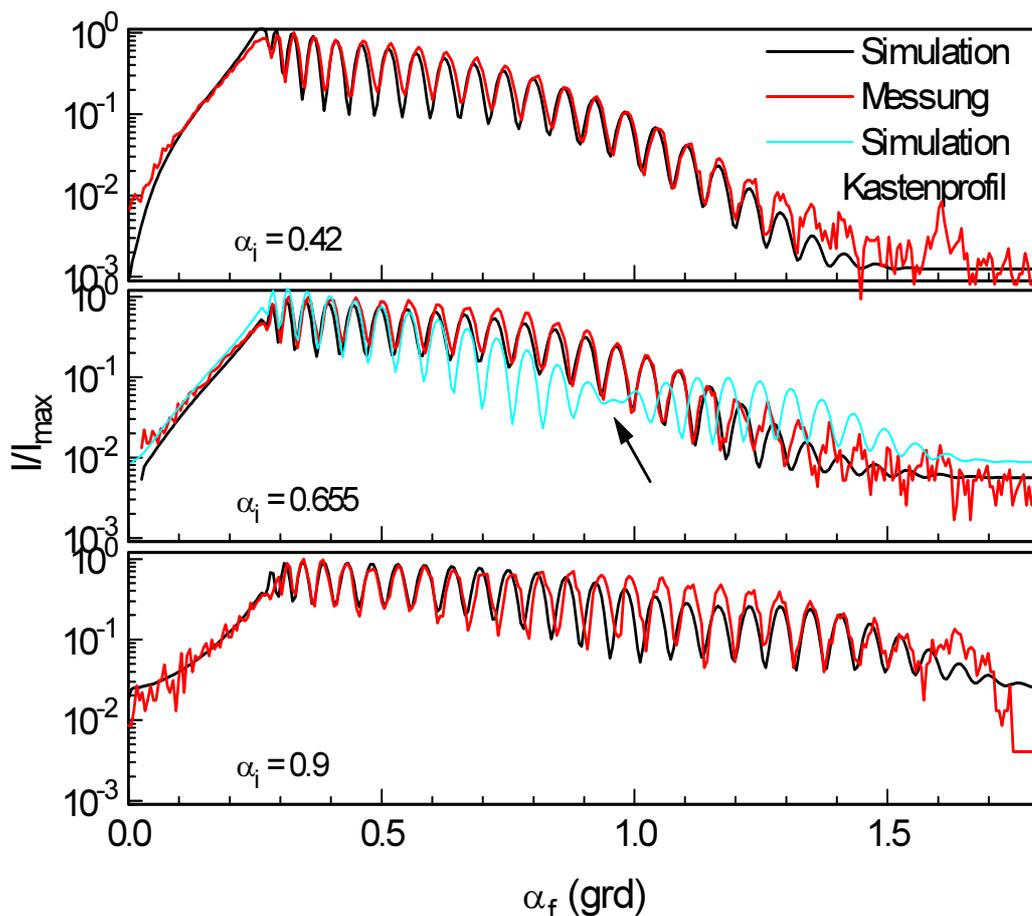


Abb. 20 GID-Messung für verschiedene Einfallswinkel α_i und zugehörige Simulationen

Demzufolge ist die GID gegenüber Grenzflächen empfindlicher, da die Schwebungen stärker ausgeprägt sind. Eine solche Schwebung wurde in der Messung aber nicht beobachtet. Nur unter Annahme einer Übergangsschicht verschwindet die Schwebung in den Simulationen und es konnte eine gute Übereinstimmung zwi-

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

schen Messung und Simulation erzielt werden. Die Ergebnisse der HRXRD- und GID-Untersuchungen für die Probe 20242 sind in Tab. 4 zusammengefasst.

Schicht	d-HRXRD (nm)		d-GID (nm)	x-HRXRD	
	Kastenprofil	mit Gradient		Kastenprofil	mit Gradient
Oxid auf GaAs-OF	-	-	4	-	-
GaAs-Deckschicht	118	118	118	-	-
Übergangsschicht	-	1	1	-	0.23→0
In _x Ga _{1-x} As	5	4	4	0.21	0.23

Tab. 4 Vergleich der HRXRD- und GID-Ergebnisse

Bei der Simulation der GID-Reflexionsprofile wurde der mit HRXRD gefundene mittlere x-Wert verwendet. Zwar ist die GID sehr empfindlich gegenüber Schichtdicken und Gradienten an den Grenzflächen, jedoch ist die Genauigkeit bei der Bestimmung der Indium-Konzentration geringer /33/.

Es kann aus der Simulation der GID-Messungen prinzipiell nicht entschieden werden, ob die obere oder die untere Grenzfläche des In_xGa_{1-x}As-Quantengrabens eine Übergangsschicht aufweist. Aus TEM-Untersuchungen an entsprechenden Strukturen ist bekannt, dass die GaAs/ In_xGa_{1-x}As-Grenzfläche eine Rauigkeit von 1 - 2 Monolagen aufweist /50/, also als abrupt betrachtet werden kann. Daraus folgt, dass die Übergangsschicht an der Grenzfläche In_xGa_{1-x}As/GaAs lokalisiert ist. Zum gleichen Ergebnis kommen auch Frigeri u. a. /51/.

Es können ebenso keine Aussagen darüber gemacht werden, ob es sich bei der beobachteten Übergangsschicht um ein Indium-Konzentrationsprofil oder um eine mittlere Rauigkeit der Grenzfläche handelt. Bei der GID wird eine Probenfläche von einigen cm² bestrahlt, so dass die gewonnenen Aussagen als Mittelwert über diese Fläche zu verstehen sind.

4. Bestimmung der strukturellen Parameter von GaAs/InGaAs/GaAs-Quantengraben

Da die mit HRXRD und TEM ermittelten Schichtdicken eine sehr gute Übereinstimmung zeigen und die gesamte Schicht mit von GaAs unterschiedlichem Brechungsindex zur Beugung beiträgt, kann angenommen werden, dass die mit HRXRD bestimmte Dicke des Quantengrabens als die Gesamtdicke von homogenem und gradiertem Schichtanteil zu verstehen ist. Demzufolge repräsentiert der x -Wert ebenso einen Mittelwert aus dem x -Wert des homogenen und des gradierten Teils. Aus dem $x \cdot d = \text{const.}$ -Kriterium läßt sich der x -Wert im homogenen Teil des Quantengrabens x_1 berechnen:

$$x_1 = \frac{x \cdot d}{d - d_1 / 2}, \quad (46)$$

wobei x und d die aus der Simulation mit dem Kastenprofil ermittelten Parameter sind und d_1 die aus der GID bestimmte Dicke der Übergangsschicht ist.

Wie in 3.4 dargestellt, kann aus den mittels HRXRD und GID gewonnene Parametern x und d die theoretische PL-Wellenlänge (λ -theo) berechnet werden. In Tab. 5 sind die berechneten λ -theo für drei Proben dargestellt, bei denen mit GID eine Übergangsschicht gemessen wurde. Die aus der Simulation der HRXRD-Rockingkurven mit einem Kastenprofil ermittelten Werte für Dicke und Zusammensetzung ergeben eine theoretische PL-Wellenlänge (λ -theo), die im Vergleich zum Messergebnis (λ -PL) zu kürzeren Wellenlängen verschoben ist. Die Differenz $\Delta\lambda$ zwischen beiden Wellenlängen beträgt ca. 10 nm. Unter Verwendung der Ergebnisse der GID und des aus (46) berechneten x -Wertes wurde eine gute Übereinstimmung zwischen theoretischer PL-Wellenlänge (λ -theo*) und λ -PL erzielt (s. Tab. 5).

Probe	λ -PL	d	x	λ - theo	$\Delta\lambda$	d - hom	d - grad	x_1	λ - theo*	$\Delta\lambda^*$
A	978.0	5	0.21	966.0	12.0	4.0	1.0	0.235	973.2	4.8
B	996.5	13	0.18	986.1	10.4	11.5	1.5	0.190	992.5	4.0
C	1005.5	20	0.18	994.8	10.7	18.0	2.0	0.190	1002.7	2.8

Tab.5 Vergleich der berechneten und gemessenen PL-Wellenlänge für verschiedene Formen des Quantentopfes (alle Wellenlängen- und Dickenangaben in nm)

Es muss erwähnt werden, dass insbesondere bei größeren Quantengrabendicken (≥ 15 nm) und höheren Indium-Konzentrationen ($x \geq 0.2$) die Abweichungen zwischen den gemessenen und berechneten PL-Wellenlängen einige 10 nm betragen können, wobei die gemessenen λ -PL immer eine Rotverschiebung zu den berechneten aufweisen. Um eine Übereinstimmung beider Wellenlängen zu erzielen, muss man bei der Berechnung von λ -theo einen um ca. 0.02 - 0.03 höheren x-Wert annehmen, als aus der HRXRD ermittelt. Der Einfluss der Verspannung auf die Bandlücke und die damit verbundene Blauverschiebung der PL-Wellenlänge wird offensichtlich im Modell zu stark berücksichtigt indem angenommen wird, dass die gesamte Verspannung nur in der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht lokalisiert ist und die umgebenden GaAs-Schichten als vollständig unverspannt betrachtet werden können. Diese Bedingung ist bei dünnen Quantengraben erfüllt. Je dicker aber der Quantengraben wird und je mehr Indium er enthält, desto mehr strebt das System nach einem Ausgleich der Verspannung, indem die umgebenden GaAs-Monolagen tensil verspannt werden und somit einen Teil der Verspannung aufnehmen. Zu diesem Ergebnis kommen auch Jones u. a. /52/. Sie schreiben diese Erscheinung einer elastischen Relaxation zu, die zu einer Probenkrümmung und somit zu einer lokalen Vergrößerung von a_{\parallel} führt. Zur Beschreibung dieses Phänomens wurde ein Faktor y für die pseudomorphe Idealität eingeführt, wobei gilt

$$\varepsilon_{\perp} = \frac{-2 \cdot C_{12}}{C_{11}} \varepsilon_{\parallel} \cdot y, \quad (47)$$

C_{11} und C_{12} sind die elastischen Konstanten für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$. In der betreffenden $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht wurden keine Anpassungsversetzungen beobachtet.

Man kann aber auch argumentieren, dass die beobachteten Diskrepanzen auf einen insgesamt zu hohen Einfluss der Verspannung auf die Bandlücke im verwendeten Modell zurückzuführen sind. Zou u. a. /53/ benutzten in ihrer Berechnung von λ -theo auf der Grundlage der HRXRD-Schichtparameter die Bandlücke unter Berücksichtigung der Verspannung als Fit-Parameter und konnten so eine gute Übereinstimmung zwischen λ -PL und λ -theo für verschieden dicke Quantengraben erzielen.

4.4 Zusammenfassung

Es kann festgestellt werden, dass die HRXRD gut geeignet ist, die strukturellen Parameter von idealen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben, die in GaAs eingebettet wurden, zu ermitteln. Insbesondere für Rockingkurven, die mindestens ein oder mehrere lokale Minima und Maxima enthalten, können auch Aussagen über die Qualität der Grenzflächen getroffen werden, wenn man die bei idealen Grenzflächen auftretenden Schwebungen durch die Überlagerung der Oszillationen von GaAs-Deckschicht und $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben betrachtet. Das Fehlen solcher Schwebungen in der Messkurve deutet auf einen Zusammensetzungsgradienten an der Heterogrenzfläche oder eine starke laterale Rauigkeit hin. Zwischen diesen beiden Erscheinungen kann nicht unterschieden werden. Die Einführung eines Zusammensetzungsgradienten an der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-Grenzfläche in das Simulationsmodell ermöglicht es in vielen Fällen, die gemessenen Rockingkurven erfolgreich anzupassen. Da aber dabei die Eindeutigkeit der Parameterwahl nicht mehr gegeben ist, empfiehlt es sich, die Ergebnisse mit einer anderen Methode zu überprüfen.

Zur Analyse von Grenzflächenübergangsschichten kann die AES verwendet werden, wobei beachtet werden muss, dass die Tiefenauflösung dieser Methode 2 nm beträgt und somit Übergangsschichten mit einer Dicke < 2 nm nicht mehr gemessen werden können. Die Ergebnisse der HRXRD und der AES zeigten eine sehr gute Übereinstimmung für dickere Übergangsschichten.

Mit der GID hat man eine Methode zur Verfügung, die auch gegenüber Grenzflächenübergangsschichten < 2 nm empfindlich ist. Sie ist insbesondere dazu geeignet, $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicken < 5 nm zu bestimmen. Die Kombination mit der HRXRD ermöglicht eine sichere Bestimmung der Form des Quantengrabens, wenn beide Messungen mit dem selben Parametersatz simuliert werden können.

5. Relaxationsprozesse bei moderater Indium-Konzentration ($x \leq 0.2$)

5.1 Zusammenhang zwischen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke, Zusammensetzung und Relaxation bei konstanter Züchtungstemperatur

5.1.1 Modellvorstellungen

Wie in Kap.2 dargestellt, war das Relaxationsverhalten von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben bereits Gegenstand zahlreicher Untersuchungen [1 - 18]. Schon Matthews und Blakeslee [2,3] unterschieden verschiedene Relaxationsmechanismen, die zu unterschiedlich großen kritischen Schichtdicken für die Versetzungsentstehung führen (Abb. 21).

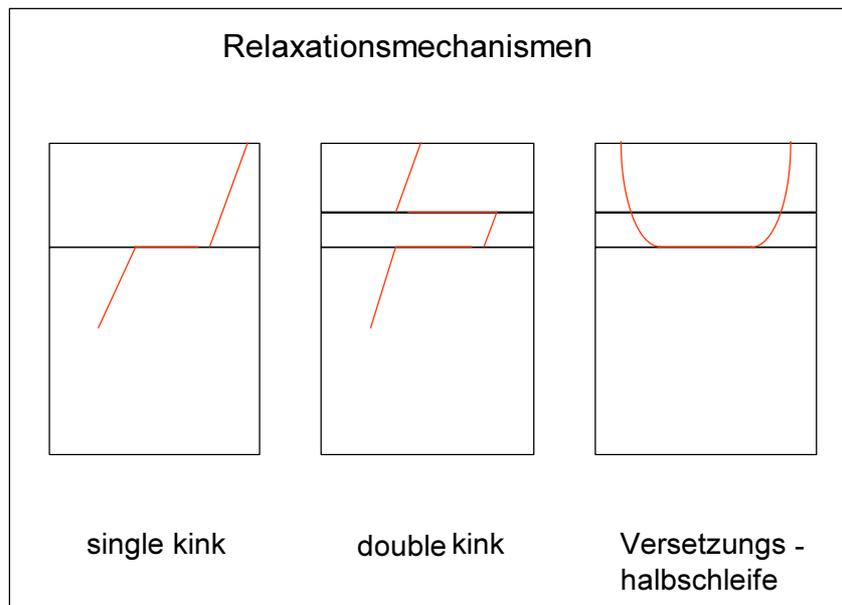


Abb.21 Bildungsmechanismen von Anpassungsversetzungen im GaAs/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-System

Für eine einzelne verspannte Schicht auf einem Substrat gilt für das Kräftegleichgewicht zum Umbiegen einer durchgehenden Versetzung $F_\varepsilon = F_l$. Dieses Modell wird als single-kink-Modell bezeichnet. In diesem Fall wird h_c beschrieben durch

$$h_c = \frac{b}{4\pi f} \cdot \frac{(1 - \nu \cos^2 \alpha)}{(1 + \nu)} \left(\ln \frac{h_c}{b} + 1 \right) \quad (48)$$

Diese Gleichung unterscheidet sich von der für ein Multischichtsystem mit Schichten gleicher Dicke, aber unterschiedlicher Zusammensetzung (4) durch den Faktor $1/4$, da bei der Herleitung von (4) vorausgesetzt wurde, dass die Verspannung $\varepsilon = f/2$ ist und an jeder Grenzfläche Anpassungsversetzungen gebildet werden.

Für ein Zweischichtsystem kann angenommen werden, dass sich ebenfalls an jeder Grenzfläche Anpassungsversetzungen ausbilden (double-kink-Modell), die Kräftebalance also $F_\varepsilon = 2F_I$ betragen muss. Die Verspannung ist in diesem Fall $\varepsilon = f$. Die kritische Dicke wird demnach durch

$$h_c = \frac{b}{2\pi f} \cdot \frac{(1 - \nu \cos^2 \alpha)}{(1 + \nu)} \left(\ln \frac{h_c}{b} + 1 \right) \quad (49)$$

beschrieben. Eine weitere Möglichkeit zur Ausbildung von Anpassungsversetzungen ergibt sich durch die Erzeugung einer Versetzungshalbschleife an der Probenoberfläche, die dann auf den $\{111\}$ -Ebenen zur Grenzfläche gleiten kann. In [3] wurde unter Betrachtung der Energiebalance zwischen der Energie zur Erzeugung einer solchen Versetzungshalbschleife E_E und der freigesetzten elastischen Energie ein Ausdruck für den kritischen Radius R_c einer solchen Versetzungsschleife hergeleitet. Unter Vernachlässigung der Beiträge der Oberflächenspannung und der Stapelfehlerenergie zur Energiebalance kann dieser Ausdruck vereinfacht werden und nimmt folgende Form an:

$$R_c = \frac{b}{8\pi f} \cdot \frac{(1 - \frac{\nu}{4})}{(1 + \nu) \cdot 0.5878} \left(\ln \frac{8R_c}{b} + 2 \right) \quad (50)$$

Der so berechnete kritische Radius ist mit der kritischen Schichtdicke h_c über die Beziehung

$$h_c = R_c \cdot \cos \Phi \quad (51)$$

verbunden, wobei Φ der Winkel zwischen den Oberflächennormalen der Gleitebene und der Ebene der Grenzfläche ist. Die Vernachlässigung der Stapelfehlerenergie ist gerechtfertigt, da die 60° -Versetzungen in kompressiv verspannten Systemen nur sehr gering dissoziiert sind [54].

In Abb. 22 sind die aus der Matthews/Blakeslee-Theorie für verschiedene Relaxationsmodelle berechneten kritischen Dicken für ein GaAs/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-Zweischichtsystem in Abhängigkeit von der Indium-Konzentration dargestellt. In die-

sem Modell werden Einflüsse der Züchtungstemperatur nicht betrachtet und es wird eine homogene Verteilung der Verspannung vorausgesetzt.

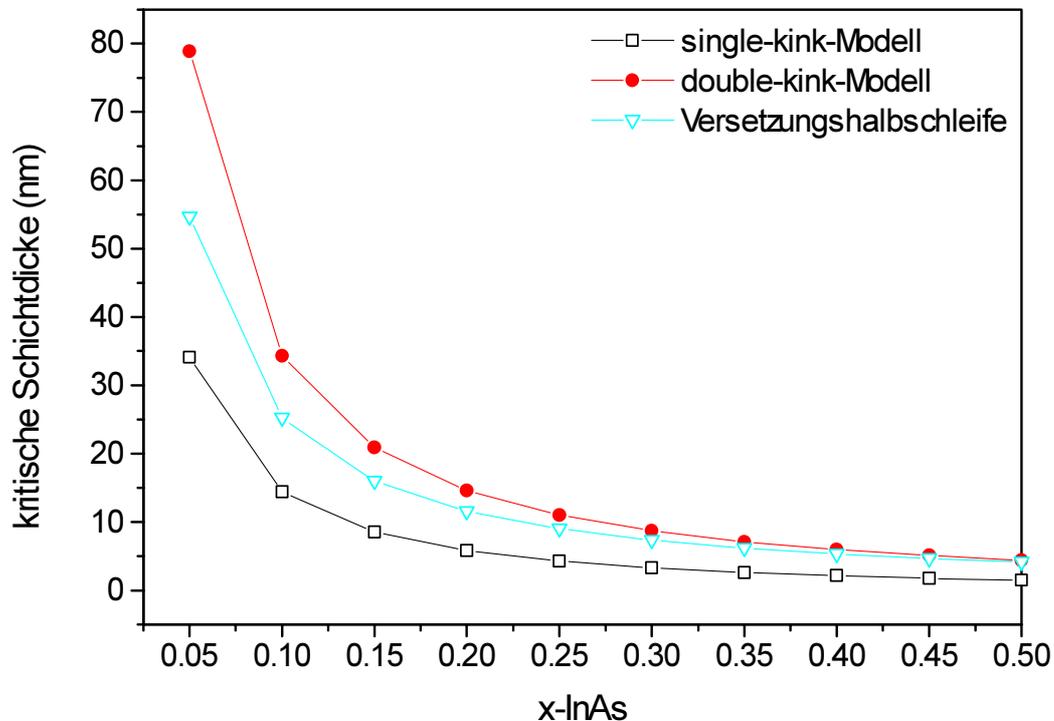


Abb. 22 Berechnung der kritischen Schichtdicke nach der Matthews/Blakeslee-Theorie für verschiedene Relaxationsmechanismen

5.1.2 Untersuchung der kritischen Schichtdicke in Abhängigkeit von den strukturellen Parametern des Quantengrabens

Um die Abhängigkeit des Relaxationsprozesses von der Indium-Konzentration experimentell zu überprüfen, wurden bei einer Abscheidungstemperatur von 750°C $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengräben mit drei verschiedenen Indium-Konzentrationen ($x = 0.14, 0.16, 0.18$) und jeweils drei Schichtdicken auf exakt (001)-orientierten GaAs-Substraten abgeschieden. Die Substrate wurden mit dem horizontalen Bridgman-Verfahren gezüchtet und hatten Versetzungsdichten von $5 \cdot 10^2$ bis $1 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-2}$. Die GaAs-Deckschichtdicke betrug ca. 400 nm für die Serie bei $x = 0.145$ und ca. 100 nm für $x = 0.16$ und 0.18 . Die strukturellen Parameter x und d wurden mit der HRXRD unter der Annahme idealer Grenzflächen bestimmt. Die Defektstruktur wurde mit KL untersucht. In Abb. 23 sind die sich mit zunehmender Schichtdicke ausbil-

denden Anpassungsversetzungen als dunkle Linien (DLDs - dark line defects) zu sehen.

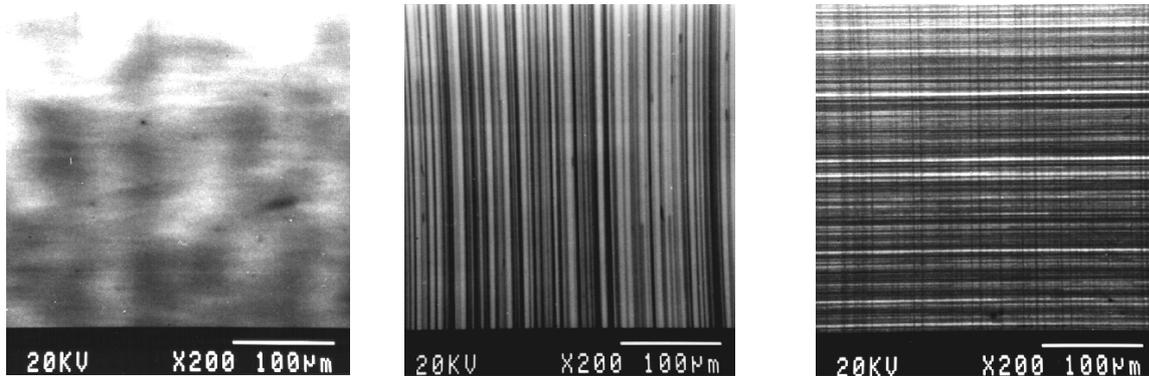


Abb. 23 KL-Abbildung der Defektstruktur für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben mit $x = 0.145$, $d = 16.5$ nm (links), $d = 21$ nm (Mitte) und $d = 35$ nm (rechts)

Für die moderate Indium-Konzentration von $x = 0.145$ ($f = 1.06\%$) sind in der KL-Abbildung bei geringen Schichtdicken nur DSDs mit der für das GaAs-Substrat typischen Dichte zu sehen (Abb. 23 links). Mit zunehmender Dicke des Quantengrabens wird zuerst das Gleitsystem für α -Versetzungen aktiviert (Abb. 23 Mitte, Versetzungen parallel $[1-10]$), dann zusätzlich auch das Gleitsystem für β -Versetzungen (Abb. 23 rechts, Versetzungen parallel zu beiden orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen). Deutlich ist die auch von anderen Autoren /3, 7, 16/ beschriebene Anisotropie der Versetzungsdichte in den orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen zu sehen. Die Ursache für die Anisotropie ist die für α - und β -Versetzungen unterschiedliche Energie zur Erzeugung der Versetzung und die für beide Versetzungstypen unterschiedliche Gleitgeschwindigkeit /55/.

Die Dichte der parallel zu $[1-10]$ verlaufenden Versetzungen ist bereits so groß, dass sich Versetzungsbündel ausbilden (sichtbar am unterschiedlichen Kontrast der DLDs). Bei Variation der Beschleunigungsspannung des Elektronenstrahls von 7 bis 30 kV und der entsprechenden Variation der Eindringtiefe von 0.4 bis 3.6 μm /56/ verändert sich die Defektdichte nicht. Das ist ein Hinweis darauf, dass die beobachteten Versetzungen nur an einer Grenzfläche lokalisiert sind. Das Maximum der Tiefenverteilung der Primärelektronen und somit auch der erzeugten Elektronen-Loch-Paare liegt bei ca. 1/3 der Eindringtiefe (z. B. bei 130 nm für 7 kV) und die GaAs-Deckschichtdicke beträgt 400 nm.

Dieser Befund wird durch die TEM-Analyse an ionengeätzten Querschnitten bestätigt (Abb. 24).

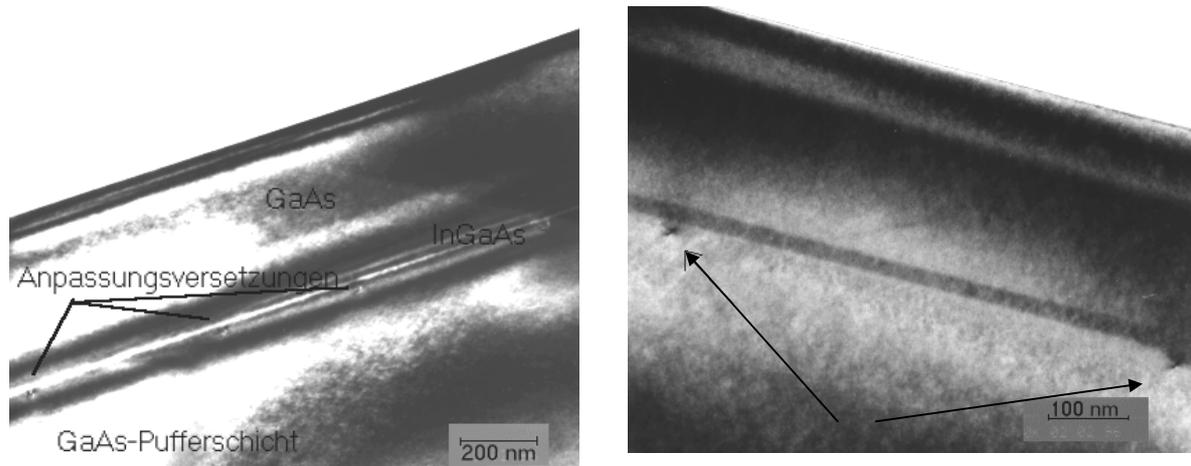


Abb.24 TEM-Querschnittsabbildung der Anpassungsversetzungen in einem GaAs/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-System (Probe 20082)

In Abb. 24 links sind nahezu äquidistante Anpassungsversetzungen mit einem Abstand von ca. 500 nm zu sehen. Das ergibt eine Liniendichte von $2 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-1}$. Mit Hilfe der Formeln (1) und (17) errechnet sich daraus ein Relaxationsgrad von $R = 7.4\%$. Die Dicke der GaAs-Deckschicht wurde zu 400 nm und die des Quantengrabens zu 40 nm bestimmt. Aus Abb. 24 rechts ist ersichtlich, dass die Anpassungsversetzungen in die GaAs-Pufferschicht hinein verschoben sind. Es wurden keine Versetzungen an der oberen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-Grenzfläche beobachtet.

Die HRXRD-Rockingkurven der Proben dieser Serie sind in Abb. 25 zusammen mit den Simulationsergebnissen dargestellt. Mit zunehmender Schichtdicke und damit steigender Defektdichte verschlechtert sich die Qualität der Rockingkurven. So sind z. B. in der Rockingkurve der Probe 20082 ($x = 0.145$, $d = 35 \text{ nm}$) keine Deckschichtdickenoszillationen mehr sichtbar und der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeak der Messkurve ist gegenüber der Simulation verbreitert.

Die Ergebnisse der KL- und HRXRD-Untersuchungen für die drei Probenserien sind in Tab. 6 dargestellt. Die Dichte der parallel zur [1-10]-Richtung liegenden Anpassungsversetzungen (α -Versetzungen) ist immer größer als die der parallel zur [110]-Richtung liegenden β -Versetzungen. Dieser Befund deckt sich mit den in der Literatur beschriebenen Vorzugsrichtungen für die Relaxation in kompressiv verspannten Schichten [17, 57].

Bei der Bestimmung der Defektdichte muss beachtet werden, dass das laterale Auflösungsvermögen der KL bei Zimmertemperatur und der zur Abbildung verwendeten

Beschleunigungsspannung von 20 kV bei $\geq 2\mu\text{m}$ liegt (laterale Verteilung der Primärelektronen + Diffusionslänge der Minoritätsladungsträger). Damit beträgt die maximal bestimmbare Defektdichte $5 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-1}$. Näher als $2\mu\text{m}$ beieinanderliegende Versetzungen werden nicht mehr getrennt, so dass die reale Defektdichte wesentlich größer als die mit KL beobachtete sein kann, insbesondere trifft das dann zu, wenn sich Versetzungsbündel ausbilden.

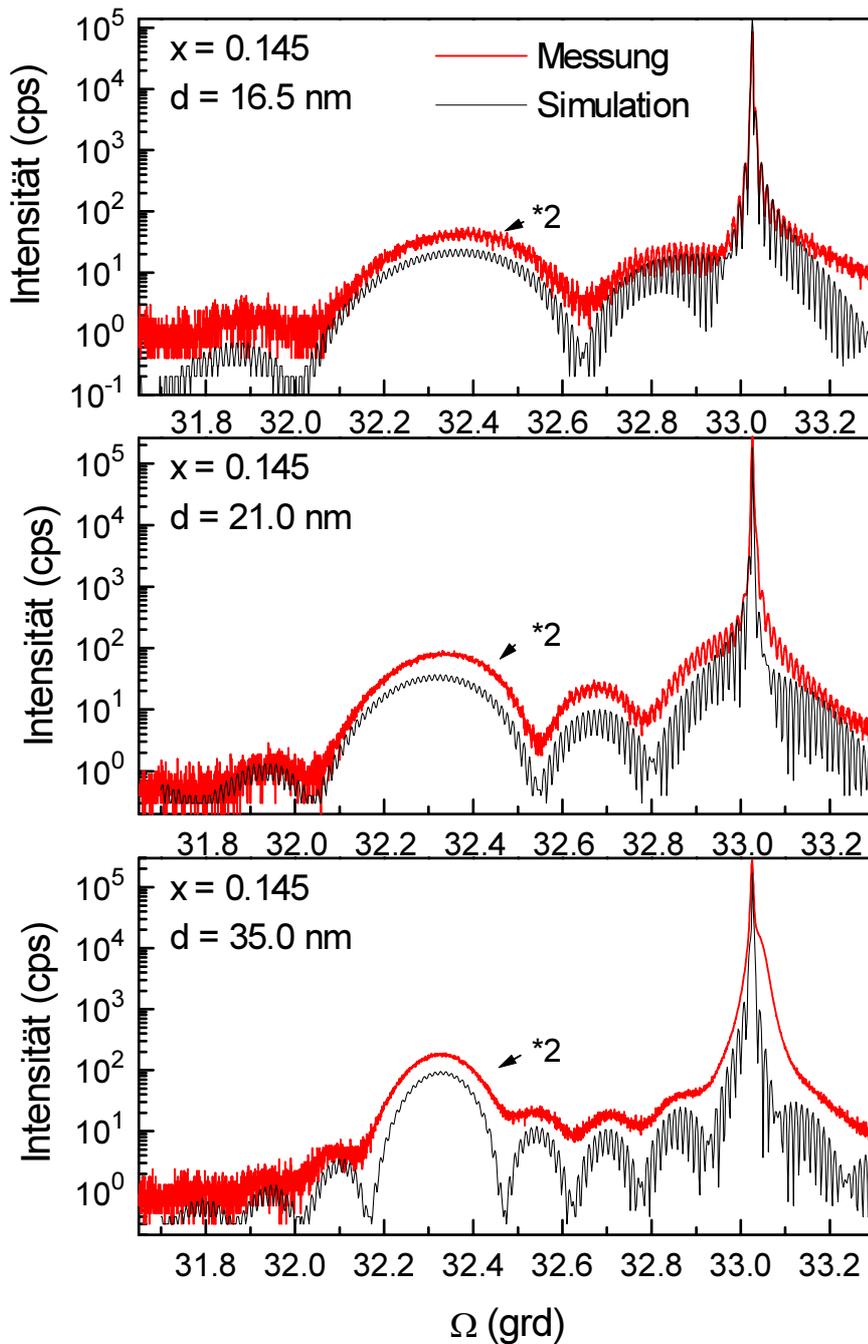


Abb. 25 Vergleich der Rockingkurven und Simulationen für die Serie $x = 0.145$ für verschiedene $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicken

5. Relaxationsprozesse bei moderater Indium-Konzentration ($x < 0.2$)

Auf diesen Umstand ist auch die große Diskrepanz der mit TEM und KL bestimmten Defektdichten für Probe 20082 zurückzuführen ($2 \cdot 10^4 \text{ cm}^{-1}$ bzw. $2.8 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-1}$). Von Fitzgerald u. a. /58/ wurde für sehr dicke $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten ($d \approx 1 \mu\text{m}$) gefunden, dass nicht alle Anpassungsversetzungen, die mit TEM beobachtet wurden, auch in der KL rekombinationsaktiv waren. Durch die große Versetzungsdichte in den Proben hatten schon zahlreiche Versetzungsreaktionen stattgefunden, so dass nicht nur 60° -Versetzungen, sondern auch Stufenversetzungen beobachtet wurden. Demgegenüber fanden Grundmann u. a. /7/ für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben besonders bei geringen Versetzungsdichten eine 1:1-Korrespondenz der mit TEM und KL bestimmten Dichten. Die KL ist insbesondere bei geringen Dichten zur Abbildung von Defekten geeignet, wenn mit TEM infolge des geringen Gesichtsfeldes keine Defekte mehr beobachtet werden. In diesem Sinne sind beide Methoden komplementär.

Probe	d- $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ (nm)	x	d-GaAs- Deckschicht (nm)	Dichte * II [110] (cm^{-1})	Dichte ** II [1-10] (cm^{-1})	Gesamtdichte (cm^{-2})
20 080	16.5	0.145	412	0	0	0
20 081	21	0.145	407	$1.6 \cdot 10^3$	0	-
20 082	35	0.145	-	$2.8 \cdot 10^3$	$1.6 \cdot 10^3$	$4.5 \cdot 10^6$
20 468	15	0.16	120	0	0	0
20 469	20	0.16	120	$3.8 \cdot 10^2$	$0.9 \cdot 10^2$	$3.3 \cdot 10^4$
20 578	23.5	0.16	120	$3.2 \cdot 10^3$	$9 \cdot 10^2$	$2.9 \cdot 10^6$
20 105	13	0.175	86	0	0	0
20 106	20	0.18	87	$1.7 \cdot 10^3$	$2.3 \cdot 10^2$	$3.9 \cdot 10^5$
20 122	26	0.18	85	$3.4 \cdot 10^3$	$2.6 \cdot 10^3$	$8.8 \cdot 10^6$

Tab. 6 Strukturelle Parameter und KL-Defektdichte für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben mit moderater Indium-Konzentration ($x < 0.2$), * Versetzungslinie parallel zu $[1 \ -1 \ 0]$ (α -Versetzungen), ** Versetzungslinie parallel zu $[1 \ 1 \ 0]$ (β -Versetzungen)

In Abb. 26 ist dargestellt, wie sich die experimentellen Ergebnisse bezüglich der Matthews/Blakeslee-Modelle einordnen. Es wurden für den jeweiligen x -Wert die Schichtdicken eingetragen, bei denen zuerst Anpassungsversetzungen beobachtet wurden. Da die Dicke, bei der die ersten Versetzungen entstehen, in den hier vorgestellten Untersuchungen experimentell nicht genau getroffen werden konnte, beschreiben die in Abb. 26 eingetragenen Fehlerbalken die Unsicherheit bei der Bestimmung der experimentellen kritischen Dicke. Es wird deutlich, dass die mit dem single-kink-Modell berechneten kritischen Dicken gegenüber dem Experiment etwa um den Faktor 2 zu gering sind. Da die Versetzungen nur an der unteren Heterogrenzfläche beobachtet wurden, scheidet das double-kink-Modell zur Beschreibung der Relaxation aus, obwohl die damit berechneten Dicken das Experiment gut beschreiben. Auf die gute Übereinstimmung der experimentell beobachteten kritischen Schichtdicken mit dem double-kink-Modell verwies bereits Ballingall /12/.

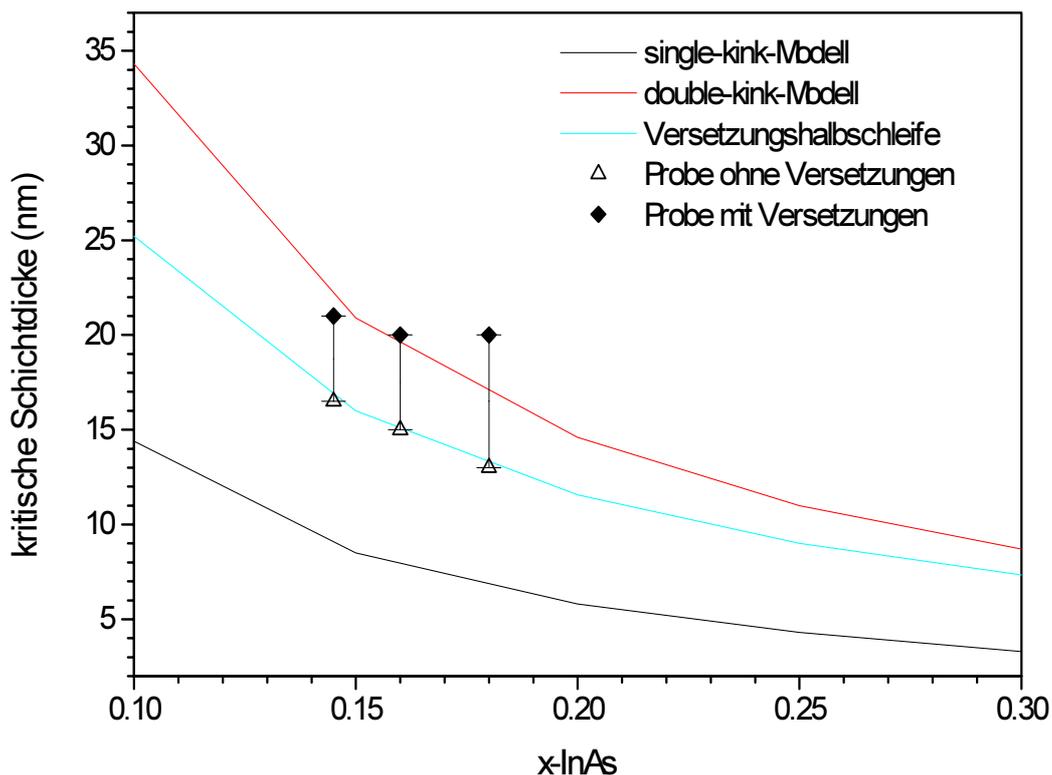


Abb. 26 Experimentelle Ergebnisse für die Bestimmung der kritischen Schichtdicke ($T_Z = 750^\circ\text{C}$)

Whitehouse u. a. /59/ untersuchten mit in-situ-Röntgentopographie MBE- $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten. Diese zeigten bei Substraten mit moderater Versetzungsdichte die ersten Anpassungsversetzungen durch das Umbiegen von Substratversetzungen bei der

Matthews/Blakeslee-single-kink-Dicke. Darüber hinaus beobachteten sie bei einer etwa um den Faktor 2 höheren Schichtdicke eine besonders verstärkte Versetzungsbildung. In Probenbereichen, die frei von Substratversetzungen waren, begann die Versetzungsbildung erst bei dieser Dicke. Das bedeutet, dass ein Versetzungsbildungsmechanismus, der unabhängig von Substratversetzungen wirkt, aktiviert wurde.

Da die in der vorliegenden Arbeit gefundene kritische Dicke mit der von Whitehouse gefundenen zweiten charakteristischen Dicke übereinstimmt, wird deutlich, dass die hier beobachteten Anpassungsversetzungen durch eine andere Versetzungsquelle als Substratversetzungen entstanden sind. Barnett u. a. /60/ berichteten, dass die Vorzugsrichtung für die Versetzungsbildung vom Burgers-Vektor der in der Probe vorhandenen durchgehenden Versetzungen abhängt. Diese Abhängigkeit wurde für die Anpassungsversetzungen, die bei der zweiten charakteristischen Dicke entstehen, nicht beobachtet.

Da in der vorliegenden Untersuchung die Gesamtdichte der Anpassungsversetzungen wesentlich größer ist als die Dichte der durchgehenden Substratversetzungen, erscheint ein Bildungsmechanismus über Versetzungshalbschleifen als wahrscheinlich. Die mit dem Modell der Relaxation über Versetzungshalbschleifen berechneten kritischen Dicken liegen am unteren Rand des Fehlerbalkens in Abb. 26 und beschreiben somit das Relaxationsverhalten der bei 750°C gezüchteten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben mit hinreichender Genauigkeit. Auch von Meshkinpour u. a. /61/ wurde gefunden, dass Nukleationspunkte an der Oberfläche der wachsenden Schicht als Quellen für die Bildung von Anpassungsversetzungen wirken.

Von Möck u. a. /62/ wurde für das Einsetzen einer sogenannten substantiellen Relaxation, die mit einem drastischen Absinken des Gitterparameters a_{\perp} verbunden ist, eine um den Faktor 4 größere Dicke als die mit dem Matthews/Blakeslee-single-kink-Modell berechnete gefunden. Dieses Phänomen wurde von ihnen auf den Beginn eines Versetzungsmultiplikationsmechanismus, wie er von Beanland /63, 64/ für Spiral- und Frank-Read-Quellen berechnet wurde, zurückgeführt. Die in dieser Arbeit gefundene kritische Dicke liegt aber unter der für die substantielle Relaxation und ist demzufolge auf die Generation von Anpassungsversetzungen und noch nicht auf eine Versetzungsmultiplikation zurückzuführen. Ebenso auszuschließen ist die Versetzungsmultiplikation über den Hagen-Strunk-Mechanismus /65, 66/, da für diesen Prozess orthogonale Versetzungen mit identischem Burgers-Vektor vorliegen müs-

sen und z. B. im Fall der Probe 20081 Versetzungen nur parallel einer Richtung gefunden wurden.

5.1.3 Untersuchung des Relaxationsgrades mit HRXRD

Zur Berechnung des Relaxationsgrades reicht die Genauigkeit der Bestimmung der Defektdichte mit der KL nicht aus, da sich fast eine Größenordnung Unterschied zu den mit TEM ermittelten Werten ergeben kann. Aus diesem Grund wurde mit HRXRD die Intensitätsverteilung $I(q_x, q_z)$ um bestimmte Bragg-Reflexe im reziproken Raum (im Folgenden area maps genannt) gemessen (Abb. 27).

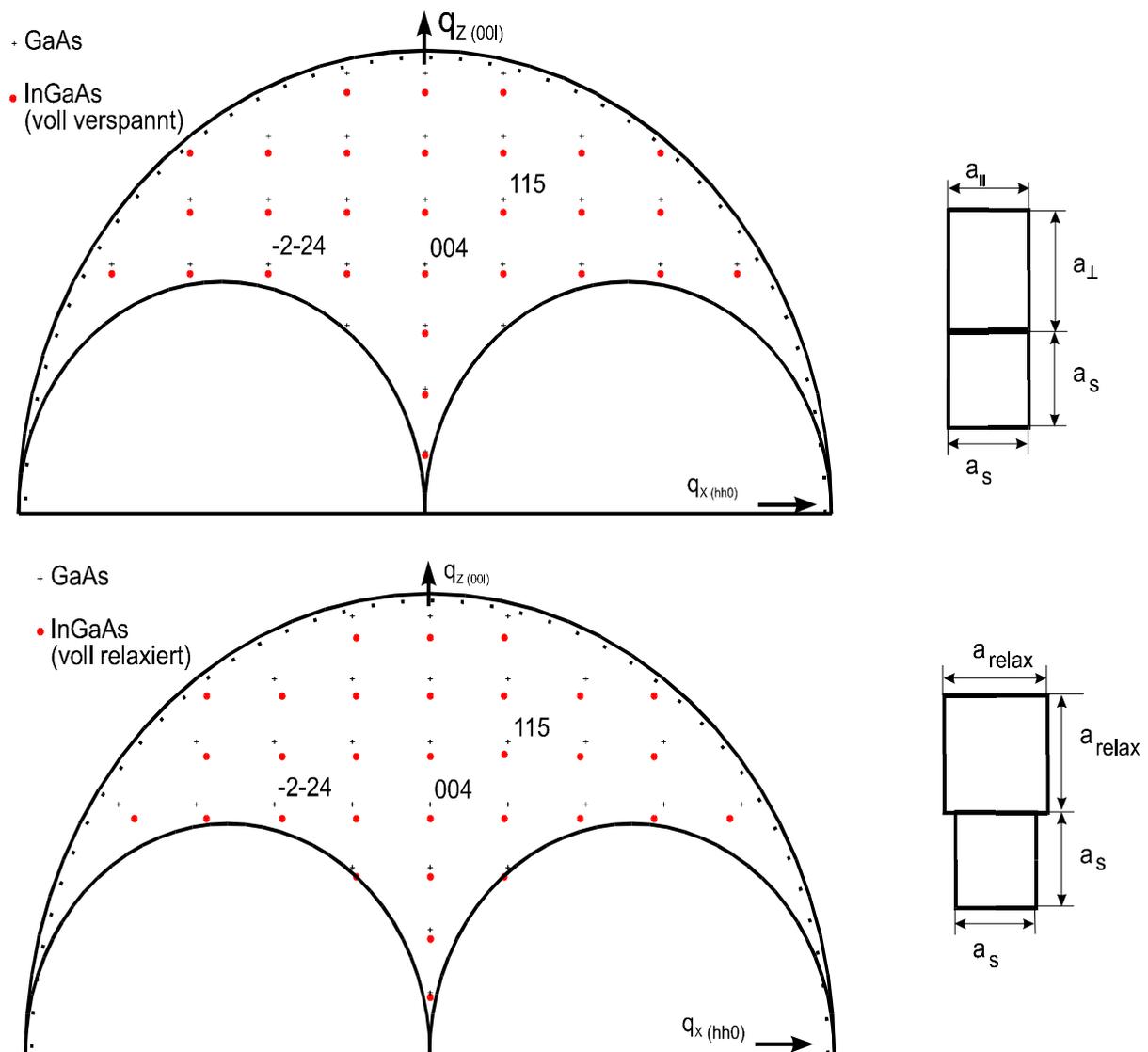


Abb. 27 Reflexe im reziproken Raum für eine vollständig verspannte $In_xGa_{1-x}As$ -Schicht (oben) und für eine vollständig relaxierte $In_xGa_{1-x}As$ -Schicht (unten)

Aus der Winkellage von GaAs- und $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Peak können die Koordinaten des reziproken Raumes q_x , q_z für Schicht bzw. Substrat gemäß (51, 52) bestimmt werden:

$$q_x = k_0 \cdot [\cos \Omega - \cos(2\Theta - \Omega)] \quad (51)$$

$$q_z = k_0 \cdot [\sin \Omega + \sin(2\Theta - \Omega)], \quad (52)$$

wobei $k_0 = 2\pi/\lambda$ der Betrag des Wellenvektors der einfallenden Welle ist. Zur Bestimmung der reziproken Koordinaten des Quantengrabens wurde das Intensitätsmaximum des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks genutzt.

Für asymmetrische Reflexe können aus den reziproken Koordinaten des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks q_x , q_z die Gitterkonstanten a_{\parallel} und a_{\perp} berechnet werden. Es wurden area maps am (115)- und am (-2 -24)-Reflex gemessen. Für den (115)-Reflex ergibt sich:

$$a_{\parallel} = \frac{2\pi \cdot \sqrt{2}}{q_x}, \quad a_{\perp} = \frac{5 \cdot 2\pi}{q_z} \quad (53)$$

und für den (-2 -24)-Reflex

$$a_{\parallel} = \frac{4\pi \cdot \sqrt{2}}{q_x}, \quad a_{\perp} = \frac{2 \cdot 4\pi}{q_z}. \quad (54)$$

Daraus kann dann der Relaxationsgrad R gemäß (17) berechnet werden. Abb. 28 zeigt einen (115)-area map der Probe 20122 in reziproken Koordinaten, der mit dem Programm MRD der Fa. Philips erstellt wurde. In diesem Programm sind die Koordinaten x , y auf eine Ewald-Kugel mit dem Durchmesser 1 bezogen. Die Koordinaten des reziproken Raumes q_x , q_z können daraus berechnet werden ($q_x = (4\pi \cdot x)/\lambda$, $q_z = (4\pi \cdot y)/\lambda$).

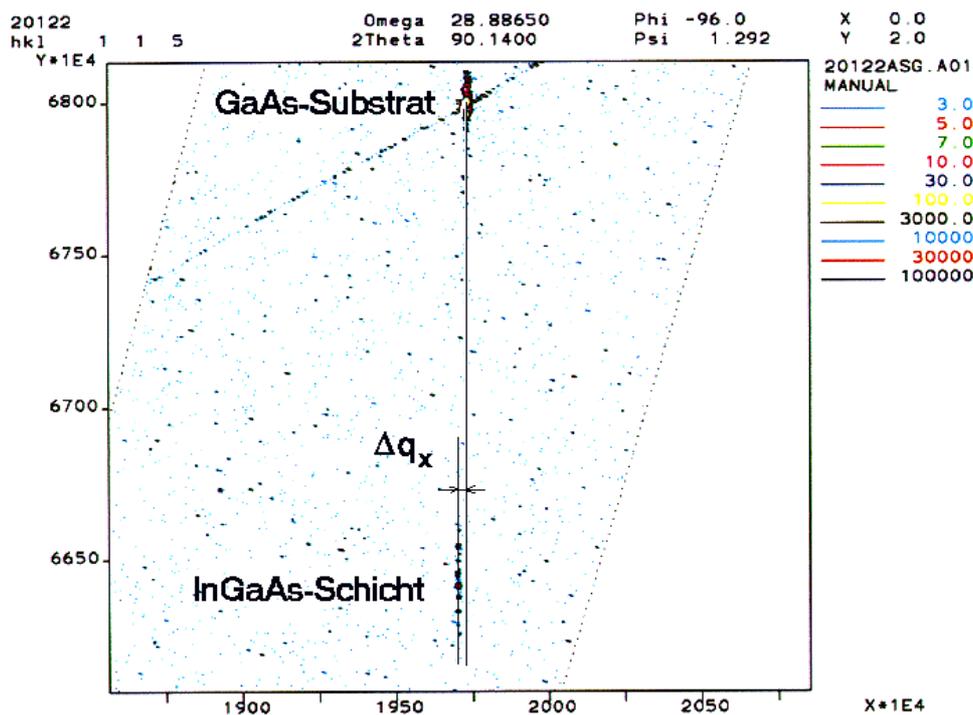


Abb. 28 (115)-area map eines teilrelaxierten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengrabens

Die Relaxation zeigt sich in einer Verschiebung des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks gegenüber dem GaAs-Peak in q_x . Bei Verwendung der Drei-Achsen-Geometrie mit ihrer Winkelauflösung von 13 arcsec sind die Intensitäten des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks sehr gering (einige cps) und bei Proben mit hohen Defektdichten ist kein Schichtpeak mehr meßbar. Deshalb wurde in einigen Fällen der area map mit einem 0.45 mm breiten Spalt gemessen (Akzeptanzwinkel 0.08°).

Die Intensitäten und zugehörigen Winkel wurden aus den mit der MRD-Software erstellten Contour-Plots mit einer Schrittweite von $\Delta\Omega = 0.0015^\circ$ und $\Delta 2\Theta = 0.0005^\circ$ ausgelesen. Das führt zu einer Abweichung bei der Bestimmung der Gitterkonstanten von $\pm 0.0002 \text{ \AA}$. Folgende Parameter wurden bei der Berechnung verwendet: $a_{\text{GaAs}} = 5.65353 \text{ \AA}$, $a_{\text{InAs}} = 6.0585 \text{ \AA}$, $v = 0.325$. In Tab. 7 sind die Ergebnisse der Messungen für die Probe 20081 zusammengefaßt, wobei ϕ der azimutale Drehwinkel ist.

5. Relaxationsprozesse bei moderater Indium-Konzentration ($x = 0.2$)

Reflex	ϕ (°)	$a_{ }$ (Å)	a_{\perp} (Å)	a_L (Å)	x	R (%)
(-2 -24)	0	5.6546	5.7621	5.7104	0.14	1.8
	90	5.6525	5.7615	5.7091	0.137	0
(115)	0	5.6558	5.7609	5.7100	0.14	4.0
	90	5.6526	5.7653	5.7111	0.142	0

Tab.7 Ergebnisse der Bestimmung der Gitterkonstanten und des Relaxationsgrades für Probe 20081 aus den (115)- und (-2 -24)-area maps

Für die beiden orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ($\phi = 0^\circ$ bzw. 90°) wurden unterschiedliche parallele Gitterkonstanten $a_{||}$ ermittelt.

Das bestätigt die KL-Beobachtung, dass die Anpassungsversetzungen nur parallel einer Richtung auftreten. Die Elementarzelle ist in diesem Fall nicht mehr tetragonal sondern orthorhombisch verspannt [7, 67, 68]. Die Gitterkonstante der freien Schicht a_L wird in diesem Fall aus (55) berechnet [68].

$$\frac{\Delta a_L}{a_S} = \frac{1-\nu}{1+\nu} \cdot \left(\frac{\Delta a}{a} \right)_{\perp} + \frac{\nu}{1+\nu} \cdot \left[\left(\frac{\Delta a}{a} \right)_{||[110]} + \left(\frac{\Delta a}{a} \right)_{||[1-10]} \right] \quad (55)$$

Da die Messungen für den (115)- und den (-2 -24)-Reflex an unterschiedlichen Probenstücken vorgenommen wurden, kann die für den Relaxationsgrad beobachtete Differenz einer inhomogenen Versetzungsverteilung zugeschrieben werden. Die Zusammensetzung wurde für beide Reflexe übereinstimmend mit 0.14 ermittelt. Dieser Wert deckt sich innerhalb der Fehlergrenzen mit dem aus der Simulation bestimmten x von 0.145. Der Relaxationsgrad von 1.8% entspricht einer Versetzungsdichte von $4.5 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-1}$ (äquidistante 60° -Versetzungen). Dieser Wert ist etwa um den Faktor 2 größer als der mit KL bestimmte (s. Tab.6). Die mit der KL bestimmte Versetzungsdichte ist somit nur ein Anhaltspunkt für die untere Grenze der wirklich in der Probe vorhandenen Dichte von Anpassungsversetzungen.

Für die Probenserie mit $x = 0.18$ ($f = 1.3\%$) wurden mit HRXRD folgende Werte ermittelt:

5. Relaxationsprozesse bei moderater Indium-Konzentration ($x = 0.2$)

Probe	d (nm)	Reflex	ϕ (°)	$a_{ }$ (Å)	a_{\perp} (Å)	x	R (%)
20 106	20.0	(004)	0		5.786627	0.17	
			90		5.77951	0.165	
		(115)	0	5.655619	5.78020	0.165	3.1
			90	5.656172	5.78558	0.172	3.8
20 122	26.0	(004)	0		5.78590	0.17	
			90		5.78532	0.17	
		(115)	0	5.66165	5.78577	0.18	11.2
			90	5.66303	5.78842	0.184	12.7

Tab. 8 Bestimmung der Gitterkonstanten, der Zusammensetzung und des Relaxationsgrades aus den (004)- und (115)-area maps

Die Anisotropie der beiden $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ist nicht mehr so stark ausgeprägt, wie für geringere Verspannungen, aber auch hier werden für die orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen unterschiedliche parallele Gitterkonstanten und somit Relaxationsgrade gemessen. Diese Beobachtung deckt sich mit den Resultaten von Breen u. a. /69/ sowie Dixon u. a. /70/, die ebenfalls eine Verringerung der Anisotropie mit zunehmender Verspannung feststellten. Die geringe Differenz des Relaxationsgrades in den orthogonalen Richtungen für Probe 20106 von nur 20% im Vergleich zu der immerhin um eine Größenordnung unterschiedlichen Defektdichte (s. Tab. 6) kann darüber hinaus mit dem Ansatz aus /57, 70/ erklärt werden, dass nicht alle Versetzungen parallel $[1 -1 0]$ zum Abbau der Gitterfehlanspannung beitragen, da einige dieser Versetzungen einen antiparallelen Burgers-Vektor, der nicht zum Abbau der Verspannung führt, besitzen können. Die Defektstruktur dieser Probenserie ist in Abb. 29 dargestellt.

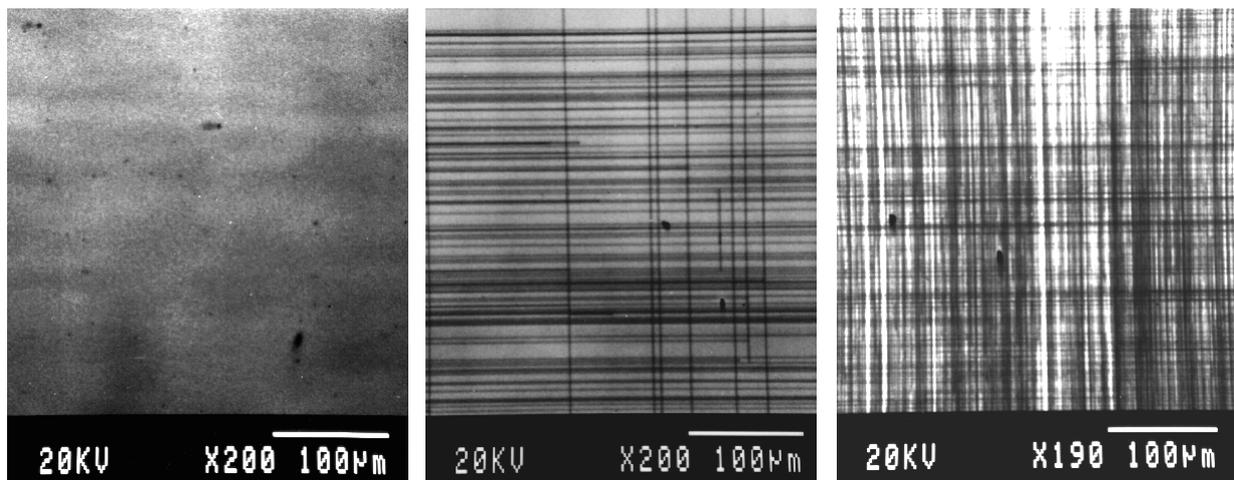


Abb. 29 KL-Abbildung der Defektstruktur der Probenserie mit $x = 0.18$ ($d = 13$ nm links, $d = 20$ nm Mitte, $d = 26$ nm rechts, vergl. Tab. 6)

Durch die 60° -Anpassungsversetzungen kommt es sowohl in der GaAs-Pufferschicht als auch in der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht in der Nähe der Grenzfläche zu einer Verkipfung der Netzebenen senkrecht zur Wachstumsebene wegen der out-of-plane-Komponente des Burgers-Vektors. Die verkippten Netzebenen erfüllen die Bragg-Bedingung bei einem etwas anderem Einfallswinkel Ω als dem Bragg-Winkel der unverkippten Netzebene. Damit äußert sich die Verkipfungsverteilung in der Verbreiterung des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks in der Rockingkurve (s. Abb. 25 unten) und führt zu verschiedenen Halbwertsbreiten desselben in den orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen [68].

Im (004)-area map führt die Netzebenenverkipfung zu einer Verschmierung sowohl des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ - als auch des GaAs-Peaks in q_x und q_z [71, 72, 73]. Die in [72] beschriebene Entkopplung der Wellenfelder in der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht und dem GaAs-Substrat durch die bereits überlappenden Verzerrungsfelder der Versetzungen führt darüber hinaus zum Verschwinden der Deckschichtoszillationen in der Rockingkurve und im area map. In Abb. 30 sind die (004)-area maps der Probe 20081 für die beiden azimuthalen Drehwinkel 0° und 90° gezeigt. In dieser Probe wurden nur parallel zur [1-10]-Richtung verlaufende Versetzungen beobachtet.

5. Relaxationsprozesse bei moderater Indium-Konzentration ($x = 0.2$)

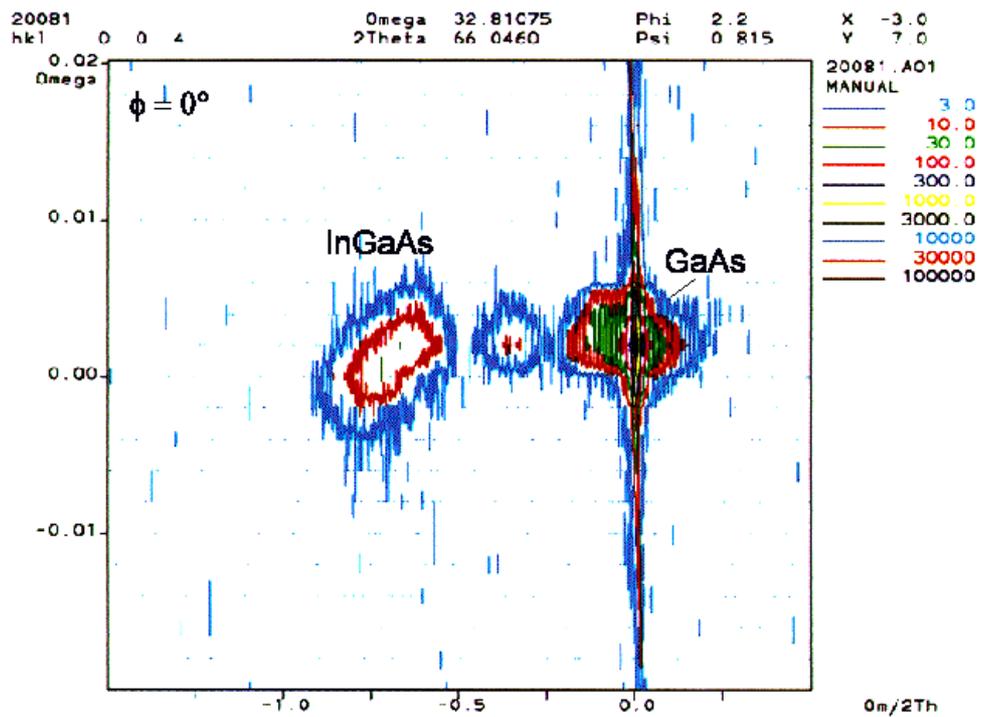


Abb. 30a Area map am (004)-Reflex der Probe 20081, $\phi = 0^\circ$

Nach Drehung der Probe um 90° ergibt sich folgendes Bild (Abb. 30b):

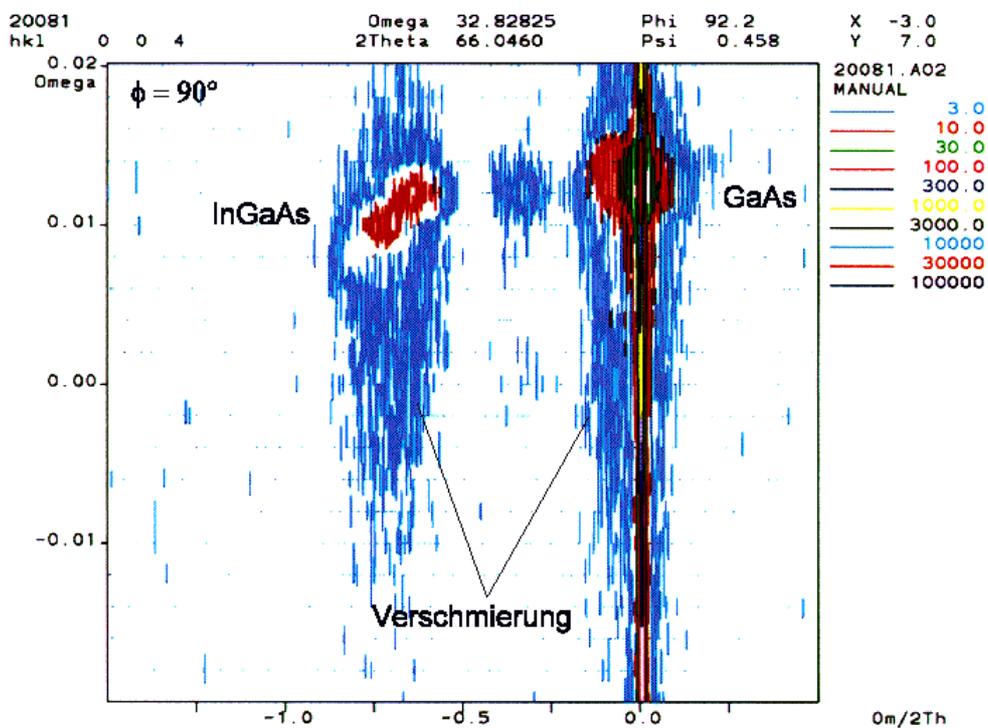


Abb. 30b Area map am (004)-Reflex der Probe 20081, $\phi = 90^\circ$

Die area maps sind im Winkelraum dargestellt, wobei auf der Abszisse die Abweichung für die 1:2-Rocking-Kurve ($\Delta\Omega/\Delta 2\Theta$) von der Mitte des Messbereichs und auf der Ordinate die Abweichung des Einfallswinkels $\Delta\Omega$ aufgetragen ist. Im 0° -area map (Abb. 30a) sind der GaAs- und der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Peak zu sehen, darüber hinaus der infolge der endlichen Ausdehnung der Probe in q_x auftretende Oberflächenstreak /73/. Deutlich ist eine Aufweitung beider Peaks in Ω (d. h. q_x) sichtbar. Diese Aufweitung ist eine Folge der oben beschriebenen Verkippung der Netzebenen aufgrund der Versetzungsbildung. Es wurde festgestellt, dass die $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht gegenüber dem Substrat keine makroskopische Verkippung aufweist, d. h. die Verkippungen nur im Mikrobereich in der unmittelbaren Umgebung der Anpassungsversetzungen vorhanden sind. Da bei der Probe 20081 nur in einer Richtung Versetzungen zu beobachten sind, erfolgt auch die Netzebenenverkippung nur in einer azimutalen Richtung (Abb. 30b).

Aus diesen area maps kann man die Intensität des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Peaks über $\Omega/2\Theta$ summieren und auf die Ω -Achse projizieren (Abb. 31). Aus den Projektionen lassen sich durch Anpassen mit einer Gauss-Verteilung (56) die Halbwertsbreiten für die Intensitätsverteilung über Ω bestimmen.

$$y(\Omega) = y_0 + \frac{A}{w \cdot \sqrt{\pi/2}} \cdot \exp\left[-\frac{2(\Omega - \Omega_c)^2}{w^2}\right] \quad (56)$$

In (56) ist $y(\Omega)$ die Gauss-Verteilung, y_0 der y-Offset, A die Fläche unter der Kurve, Ω_c die Lage des Peak-Maximums bezüglich Ω und w die Halbwertsbreite (FWHM). In Abb. 31 links ist die Summation und Projektion auf die Ω -Achse für $\phi = 0^\circ$ dargestellt. Die Kurve weist nur ein Maximum auf und kann mit nur einer Gauss-Verteilung angefitet werden, wobei die Halbwertsbreite 14.3 arcsec beträgt. Dieser Wert ist charakteristisch für die Beugung im Bragg-Fall für einen nahezu idealen GaAs-Kristall unter Berücksichtigung der Gerätefunktion des Diffraktometers (Halbwertsbreite der Darwin-Prince-Kurve ca. 10 arcsec).

Für den 90° gedrehten area map findet man in der Intensitätsverteilung des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Peaks einen Hauptpeak mit der gleichen Halbwertsbreite wie oben und einen Nebenpeak mit einer größeren Halbwertsbreite (Abb. 31 rechts). Es erfolgt also keine Aufweitung des gesamten Schichtpeaks, wie er für vollständig relaxierte Schichten von Kaganer u. a. /74/ beschrieben wurde. Dieser Nebenpeak ist auf die

starke Gitterverzerrung in der Nähe der Versetzungen zurückzuführen und hat eine Halbwertsbreite von 56 arcsec.

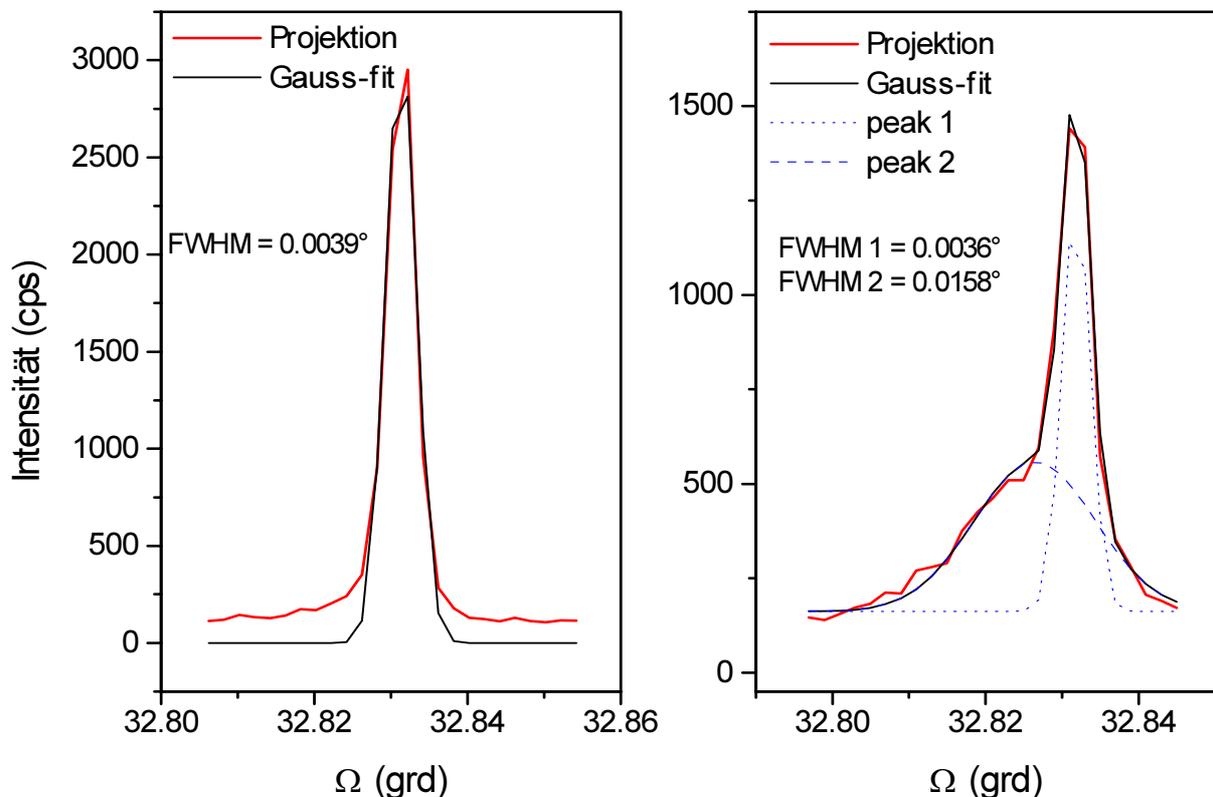


Abb. 31 Summation der Intensität des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks und Projektion auf die Ω -Achse aus dem (004)-Reflex der Probe 20081 für die orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ($\phi = 0^\circ$ links, $\phi = 90^\circ$ rechts)

Darüber hinaus ist zu sehen, dass das Maximum der Intensitätsverteilung des Nebenpeaks gegenüber dem Intensitätsmaximum des Bragg-Peaks des ungestörten Kristalls verschoben ist. Daraus ergibt sich, dass die Netto-Mikroverkipfung verschieden von Null ist. Das ist ein Hinweis auf bereits abgelaufene Versetzungsreaktionen, die zur Herausbildung einer Vorzugsrichtung der Verkipfung geführt haben. Die Mikroverkipfung beträgt 0.006° .

Die Auswirkung von Versetzungsreaktionen auf die Verkipfungsverteilung wurde von Fewster [75] qualitativ mit einer Verringerung der Halbwertsbreite der Verkipfungsverteilung und der Herausbildung einer Korrelation zwischen den einzelnen Mosaikblöcken beschrieben. Quantitativ wurde diese Korrelation von Kaganer u. a. [76] für gleich verteilte Anpassungsversetzungen mit hoher Dichte behandelt und bestätigt. In der gleichen Arbeit wurde auch der Fall niedriger

Versetzungsdichte betrachtet. Es wurde festgestellt, dass aufgrund der großen Abstände zwischen den Versetzungen die von der Schicht reflektierte Intensität in einen kohärenten und einen diffusen Anteil zerlegt werden kann. Der kohärente Anteil stammt aus dem ungestörten Kristall zwischen den Versetzungen und der diffuse Anteil stammt aus der unmittelbaren Umgebung der Versetzungen und widerspiegelt die großen Gitterverzerrungen. Der diffuse Anteil führt in der Betrachtung für 60° -Versetzungen zu symmetrischen Nebenmaxima in q_x aufgrund der Annahme der gleichen Dichte von Versetzungen in beiden Richtungen. Da im vorliegenden Fall die Versetzungen nur in einer Richtung vorlagen, wurde experimentell nur ein Nebenmaximum beobachtet, das bei einer azimuthalen Drehung der Probe um 180° auf der anderen Seite des Hauptpeaks erschien. Demzufolge kann man das beobachtete Nebenmaximum auf die von Kaganer beschriebene diffuse Streuung zurückführen.

Zusammenfassend können folgende Schlussfolgerungen aus den Ergebnissen der in diesem Kapitel untersuchten Probenserien mit moderaten Indium-Konzentrationen im Quantengraben gezogen werden:

1. Der Relaxationsprozess verläuft für $x \leq 0.2$ und $T_z = 750^\circ\text{C}$ über die Bildung von Anpassungsversetzungen. Die Versetzungen wurden nur an der unteren GaAs/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Grenzfläche des Quantengrabens, meist in die Pufferschicht hinein verschoben, beobachtet.
2. Die mit dem Matthews/Blakeslee-single-kink-Modell berechneten kritischen Dicken sind im Vergleich zu den experimentell bestimmten um den Faktor 2 zu klein. Das Modell der Versetzungshalbschleifenbildung liefert kritische Dicken, die nur wenig unter den experimentellen Werten liegen.
3. Die Versetzungsbildung verläuft anisotrop mit der Vorzugsrichtung $[1-10]$. Die Anisotropie wird geringer mit ansteigender Indium-Konzentration im Quantengraben.
4. Es wurde keine makroskopische Verkipfung der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht gegenüber dem Substrat festgestellt. Die mikroskopische Verkipfung der Netzebenen in der Nähe der Anpassungsversetzungen führt zu einer diffusen Röntgenstreuung. Es existiert eine Vorzugsrichtung für die mikroskopische Verkipfung.

5.2 Abhängigkeit der Relaxation von der Züchtungstemperatur

5.2.1 Untersuchung der Defektstruktur

Bei der Betrachtung der Relaxation von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben wurde der Abhängigkeit von den Züchtungsbedingungen in der Literatur nur wenig Aufmerksamkeit geschenkt. Für das MBE-Wachstum wurde von Whaley und Cohen [11] eine Abhängigkeit der kritischen Schichtdicke von der Züchtungstemperatur (470°C - 510°C) für relativ hohe Indium-Konzentrationen ($x \geq 0.26$) gefunden. In ihrer Arbeit wurde die Änderung des Gitterparameters a_{\parallel} mit RHEED untersucht, ohne dabei die Defektstruktur explizit zu betrachten. Es wurde festgestellt, dass die $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten bei höheren Züchtungstemperaturen schneller relaxieren.

Welchen Einfluss die Züchtungstemperatur auf die Relaxation im Falle des MOVPE-Wachstums hat, das ja im Vergleich zur MBE bei höheren Temperaturen stattfindet, wurde anhand folgender Probenserie untersucht: Die Indium-Konzentration des Quantengrabens wurde in der Serie konstant gehalten ($x = 0.16$) und bei vier unterschiedlichen Substrattemperaturen (600°C, 650°C, 700°C und 750°C) wurden jeweils drei verschiedene $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicken (15 nm, 20 nm und 25 nm) abgeschieden. Die Züchtung erfolgte auf einem exakt (001)-orientierten GaAs-Substrat mit geringer Versetzungsdichte ($< 10^3 \text{ cm}^{-2}$). Das Partialdruckverhältnis der V-er zur III-er Komponente (V/III-Verhältnis) betrug für alle Schichten 150. Auf dem Quantengraben wurde eine ca. 100 nm dicke GaAs-Deckschicht abgeschieden. Die kritische Schichtdicke für die Bildung von Anpassungsversetzungen liegt für $x = 0.16$ bei 15.5 nm (Matthews/Blakeslee-Modell für Versetzungshalbschleifen).

Mit HRXRD wurden die strukturellen Parameter des GaAs/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-Schichtsystems unter der Annahme idealer Grenzflächen bestimmt. Die optischen Eigenschaften wurden mit PL untersucht. Die Ergebnisse sind in Tab. 9 zusammengefasst. Von den mit * gekennzeichneten Proben wurden HRXRD-area-maps gemessen. Die Werte in Klammern wurden bei der TEM-Untersuchung am Querschnitt gefunden. Wiederum zeigt sich eine gute Übereinstimmung der mit HRXRD und TEM bestimmten Quantengrabendicken. Bei allen Züchtungstemperaturen konnten durch eine entsprechende Wahl der Wachstumsbedingungen die gleichen Dicken und Indium-Konzentrationen eingestellt werden.

5. Relaxationsprozesse bei moderater Indium-Konzentration ($x \approx 0.2$)

Probe	T_z (°C)	d- $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ (nm)	x	d- GaAs (nm)	λ -PL (nm)	FWHM-PL (nm)	I-PL (w. E.)
20 468	750	15	0.16	120	934	3.2	6.8
20 471	700	15	0.16	120	932	2.2	9.1
20 474	650	14.5 (15)	0.16	116	933	3.8	4.1
20 477	600	14	0.16	114	943	6.2	0.43
20 469*	750	20	0.165	120	940	2.9	6.7
20 472*	700	19	0.16	120	936	2.3	8.2
20 475	650	19	0.16	115	937	3.6	0.83
20 478	600	19	0.16	114	956	7.6	0.22
20 470*	750	23.7	0.162	120	946	3.8	1.1
20 473*	700	24	0.16	120	941	2.0	4.0
20 476*	650	24 (23.8)	0.16	116	945	3.9	0.48
20 479*	600	24	0.162	114	952	6.9	0.31

Tab. 9 Ergebnisse der HRXRD- und PL-Untersuchung an $\text{GaAs}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -Quantengraben, die bei verschiedenen Abscheidungstemperaturen gezüchtet wurden

Die Rockingkurven wiesen bei allen Temperaturen (bis auf 600°C) Schichtdickenszillationen auf dem $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeak auf, was auf eine gute Grenzflächenqualität schließen lässt. Darüber hinaus gab es keine Hinweise auf eine Indium-Verschleppung an den Grenzflächen. Abb. 32 zeigt einen Vergleich der Rockingkurven der bei 750°C und 600°C gezüchteten Proben 20469 und 20478. Für die bei 600°C gezüchteten Quantengraben wurde eine Verbreiterung des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks und das Verschwinden der GaAs-Schichtdickenszillationen festgestellt (Abb. 32 b). Wie bereits in Abschnitt 5.1 diskutiert, existieren zwei Ursachen für diese Erscheinung: Gitterdefekte, wie z. B. Versetzungen, oder rauhe Grenzflächen. Die PL-Halbwertsbreiten sind größer und die PL-Intensitäten deutlich geringer. Das ist charakteristisch für eine Verschlechterung der kristallinen Qualität des Quanten-

5. Relaxationsprozesse bei moderater Indium-Konzentration ($x = 0.2$)

grabens. Die besten PL-Ergebnisse (geringe Halbwertsbreiten und hohe Intensitäten) wurden für die bei 700°C gezüchteten Proben erzielt (s. Tab. 9).

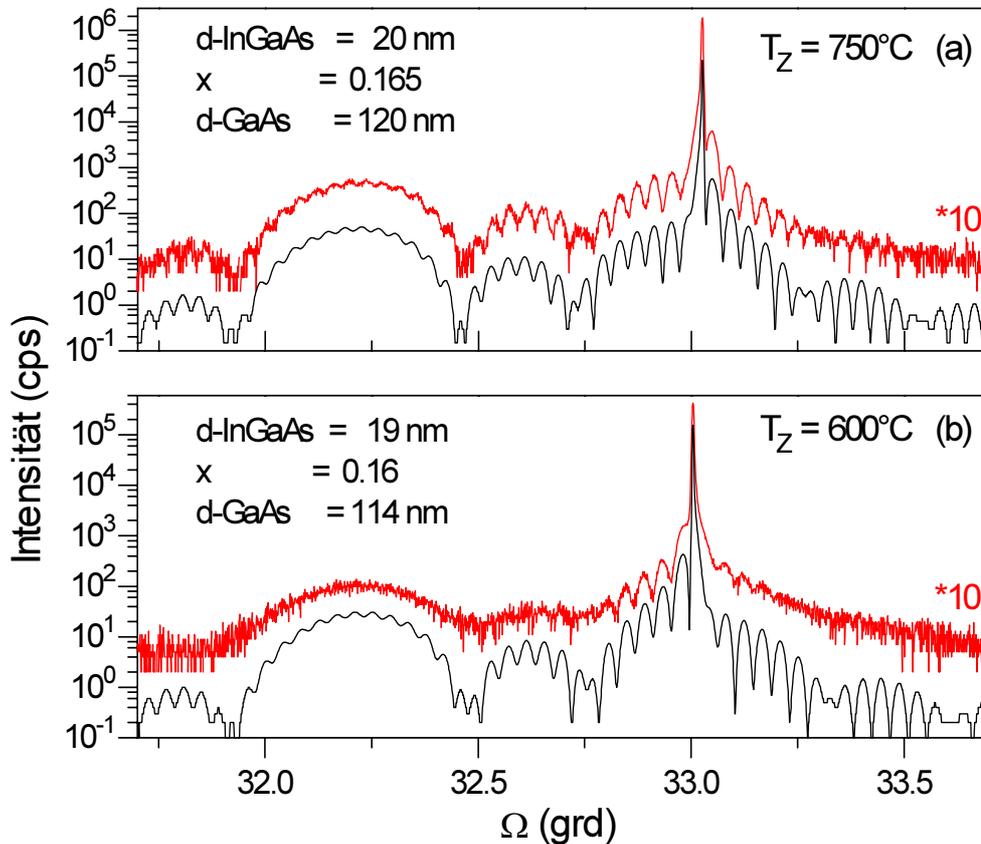


Abb. 32 (004)-Rockingkurven für GaAs/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ /GaAs-Quantengraben, die bei 750°C (a) und 600°C (b) gezüchtet wurden, Messung: obere Kurve, Simulation: untere Kurve

Die Defektstruktur wurde mit integraler KL bei 300 K untersucht (Abb. 33).

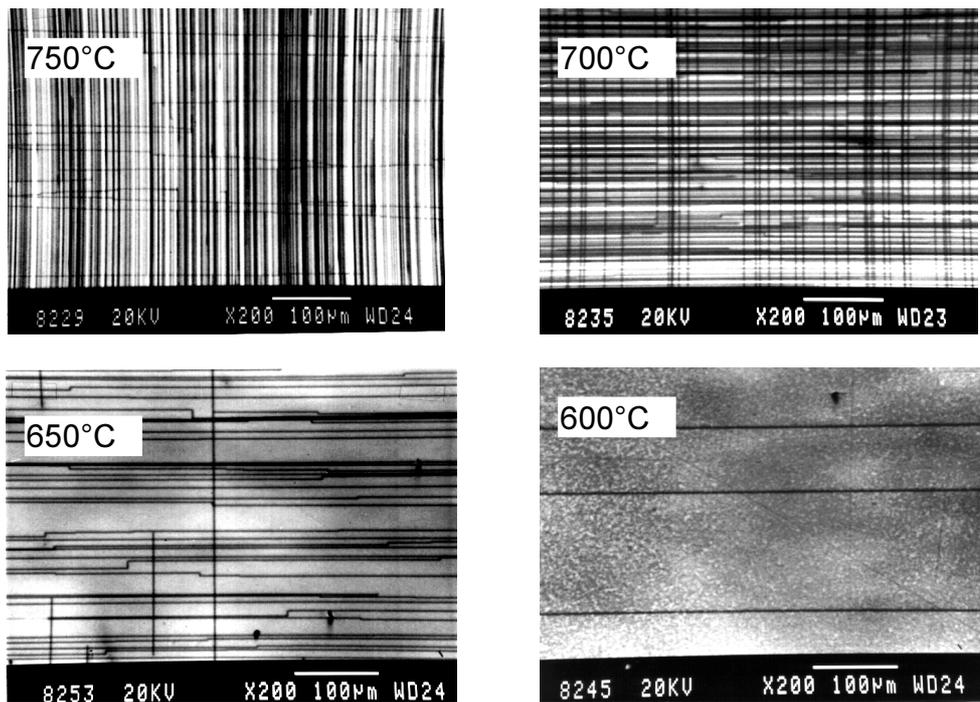


Abb. 33 Defektstruktur von 24 nm dicken $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben, die bei verschiedenen Temperaturen gezüchtet wurden, in der KL-Abbildung

Es wurde festgestellt, dass die Proben keine anderen Defekte als DLDs enthalten. Die Dichte der DLDs wurde bestimmt und ist in Tab. 10 zusammengefasst. Es ist ein deutliches Absinken der DLD-Dichte und ein Ansteigen der kritischen Dicke mit sinkender Züchtungstemperatur festzustellen (vergl. auch Abb. 34). Die Relaxation findet, wie bereits in Abschnitt 5.1 beobachtet, bevorzugt über α -Versetzungen mit Linien $\parallel [1 -1 0]$ statt. Demnach erfolgt die Hauptrelaxation in der $[110]$ -Richtung. Aus den $(-2 -2 4)$ - und (115) -area maps wurde der Relaxationsgrad R bestimmt und beträgt für die Probe mit der höchsten Versetzungsdichte (20470) 2.9 % in $[110]$ - und 1.0 % in $[-110]$ -Richtung. Für die Probe 20473 wurde 1.2 % in $[110]$ - und 0.5% in $[-110]$ -Richtung gefunden. Für alle anderen Proben wurde mit HRXRD keine Relaxation gemessen. Das bestätigt die im vorigen Abschnitt getroffene Aussage, dass sich das Auftreten der ersten Versetzungen noch nicht in einer Veränderung des Gitterparameters a_{\parallel} äußert. Erst bei einer Versetzungsdichte pro Richtung $> 10^3 \text{ cm}^{-1}$ erfolgt der Übergang von der lokalen Relaxation zu einer Relaxation der gesamten Schicht.

5. Relaxationsprozesse bei moderater Indium-Konzentration ($x = 0.2$)

Probe	T_z (°C)	d-In _x Ga _{1-x} As (nm)	DLD-Dichte II [110] * (cm ⁻¹)	DLD-Dichte II [1-10] ** (cm ⁻¹)
20 468	750	15	-	-
20 469	"	20	$3.7 \cdot 10^2$	$0.9 \cdot 10^2$
20 470	"	23.7	$3.5 \cdot 10^3$	$1 \cdot 10^3$
20 471	700	15	-	-
20 472	"	19	$0.5 \cdot 10^2$	$0.15 \cdot 10^2$
20 473	"	24	$2.1 \cdot 10^3$	$3.9 \cdot 10^2$
20 474	650	14.5	-	-
20 475	"	19	-	-
20 476	"	24	$8.1 \cdot 10^2$	$0.52 \cdot 10^2$
20 477	600	14	-	-
20 478	"	19	-	-
20 479	"	24	$0.8 \cdot 10^2$	-

Tab. 10 Abhängigkeit der DLD-Dichte von der Züchtungstemperatur (* Versetzungslinie II [1-10], ** Versetzungslinie II [110])

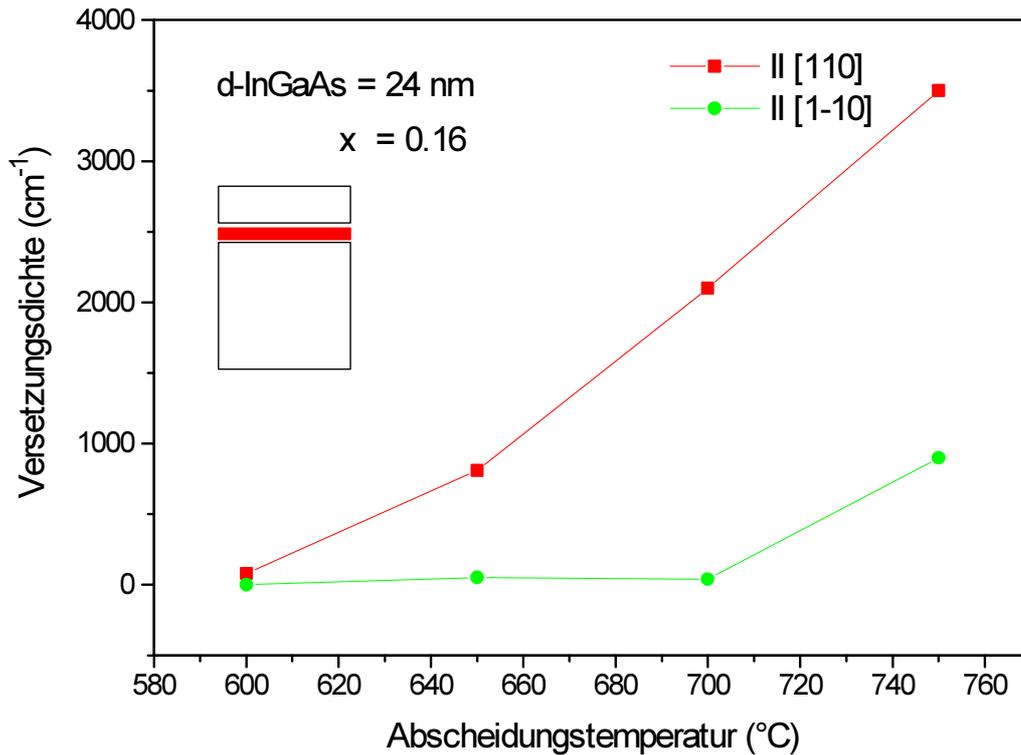


Abb. 34 Abhängigkeit der Dichte der Anpassungsversetzungen von der Züchtungstemperatur

Bei gleicher $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke nimmt die Anisotropie der Versetzungsdichte mit steigender Abscheidungstemperatur in den orthogonalen [110]-Richtungen zu. Die höchste Anisotropie der Versetzungsdichte wird für die höchste Abscheidungstemperatur (750°C) beobachtet.

5.2.2 Ursachen der Temperaturabhängigkeit der Versetzungsdichte

Da die Indium-Konzentration in allen Quantengraben dieser Serie identisch war, kommt als Ursache für die Temperaturabhängigkeit der Versetzungsdichte die unterschiedliche Gitterfehlpassung $f(T_z)$ für die verschiedenen Abscheidungstemperaturen in Frage. Ausgehend von den thermischen Ausdehnungskoeffizienten für GaAs ($\alpha = 6.86 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) und InAs ($\alpha = 4.52 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) [77] kann man unter Annahme der Gültigkeit der Vegard'schen Regel den Ausdehnungskoeffizienten für $x = 0.16$ bestimmen ($\alpha = 6.487 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). In Abb. 35 ist die Temperaturabhängigkeit der Gitterfehlpassung für verschiedene Indium-Konzentrationen dargestellt.

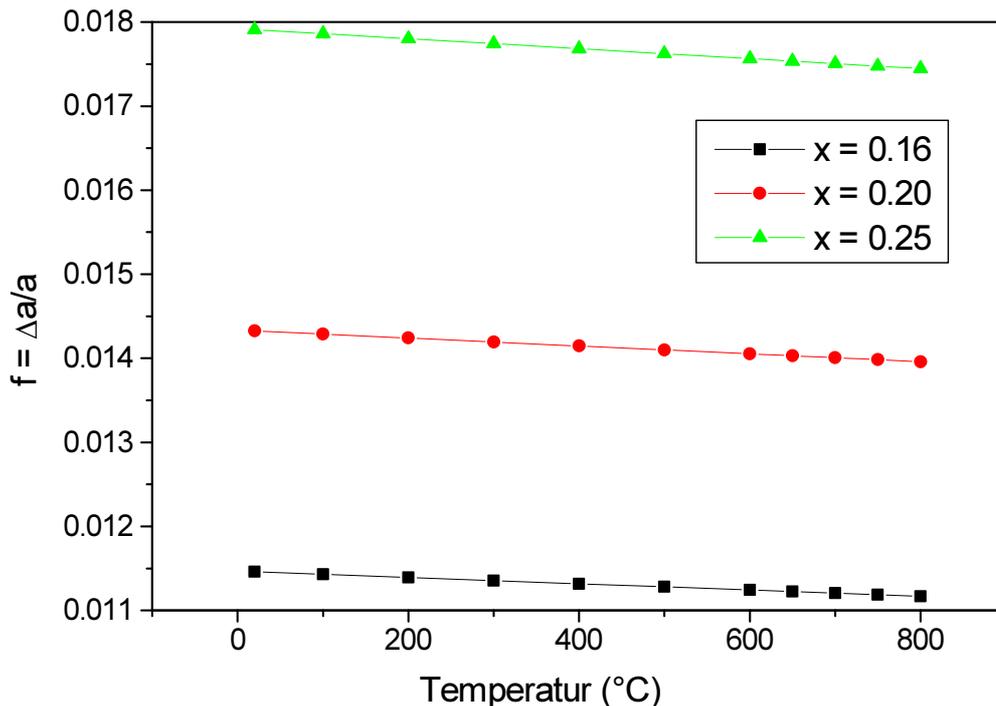


Abb. 35 Abhängigkeit der Gitterfehlpassung f von der Temperatur für verschiedene Indium-Konzentrationen im Quantengraben

Aus Abb. 35 ist ersichtlich, dass die Gitterfehlpassung mit ansteigender Temperatur sinkt. Die Differenz der Gitterfehlpassung ist aber für das betrachtete Intervall der Abscheidungstemperaturen (600°C - 750°C) sehr gering und beträgt für $x = 0.16$ nur $5 \cdot 10^{-5}$ ($f_{750^\circ\text{C}} = 0.01119$ und $f_{600^\circ\text{C}} = 0.01124$). Damit ist die Differenz der Verspannung zu gering, als dass sie die Ursache für die beobachteten Unterschiede in der Defektdichte sein könnte.

Maigne /78/, der das Relaxationsverhalten dicker $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten untersuchte, fand für ein etwas kleineres Temperaturintervall (625°C bis 680°C) keine Abhängigkeit des Relaxationsgrades von der Züchtungstemperatur und begründete das mit der Versetzungswechselwirkung bei hohen Defektdichten, die die Auswirkungen der Temperatur auf die Versetzungsgeschwindigkeit herabsetzt und zu einer einheitlichen Relaxation führt. Da hier aber der Fall der beginnenden Relaxation bei Schichtdicken in der Nähe der kritischen Dicke betrachtet wird, brauchen wegen der geringen Versetzungsdichten Versetzungswechselwirkungen noch nicht in die Überlegungen einbezogen zu werden.

Dodson und Tsao /10/ schlugen als einfachstes Modell zur Beschreibung eines thermisch aktivierten Gleitprozesses als Ursache der Relaxation die Beziehung

$$R = \frac{a_{II} - a_S}{a_L - a_S} = C \cdot \exp\left(-\frac{E_A}{kT}\right) \quad (57)$$

vor. Dabei sind R der Relaxationsgrad, E_A eine Aktivierungsenergie, k die Boltzmann-Konstante und C eine Konstante, die von der Verspannung abhängt. Der Relaxationsgrad R ist unter Verwendung von (1) proportional zur Versetzungsdichte

$$R = \frac{\rho_V \cdot b \cdot a_S}{a_L - a_S}, \quad (58)$$

b ist dabei der Burgers-Vektor und ρ_V die Versetzungsdichte.

In erster Näherung kann man unter Betrachtung der in Abb. 34 dargestellten Defektdichten für einen 24 nm dicken Quantengraben ($x = 0.16$) einen Arrhenius-Plot der Abhängigkeit des natürlichen Logarithmus der Versetzungsdichte von der inversen Temperatur erstellen und daraus die Aktivierungsenergie bestimmen (Abb. 36).

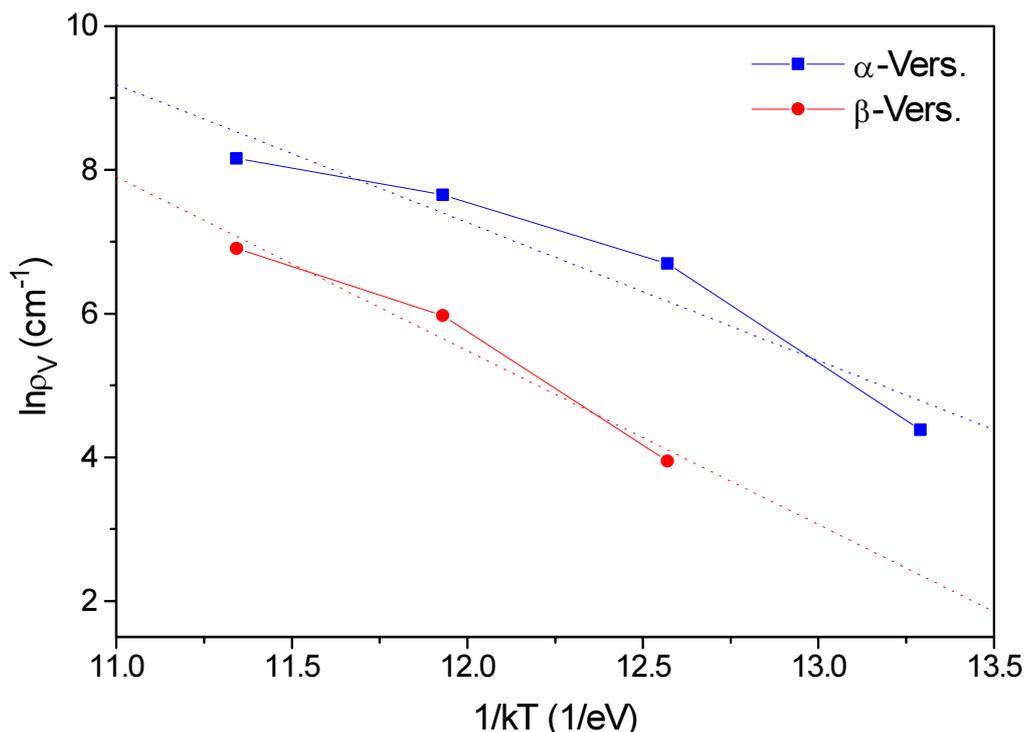


Abb.36 Abhängigkeit der Versetzungsdichte von der Züchtungstemperatur für einen 24 nm dicken $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben (Arrhenius-Plot)

Die experimentellen Daten wurden mit linearer Regression angepaßt (s. unterbrochene Linien in Abb. 36). Der Anstieg der Geraden beschreibt die Aktivierungsenergie für die Versetzungsbildung. Für α -Versetzen wurde $E_A = 1.9$ eV und für β -

Versetzungen wurde $E_A = 2.4$ eV ermittelt. Die Aktivierungsenergie für α -Versetzungen ist demnach geringer als die für β -Versetzungen und erklärt somit die Beobachtung, dass zuerst α -Versetzungen gebildet werden und ihre Dichte größer als die der β -Versetzungen ist.

Da für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ in der Literatur keine Angaben über Aktivierungsenergien von Versetzungsgleitprozessen bekannt sind, wurden die in dieser Arbeit ermittelten Werte mit denen an In-dotiertem GaAs ($N = 1 \cdot 10^{20} \text{ cm}^{-3}$) verglichen. Yonenaga und Sumino /79/ untersuchten die Bewegung von frisch erzeugten Versetzungen in GaAs und stellten fest, dass die Versetzungsgeschwindigkeit von der Probentemperatur, der angelegten mechanischen Spannung (stress) und den in der Probe enthaltenen Dotierungselementen abhängt. Aus der Temperaturabhängigkeit wurde die Aktivierungsenergie der Versetzungsbewegung ($E_{A1}\text{-GaAs}$) für beide Versetzungstypen bestimmt. Durch Tempern der Proben wurden die frisch erzeugten Versetzungen mit Dotierungsatomen kontaminiert. In Abhängigkeit von der dabei verwendeten Temperatur wurde die mechanische Spannung gemessen, die notwendig war, um die Versetzungen von ihrer Cottrell-Wolke zu lösen und gleitfähig zu machen. Auch für diesen Prozess bestimmten sie die Aktivierungsenergie ($E_{A2}\text{-GaAs}$). In Tab. 11 sind die Ergebnisse aus /79/ im Vergleich zu den in dieser Arbeit ermittelten Aktivierungsenergien ($E_A\text{-InGaAs}$) zusammengestellt.

Versetzungstyp	$E_{A1}\text{-GaAs}$ (eV)	$E_{A2}\text{-GaAs}$ (eV)	$E_A\text{-InGaAs}$ (eV)
α -Versetzung	1.4	3.0	1.9
β -Versetzung	1.4	3.8	2.4

Tab. 11 Aktivierungsenergien für Indium-dotiertes GaAs im Vergleich zur Aktivierungsenergie in $\text{In}_{0.16}\text{Ga}_{0.84}\text{As}$ -Quantengraben

Aus /79/ ist bekannt, dass die Gleitprozesse mit den geringsten Aktivierungsenergien in undotiertem Material ablaufen. Die hier untersuchten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben waren undotiert, so dass der Einfluss der Dotierung in diesem Fall nicht berücksichtigt werden muss. Da sich das Indium im $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ auf Gitterplätzen befindet, ist die Kontamination von frisch an der Oberfläche erzeugten Versetzungen gering und

braucht ebenfalls nicht betrachtet zu werden. So erklärt es sich, dass die in dieser Arbeit gefundenen Aktivierungsenergien kleiner als E_{A2} sind. Sie sind aber größer als E_{A1} und somit größer als die Aktivierungsenergie zur Bewegung bereits erzeugter Versetzungen. Das lässt den Schluss zu, dass die hier gefundenen Aktivierungsenergien der Summe der Energien zur Erzeugung und Bewegung einer Versetzung entsprechen.

Für das $\text{Si}_{0.7}\text{Ge}_{0.3}/\text{Si}$ -System wurde von Dodsden und Tsao /80/ eine Aktivierungsenergie von 1.03 eV berechnet und mit den experimentellen Resultaten von Hull u.a. /81/ verglichen, die 1.1 eV fanden. Damit liegen die in dieser Arbeit gefundenen Aktivierungsenergien in der Nähe der für andere Zinkblendestrukturen gefundenen Werte. Dagegen fanden Whaley und Cohen /11/ bei der Untersuchung der Änderung des Gitterparameters a_{\parallel} mittels RHEED für MBE-gezüchtetes ($470^{\circ}\text{C} \leq T_Z \leq 510^{\circ}\text{C}$) $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ mit $x = 0.43$ eine Aktivierungsenergie von 4.4 eV. Da dieser Wert viel größer als der normalerweise für das Versetzungsgleiten beobachtete ist, wurde er von ihnen dahingehend interpretiert, dass in ihren Experimenten ein anderer Relaxationsmechanismus wirksam war. Die Natur dieses Mechanismus wurde nicht genauer beschrieben.

5.2.3 Temperaturabhängigkeit der kritischen Schichtdicke

In den letzten Jahren wurde der Abhängigkeit der kritischen Schichtdicke von der Temperatur verstärkt Aufmerksamkeit geschenkt. Von Kim und Lee /82/ wurde auf der Grundlage des Energiebalance-Modells von People und Bean /6/ eine Theorie entwickelt, die die Nukleation einer 60° -Versetzungshalbschleife betrachtet. Dabei wird die Temperaturabhängigkeit der Verzerrung über den thermischen Ausdehnungskoeffizienten berücksichtigt. Die kritische Dicke h_c wird dann folgendermaßen beschrieben (59):

$$h_c = \frac{b^2}{32\sqrt{3} \cdot \pi^2 a(x)} \left(\frac{2-\nu}{1+\nu} \right) \cdot \left(\frac{\ln(h_c/b) + 1.67}{f^2 + 2f\alpha\Delta T + \left(\frac{1+\nu}{1-2\nu} \right) \alpha^2 \Delta T^2} \right) \quad (59)$$

Hierbei ist α der thermische Ausdehnungskoeffizient der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht, f die Gitterfehlpassung bei Raumtemperatur, $\Delta T = T_Z - T_{300\text{K}}$ und $a(x)$ die Gitterkonstante der Schicht (ebenfalls bei Raumtemperatur). Dieser Zusammenhang kann durch

Formel (60) ersetzt werden, weil damit der Kurvenverlauf $h_c(x, T_Z)$, wie er durch Formel (59) gegeben ist, sehr gut angepasst wird /82/

$$h_c(x, T) = 3.5[x + 7.94 \cdot 10^{-5} (T_Z - T_{300\text{K}})]^{-2.57} \quad (60)$$

Eine andere, von Köpf u. a. /83/ aufgestellte empirische Formel, die die experimentellen Resultate für die kritische Dicke von Maigne /84/ ($T_Z = 380^\circ\text{C}$, $x = 0.4$), Dunstan /85/ ($T_Z = 520^\circ\text{C}$, $x = 0.2$ und 0.05) und Krishnamoorthy /86/ ($T_Z = 625^\circ\text{C}$, $0.06 \leq x \leq 0.24$) beschreibt, hat folgende Form:

$$h_c(T_Z) = \frac{h_0(T_Z)}{f_0 \cdot (1 - f_{\min}(T_Z))} \quad (61)$$

Dabei ist f_0 die Gitterfehlانpassung bei Raumtemperatur und $h_0(T_Z)$ und $f_{\min}(T_Z)$ sind Größen, die aus dem Fit der experimentellen Daten entnommen wurden. Ihre Größe wurde folgendermaßen ermittelt:

$$h_0 = 0.73 - 0.0011 \cdot (T_Z - 520), \quad h_0 \text{ in nm, } T_Z \text{ in } ^\circ\text{C} \quad (62)$$

$$f_{\min} = 0.09 - 7.62 \cdot 10^{-3} \cdot (T_Z - 520) + 2.721 \cdot 10^{-6} \cdot (T_Z - 520)^2 \quad (63)$$

In Abb. 37 sind diese beiden Modelle mit den in dieser Arbeit gefundenen experimentellen Daten für $x = 0.16$ verglichen.

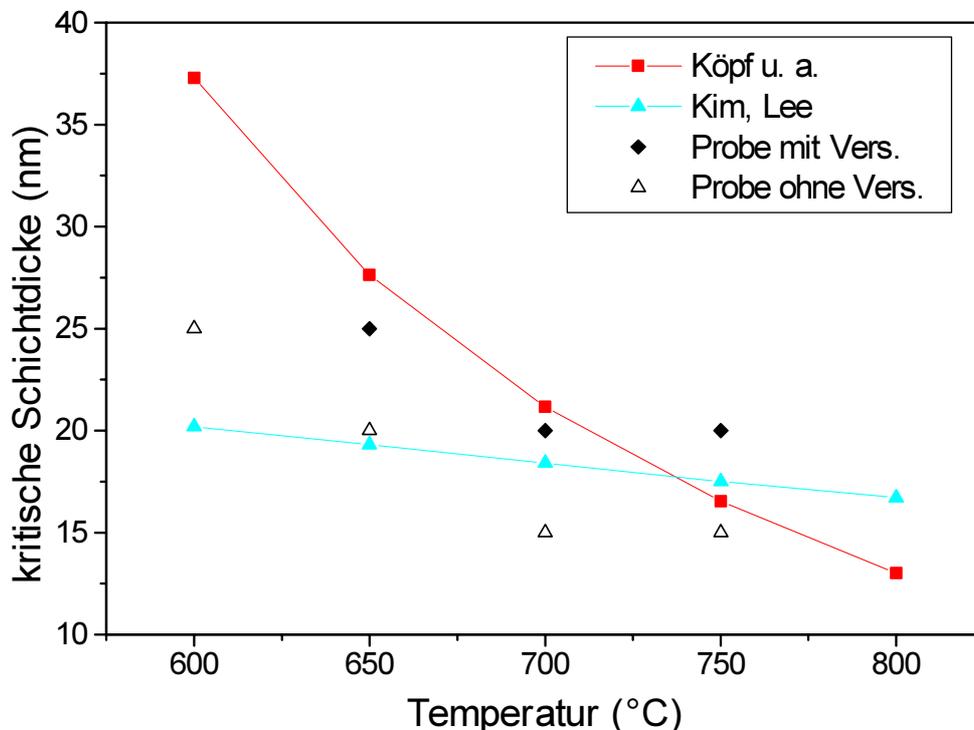


Abb. 37 Vergleich der experimentellen Resultate für die kritische Schichtdicke mit den Theorien von Köpf u. a. (1997) und Kim und Lee (1995)

Dabei wurde jeweils die Schichtdicke für die entsprechende Züchtungstemperatur eingetragen, bei der noch keine Anpassungsversetzungen beobachtet wurden (Δ für $d < h_c$) und die Schichtdicke, bei der zuerst Anpassungsversetzungen auftraten (\blacklozenge für $d \geq h_c$). Die Differenz zwischen beiden entspricht der Unsicherheit bei der Bestimmung der experimentellen kritischen Schichtdicke. Aus Abb. 37 ist ersichtlich, dass die von Kim und Lee vorgestellte Theorie die kritische Schichtdicke für $T_Z = 750^\circ\text{C}$ gut beschreibt und mit der von Köpf u. a. übereinstimmt. Daraus kann man schlussfolgern, dass der Ansatz der Beschreibung der Relaxation über 60° -Versetzungshalbschleifen den experimentellen Resultaten entspricht und auch mit der Matthews/Blakeslee-Theorie für Versetzungshalbschleifen übereinstimmt. Bei geringeren Abscheidungstemperaturen wird aber bei der Kim/Lee-Theorie der Einfluss der Temperatur auf den Relaxationsprozess nicht ausreichend berücksichtigt, da die thermische Ausdehnung, wie bereits im Abschnitt 5.2.2 beschrieben, einen sehr geringen Einfluss auf die Verzerrung hat. Das empirische Modell von Köpf u. a. beschreibt dagegen die kritische Schichtdicke bei geringen Züchtungstemperaturen sehr gut. Der Nachteil dieses Modells ist aber, dass keine Aussagen über die Natur der Temperaturabhängigkeit getroffen werden. Dabei bleiben auch andere experimentelle Bedingungen, wie z. B. die Züchtungsrate, unberücksichtigt.

Da nicht die Temperaturabhängigkeit der Gitterfehlpassung der ausschlaggebende Faktor der Relaxation bei niedrigen Temperaturen ist, muss die Versetzungsbildung und -kinetik der entscheidende Punkt für das beobachtete Verhalten sein. Mit den gemessenen Aktivierungsenergien kann man gemäß Dodson und Tsao [80] die Versetzungsgeschwindigkeit bestimmen:

$$v = A \cdot \delta^m \exp\left(-\frac{E_A}{kT}\right). \quad (64)$$

Dabei ist v die Versetzungsgeschwindigkeit, A eine Konstante, δ die Scherspannung und m eine Konstante ($m \approx 1$). Die Scherspannung δ kann für eine gegebene Schichtdicke und Verzerrung als konstant betrachtet werden. In Abb. 38 ist die Versetzungsgeschwindigkeit dividiert durch $A \cdot \sigma$ unter Verwendung der Aktivierungsenergien für α - und β -Versetzungen dargestellt. Deutlich ist die starke Temperaturabhängigkeit für die Bewegung von α -Versetzungen zu erkennen. Die Geschwindigkeit von β -Versetzungen ist um 2 Größenordnungen geringer als die von α -Versetzungen. Das Ansteigen der Differenz der Geschwindigkeiten der beiden Ver-

setzungstypen mit ansteigender Temperatur ist also die Ursache für das beobachtete Ansteigen der Anisotropie der Versetzungsdichten mit ansteigender Temperatur. Selbst wenn bei niedrigen Züchtungstemperaturen infolge der Verzerrung genügend Versetzungshalbschleifen erzeugt werden, können sich diese Versetzungen nur sehr langsam bewegen und erzeugen in der Grenzfläche nicht genügend lange Anpassungsversetzungssegmente.

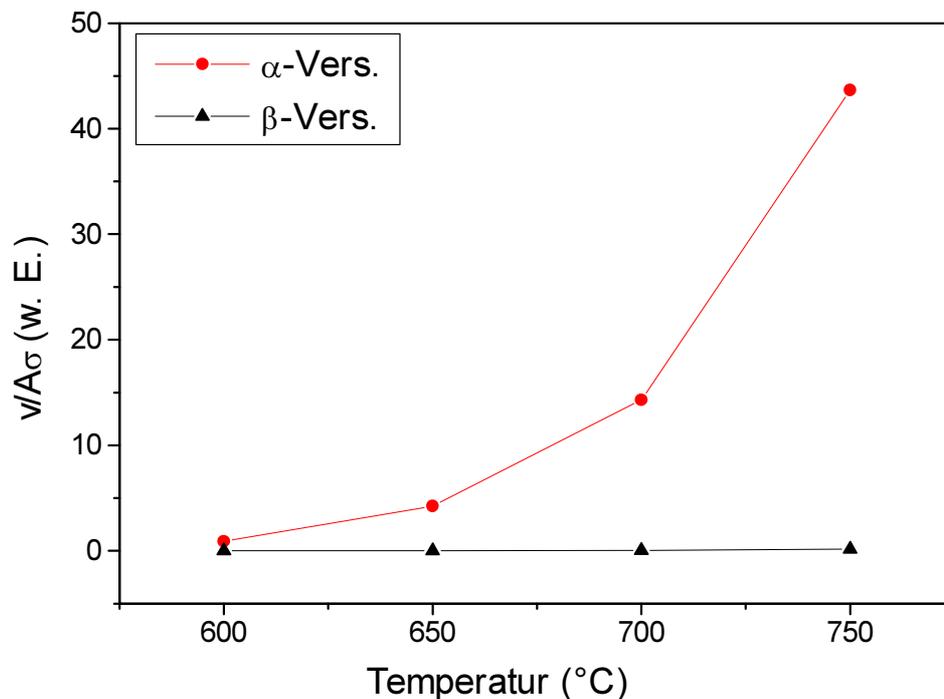


Abb. 38 Abhängigkeit der Versetzungsgeschwindigkeit v von der Temperatur

Ähnliche Resultate fanden Yonenaga und Sumino für In-dotiertes GaAs, allerdings unterscheiden sich die Versetzungsgeschwindigkeiten von α - und β -Versetzungen dort nur um eine Größenordnung.

Somit kann die Relaxation als metastabiler Prozess verstanden werden, der nicht nur von der Energie zur Erzeugung einer Versetzung abhängt, sondern auch von deren Bewegungsgeschwindigkeit. Whaley und Cohen [11] fanden, dass eine Schicht, die bei niedrigen Temperaturen (470°C) einen geringen Relaxationsgrad zeigte, bei Erhöhung der Temperatur (in-situ annealing) einen höheren Relaxationsgrad aufwies.

Um den Einfluss einer Temperaturerhöhung im vorliegenden Fall zu prüfen, wurden die bei 650°C und 600°C gezüchteten Proben 20474, 20475, 20477, 20478 und 20479 (s. Tab. 9) nochmals in den Züchtungsreaktor eingebracht, im gleichen Temperaturregime wie bei der Züchtung aufgeheizt und bei Arsin-Gegendruck 5 min

bei 750°C getempert. Die Temperzeit entspricht der Gesamtzüchtungszeit der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht und der GaAs-Deckschicht. Danach wurden die Proben erneut mit PL und KL untersucht. Es wurde festgestellt, dass sich die Emissionswellenlängen und die Halbwertsbreiten der PL nicht von denen vor der Temperung unterschieden. Ebenso war die Defektdichte für alle Proben unverändert. Es trat also keine verstärkte Versetzungsbewegung mit Erhöhung der Temperatur auf.

Unter Beachtung der Ergebnisse von Cohen und Whaley [11] kann daraus geschlossen werden, dass die Relaxation der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht während der Züchtung erfolgt und die darauf abgeschiedene GaAs-Deckschicht diesen metastabilen Zustand „einfriert“. Die Temperaturerhöhung während der Temperung bei 750°C war nicht ausreichend, um eine Veränderung des Gesamtsystems (Quantengraben und Deckschicht) herbeizuführen.

5.2.4 Untersuchung der Kristallqualität in Abhängigkeit von der Züchtungstemperatur

Der Einfluss der Züchtungstemperatur auf die Kristallperfektion der dicksten in dieser Probenserie gezüchteten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben (Proben 20470, 20473, 20476, 20479, $d = 24 \text{ nm}$) wurde mit HRXRD-area maps am (004)-Reflex untersucht. In Abb. 39 sind die area maps der Proben 20473 ($T_Z = 700^\circ\text{C}$, Probe mit der geringsten PL-Halbwertsbreite und höchsten PL-Intensität) und 20479 ($T_Z = 600^\circ\text{C}$, Probe mit der größten PL-Halbwertsbreite und niedrigsten PL-Intensität, s. Tab. 9) dargestellt. Obwohl die Probe 20479 nur eine sehr geringe Dichte von Anpassungsversetzungen aufweist (80 cm^{-1}) und die Probe 20473 eine deutlich höhere Versetzungsdichte besitzt (s. Tab. 9), fällt die geringe Intensität und die Verschmierung des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Peaks für Probe 20479 auf.

Die Ursache für dieses Verhalten kann hier nicht die Verkippung der Netzebenen infolge der Versetzungsbildung sein, wie sie im vorigen Paragraphen untersucht wurde. Die area maps sind im Winkelraum dargestellt. Ω_M und $2\Theta_M$ sind die Mittelpunktgrößen des ausgewählten Meßbereichs. Da die Verschmierung des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks in diesem Fall nicht die Folge einer erhöhten Defektdichte sein kann, kommt als Ursache für dieses Verhalten nur eine rauhe Grenzfläche in Frage. Auf diese Erscheinung wird in Kap. 6 noch genauer eingegangen.

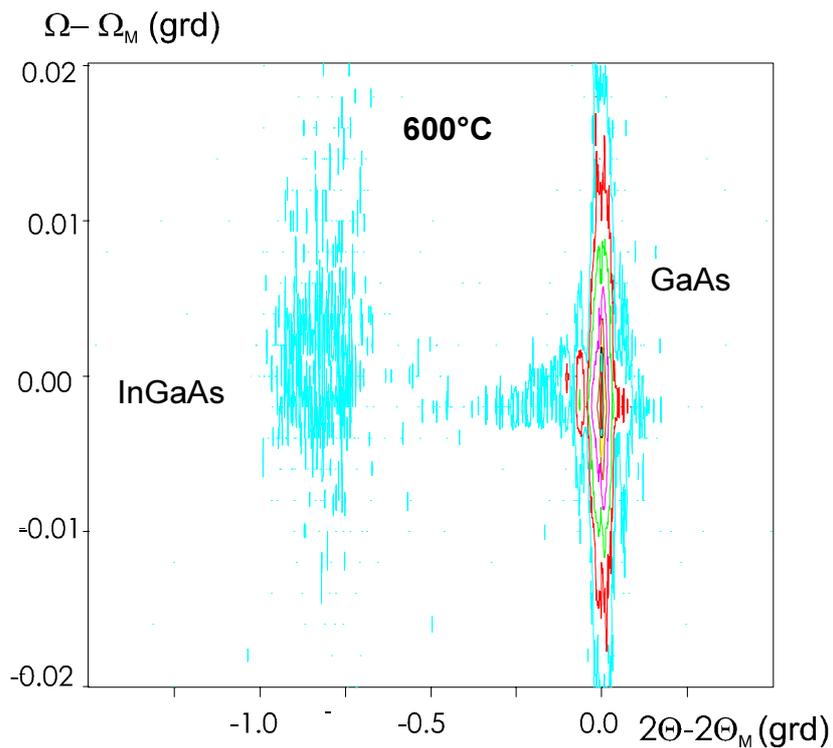
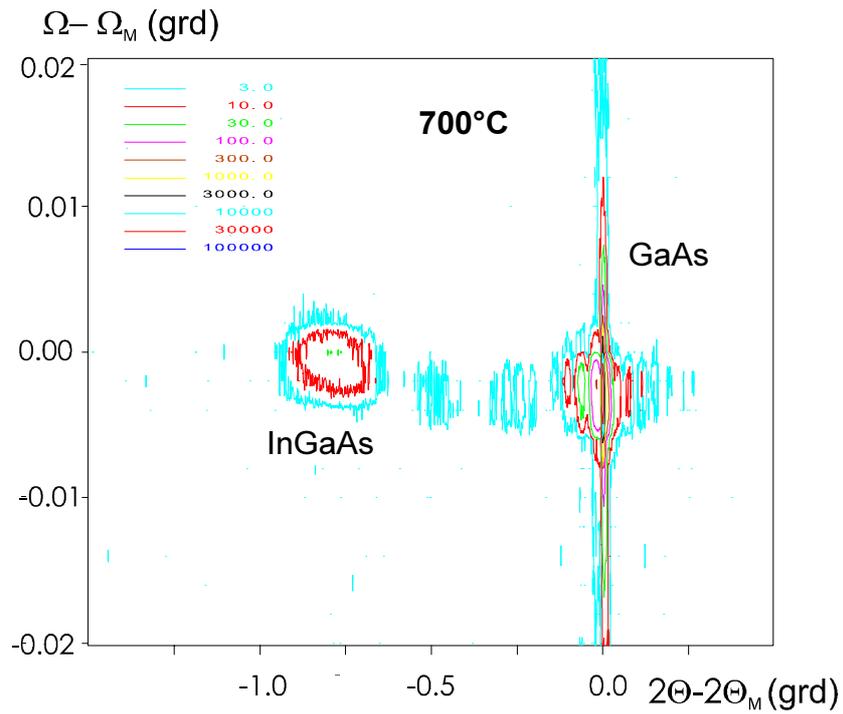


Abb. 39 (004)-area maps der Proben 20473 (oben) und 20479 (unten) mit einer Quantengrabbendicke von 24 nm ($\Phi = \text{const.}$)

In Abb. 40 sind aus den (004)-area maps aller vier Proben mit $d = 24$ nm die Summationen der Intensitäten des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks über alle Scans und ihre Pro-

jektion auf die Ω -Achse dargestellt. Die Intensitäten wurden auf eine Substratpeak-Intensität von 80000 cps normiert.

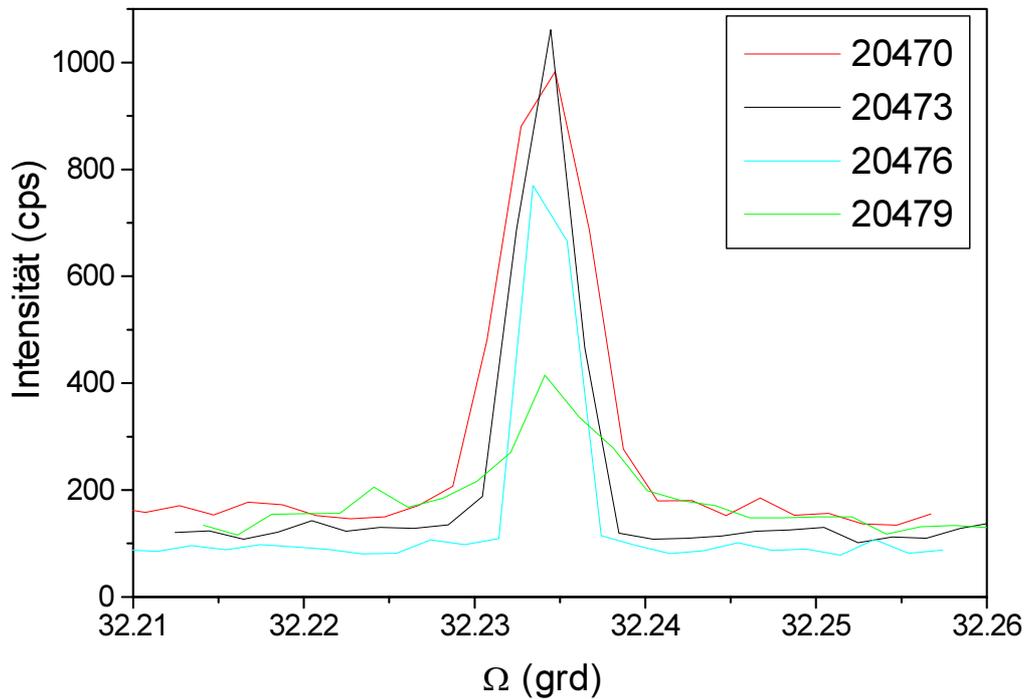


Abb. 40 Summation der Intensität des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Peaks und Projektion auf die Omega-Achse

Die durch Anpassen der Kurven mit einer Gauss-Verteilung bestimmten Peak-Intensitäten und -Halbwertsbreiten sind in Tab. 12 dargestellt.

Probe	T_z (°C)	I-GaAs (cps)	I- $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ (cps)	FWHM- $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ (arcsec)
20470	750	48 800	18.5	21.6
20473	700	64 900	31.5	13.0
20476	650	84 500	40.7	13.0
20479	600	68 100	8.1	14.4/56.9*

Tab. 12 Intensitäten und $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Peak-Halbwertsbreiten im (004)-area map für 24 nm dicke Quantengraben ($x = 0.16$), * mit zwei Gauss-Kurven angepasst (s. Text)

Probe 20470 zeigt für den $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeak eine hohe Halbwertsbreite, da sie die höchste Versetzungsdichte aufweist. Mit abnehmender Versetzungsdichte und

somit zunehmender Kristallperfektion nimmt die Intensität des Schichtpeaks zu und die Halbwertsbreite ab. Das heißt, bei Züchtungstemperaturen von 650°C und 700°C wird die beste Kristallqualität erreicht. Das kommt auch in den PL-Daten dieser Proben zum Ausdruck (Tab. 9). Für Probe 20479 musste die Messkurve mit zwei Gauss-Kurven mit unterschiedlicher Halbwertsbreite angepasst werden. Die geringe Perfektion von Proben, die bei einer Temperatur von 600°C gezüchtet wurden, hängt mit einer Verschlechterung der Grenzflächen- bzw. Oberflächenqualität zusammen. Das wird durch die Rasterkraftmikroskopie (AFM) bestätigt. In Abb. 41 sind die Oberflächen der Proben 20473 ($T_Z = 700^\circ\text{C}$) und 20479 ($T_Z = 600^\circ\text{C}$) in einer dreidimensionalen (3D) Darstellung gezeigt. Im Gegensatz zur Oberfläche der Probe 20473, die Stufen von einer Monolage Höhe (0.28 nm) und ca. 250 nm Breite und somit ein ideales zweidimensionales Stufenfluss-Wachstum aufweist, sind die Höhenunterschiede auf der Probe 20479 vom maximal 24 nm und die RMS (root mean square)-Rauigkeit von 7.3 nm nur mit einer Umwandlung des Wachstumsmodus vom zwei- zum dreidimensionalen Wachstumsregime zu erklären.

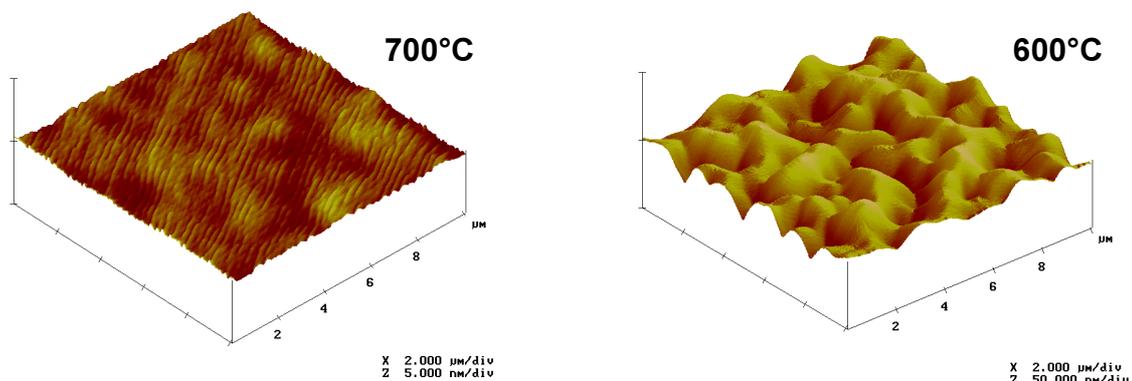


Abb. 41 AFM-Abbildung der Oberflächenmorphologie bei unterschiedlicher Züchtungstemperatur

Die Oberflächenmorphologie wird von der Grenzfläche $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ bestimmt, da das GaAs auch auf einer rauen Unterlage im 2D-Modus wächst. Beleg dafür sind die als Feinstruktur auf der Oberfläche vorhandenen Monolagenstufen (Abb. 42).

Die hohe Grenz- und Oberflächenrauigkeit der Probe 20479 ist der Grund für die Streuung der reflektierten Röntgenintensität im area map, das Verschwinden der Dickenoszillationen in der Rockingkurve und die Verbreiterung des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks.

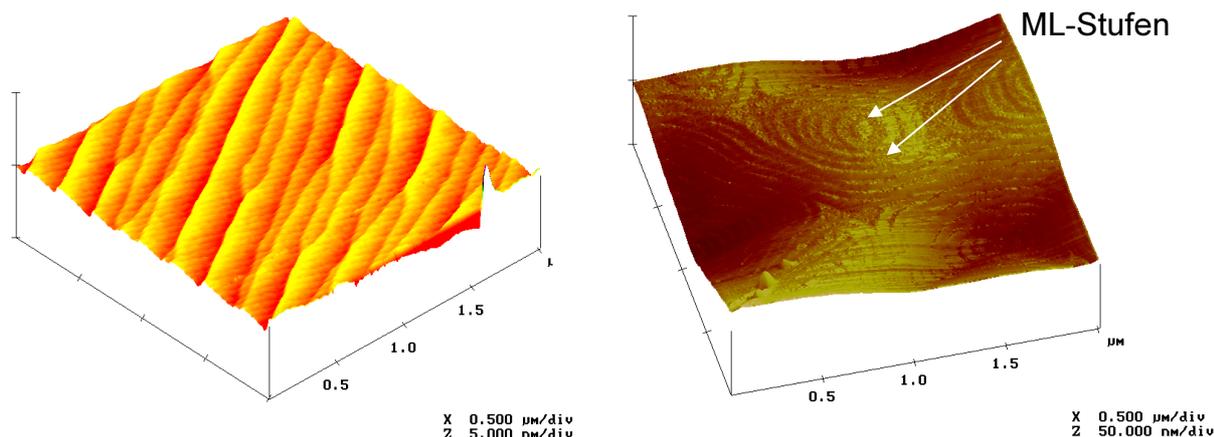


Abb. 42 AFM-3D-Darstellung der Oberfläche der Proben 20473 ($T_Z = 700^\circ\text{C}$) mit Monolagenstufen (links) und 20479 ($T_Z = 600^\circ\text{C}$) mit Monolagenstufen auf den Wachstumsinseln (rechts)

In Tab. 13 sind die Ergebnisse der AFM-Untersuchung zusammengefasst. Die Oberfläche der bei 750°C und 700°C gezüchteten Proben ist eben und weist eine sehr geringe RMS-Rauigkeit auf. Die Oberfläche der bei 650°C gewachsenen Probe lässt neben den Monolagenstufen der Terrassen noch eine überlagerte Höhenmodulation mit einem charakteristischen Abstand von ca. $1.6\ \mu\text{m}$ erkennen. Das Erscheinungsbild der bei 600°C gezüchteten Probe weicht drastisch von den anderen Proben ab. Das charakteristische Merkmal ist eine starke Welligkeit der Oberfläche mit Höhenunterschieden im Bereich der Schichtdicke der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht. Die Ursache für dieses Verhalten ist, wie in Kap. 6 näher untersucht wird, die Herausbildung von Wachstumsinseln.

Probe	T_Z ($^\circ\text{C}$)	Stufenhöhe (nm)	Stufenabstand (nm)	RMS-Rauigkeit (nm)
20470	750	0.42	250	0.14
20473	700	0.32	250	0.11
20476	650	0.7 / 0.28*	1600 / 90*	0.20
20479	600	10 - 20 / 0.34*	2000 / 55*	7.3

Tab. 13 Ergebnisse der AFM-Untersuchung der Probenserie 20468 - 20479, * jeweils zwei charakteristische Stufenhöhen bzw. -Abstände

Die geringste Rauigkeit und somit beste Qualität der Grenz- und Oberflächen weist die bei 700°C gezüchtete Probe auf. Diese Probe zeigt auch die höchste PL-

Intensität und die geringste PL-Halbwertsbreite. Da diese Probe aber eine relativ hohe Dichte von Anpassungsversetzungen besitzt (s. Tab. 10), ist die HRXRD-Halbwertsbreite des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeaks etwas größer als die der bei 650°C gezüchteten Probe. Die PL-Eigenschaften werden also von einer nicht zu hohen Anzahl von Defekten nicht beeinträchtigt und hängen stärker von der Ebenheit der Grenzflächen ab. Somit eignet sich die PL nicht zum Nachweis von Anpassungsversetzungen. Die hochauflösende Röntgenbeugung ist empfindlicher gegenüber Kristallbaufehlern, wie z. B. Anpassungsversetzungen, wird aber von geringen Unterschieden in der Grenzflächenrauigkeit nur schwach beeinflusst.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass die Abscheidungstemperatur starke Auswirkungen auf die Kristallqualität hat. Zur Verhinderung der Bildung von Anpassungsversetzungen muss die Züchtungstemperatur abgesenkt werden. Dabei muss aber sichergestellt werden, dass das Wachstum noch im zweidimensionalen Modus abläuft. Damit sind der Temperaturabsenkung Grenzen gesetzt. Als optimal erwies sich eine Abscheidungstemperatur von 650°C [87].

6. Relaxation bei hoher Indium-Konzentration in der Gasphase

6.1 Übergangsbereich von moderaten zu hohen Indium-Konzentrationen in der Gasphase und ihre Auswirkung auf die Defektstruktur

Um die Frage zu klären, wie der Relaxationsprozess bei höheren Indium-Konzentrationen im Quantengraben abläuft, wurden bei konstanter Züchtungstemperatur von 750°C folgende zwei Probenserien gezüchtet: Serie A (21107-21112) mit einer Indium-Konzentration in der Gasphase von $x_v = 0.3$, wobei die angezielte $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengrabendicke von 6 nm bis 25 nm variiert wurde, und Serie B (21007-21011) mit $x_v = 0.4$ und einer Variation der angezielten Quantengrabendicke von 4 nm bis 23 nm. Die Indium-Konzentration in der Gasphase x_v wurde folgendermaßen definiert

$$x_v = \frac{f_{\text{TMIIn}}}{f_{\text{TMIIn}} + f_{\text{TMGa}}}, \quad (65)$$

wobei f_{TMIIn} der TMIIn-Fluß und f_{TMGa} der TMGa-Fluß ist.

Für beide Serien wurden die Schichtdicken und Zusammensetzungen aus der Simulation der HRXRD-Rockingkurven bestimmt. Die optischen Eigenschaften der Quantengräben wurden aus PL-Messungen ermittelt. Der Relaxationsgrad wurde aus (-2-24)-area maps bestimmt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind für Serie A in Tab. 14 zusammengefasst.

Bei der Simulation der Rockingkurven konnte für alle Proben (außer 21112) ein rechteckiges Quantengrabenprofil angenommen werden, d. h. die Grenzflächen waren nahezu ideal. Aus dem linearen Zusammenhang zwischen Abscheidungszeit und Quantengrabendicke konnte eine Wachstumsrate von 0.5 nm/s ermittelt werden. Die Zusammensetzung war für alle Proben dieser Serie mit $x = 0.225$ konstant.

Die PL-Halbwertsbreiten waren für die Proben 21107 bis 21109 nahezu identisch. Die ansteigende PL-Intensität kann auf die mit der ansteigenden Dicke des Quantengrabens ansteigende Zustandsdichte zurückgeführt werden. Diese Proben zeigen keine Relaxation.

Probe	d (nm)	x	λ -PL (nm)	PL-FWHM (nm)	PL-Intensität (w. E.)	R (%)
21107	5.50	0.225	985	9	4.0	0
21108	8.25	0.225	1021	10	25.3	0
21109	11.50	0.225	1040	11	52.3	0
21110	15.00	0.225	1055	14	65.7	0
21111	18.50	0.2275	1064	20	14.1	0.8 / 0
21112	23.00	0.225	-	-	-	12.0 / 3.3

Tab. 14 Ergebnisse der HRXRD- und PL-Untersuchungen für Probenserie A mit $x_v = 0.3$, PL bei 300 K

Auch Probe 21110 weist mit $d = 15$ nm noch einen Relaxationsgrad von $R = 0$ auf, obwohl für $x = 0.225$ die nach dem Matthews/Blakeslee-Modell für Versetzungshalbschleifen berechnete kritische Dicke für das Einsetzen der Versetzungsbildung 10.5 nm beträgt. Für diese Probe ist bereits ein Ansteigen der PL-Halbwertsbreite zu verzeichnen, wobei aber die PL-Intensität die höchste in dieser Probenserie ist. Für Probe 21111 fällt die Intensität der PL drastisch und die Halbwertsbreite steigt stark an. Gleichzeitig wird eine Relaxation in $[110]$ -Richtung mit einem Relaxationsgrad von 0.8% beobachtet. In der $[-1\ 10]$ -Richtung ist dagegen keine Relaxation zu verzeichnen. Für die Probe 21112 mit der höchsten Schichtdicke dieser Serie (23 nm) kann bei Raumtemperatur keine Lumineszenz mehr gemessen werden. Der Relaxationsgrad ist für die beiden orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen stark unterschiedlich. Er beträgt für die $[110]$ -Richtung 12% und für die $[-110]$ -Richtung 3.3%.

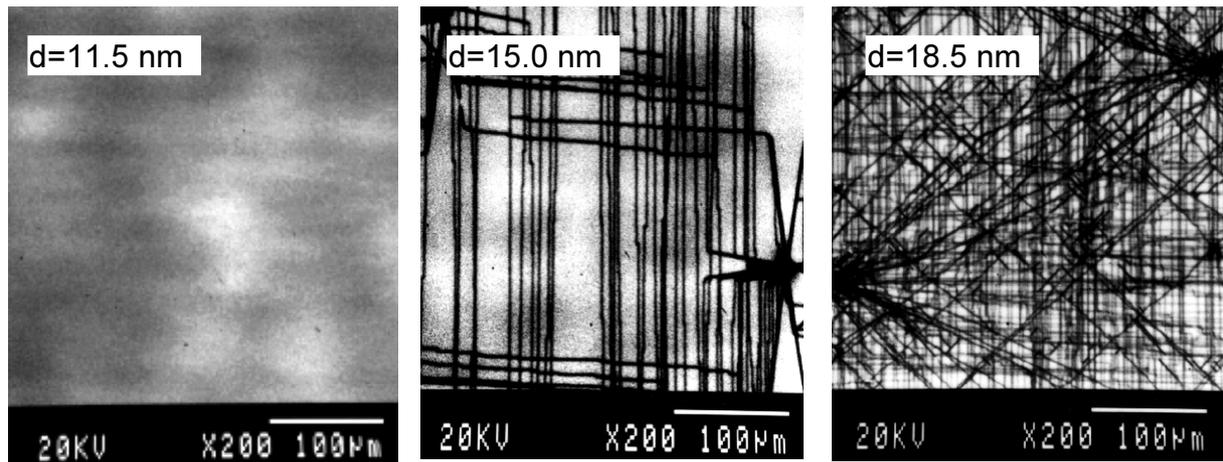


Abb. 43 Defektstruktur der Probenserie A, beobachtet mit KL bei Raumtemperatur (21109 links, 21110 Mitte, 21111 rechts)

Diese starke Anisotropie weist bereits auf eine Relaxation über Anpassungsversetzungen hin. In Abb. 43 ist die mit KL beobachtete Defektstruktur für diese Probenserie dargestellt. Die Proben 21107 bis 21109 zeigen keinerlei Defekte. Die Defektdichte der Probe 21112 ist so hoch, dass bei Raumtemperatur keine KL mehr detektiert werden konnte.

Zusätzlich zu den bereits im vorigen Kapitel beschriebenen parallel zu den $\langle 110 \rangle$ -Richtungen verlaufenden Anpassungsversetzungen treten in der KL-Abbildung der Proben 21110 und 21111 große DSD-Defekte auf, die ihrerseits wieder zum Ausgangspunkt von Versetzungen werden. Die Dichte dieser DSDs wächst mit ansteigender Schichtdicke. Die von den DSDs ausgehenden Versetzungen verlaufen nahezu parallel zu $\langle 100 \rangle$ -Richtungen. Es wird also ein zusätzliches Versetzungssystem aktiviert. Da diese Versetzungslinien Kinks aufweisen, kann man von einem Kletter-Prozess zur Versetzungsentstehung ausgehen, wie er von Ueda bereits für parallel zu $\langle 100 \rangle$ -Richtungen verlaufende DLDs im AlGaAs-System beschrieben wurde /88/. Obwohl die Probe 21110 mit einer Anpassungsversetzungsdichte von $1 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-1}$ und $2.8 \cdot 10^2 \text{ cm}^{-1}$ entlang der orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen bereits eine relativ hohe Versetzungsdichte aufweist, ist mit HRXRD noch keine Relaxation zu beobachten. Ebenso zeigt sie die höchste PL-Intensität dieser Serie. Nur in der etwas größeren PL-Halbwertsbreite im Vergleich zu den defektfreien Proben ist ein Hinweis auf eine verminderte Kristallperfektion zu finden. Hier zeigt sich wieder der

bereits im vorigen Abschnitt erwähnte Effekt, dass eine gewisse Dichte von Versetzungen noch nicht zur Degradation der optischen Eigenschaften führt. Die Ursache dieser Erscheinung liegt darin, dass die Versetzungen als Senken für die intrinsischen Punktdefekte wirken und somit das umgebende Material „sauberer“ wird. Das führt zu einer Erhöhung der PL-Intensität /89/.

Probe 21111 zeigt dagegen eine hohe Defektdichte ($8 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-1}$ und $5.4 \cdot 10^3 \text{ cm}^{-1}$ entlang der orthogonalen $\langle 110 \rangle$ -Richtungen). Hier wurde auch mit HRXRD eine Relaxation festgestellt und die PL-Eigenschaften sind deutlich verschlechtert (s. Tab. 14). In diesem Fall überwiegt die nichtstrahlende Rekombination an der großen Anzahl von Versetzungen den Effekt der Säuberung des Materials und es kommt zu einer Degradation der optischen Eigenschaften. Wie bereits auch von Grundmann u. a. /7/ beobachtet, kommt es bezüglich der Versetzungsbildung zu einer verzögerten Verschlechterung der PL-Eigenschaften.

Um festzustellen, welcher Wachstumsmechanismus bei der Züchtung vorlag, wurde die Oberflächenstruktur der Probenserie A mit dem AFM untersucht (Abb. 44).

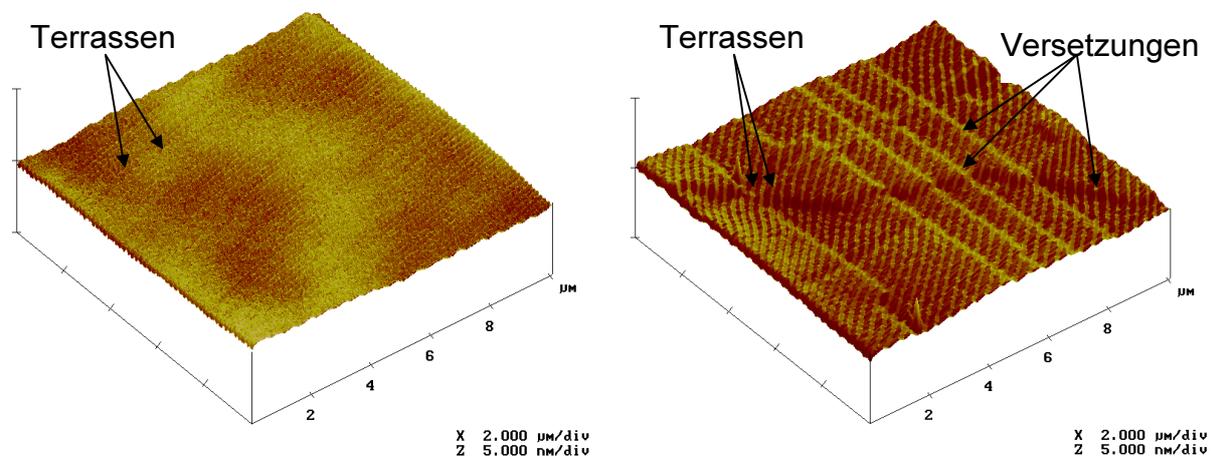


Abb. 44 Oberfläche der Proben 21110 (links) und 21111 (rechts) in der AFM-Abbildung

Die Oberfläche der Probe 21110 ist extrem eben (RMS-Rauhigkeit < 1 Monolage (ML)) und zeigt im Abstand von etwa 200 nm parallele Terrassenkanten mit einer Stufenhöhe von einer Monolage. Obwohl die Probe, wie in Abb. 43 sichtbar, bereits Anpassungsversetzungen enthält, sind deren Abstände noch so groß ($> 10 \mu\text{m}$), dass im gewählten Bildausschnitt ($10 \times 10 \mu\text{m}^2$) in Abb. 44 kein Hinweis darauf zu

finden ist. Die Ebenheit der Oberfläche und die Ebenmäßigkeit der Terrassen lassen auf ein perfektes 2D-Wachstum schließen.

Für die Probe 21111, deren Defektdichte bereits hoch ist, sind ebensolche Terrassen mit einem Abstand von etwa 200 nm und 1 ML Höhe zu beobachten. Daneben treten zusätzliche Stufen auf, deren Richtung parallel $\langle 110 \rangle$ verläuft (Bildkante). Ihr Abstand von ca. 800 nm korreliert mit der Dichte der Anpassungsversetzungen. Die Stufenhöhe beträgt ebenfalls eine Monolage. Neben diesen Stufen sind auch die parallel zur $\langle 100 \rangle$ -Richtung verlaufenden Versetzungen als Stufen sichtbar. Aus der Oberflächenmorphologie kann geschlossen werden, dass unabhängig von der Defektbildung immer noch ein 2D-Wachstum stattgefunden hat. Da die Anpassungsversetzungen an der unteren GaAs/ $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Grenzfläche lokalisiert sind, ist der Einflussbereich der Defekte auf den Bereich des Verzerrungsfeldes begrenzt. Oberhalb dieses Bereiches erfolgt in Wachstumsrichtung wieder ein perfektes 2D-Wachstum. Die Anpassungsversetzungen sind als Monolagenstufen auf der Oberfläche nachzuweisen.

Die Probenserie B mit $x_v = 0.4$ weist dagegen eine völlig andere Defektstruktur auf. Wie in Abb. 45 dargestellt, sind keine Anpassungsversetzungen zu beobachten, sondern es treten bereits bei der niedrigsten Schichtdicke dieser Serie (Probe 21011) DSDs auf, deren Dichte mit ansteigender $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke steigt. Diese DSDs sind zufällig verteilt und weisen somit keine Vorzugsrichtung auf.

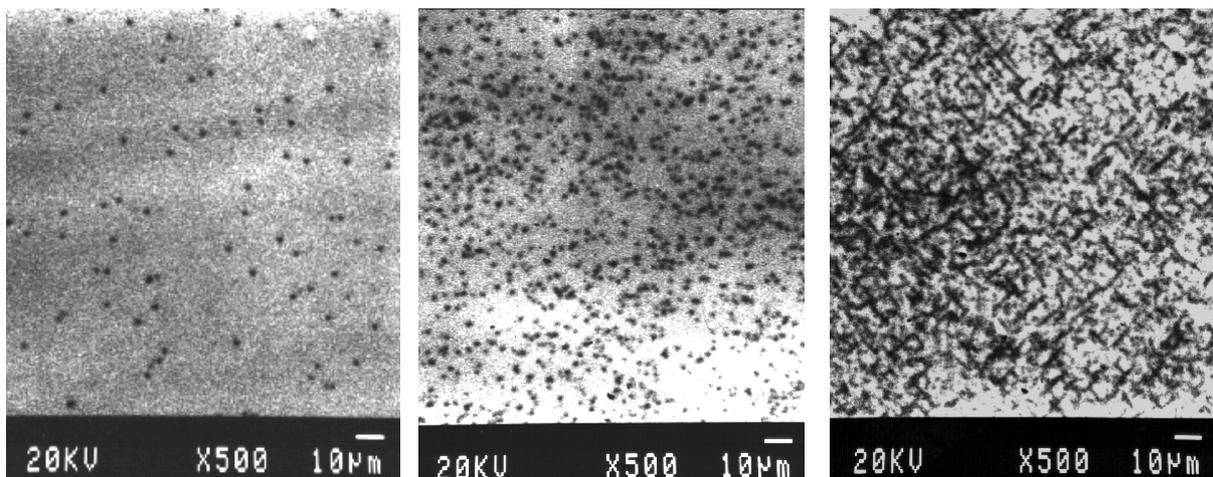


Abb. 45 Defektstruktur der Probenserie B ($x_v = 0.4$) in der KL-Abbildung bei Raumtemperatur, (21011links, 21007 Mitte, 21008 rechts)

Die Dichte der DSDs beträgt $2.9 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ für 21011, $6.6 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ für 21007 und $9 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ für 21008 und liegt damit deutlich höher als die Versetzungsdichte des verwendeten Substrates von $< 10^3 \text{ cm}^{-2}$. Diese DSDs können demnach nur während des Wachstums des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengrabens entstanden sein. Auf die Natur dieser DSDs wird im nächsten Abschnitt näher eingegangen. Die Oberflächenstruktur der Serie B ist in Abb. 46 dargestellt.

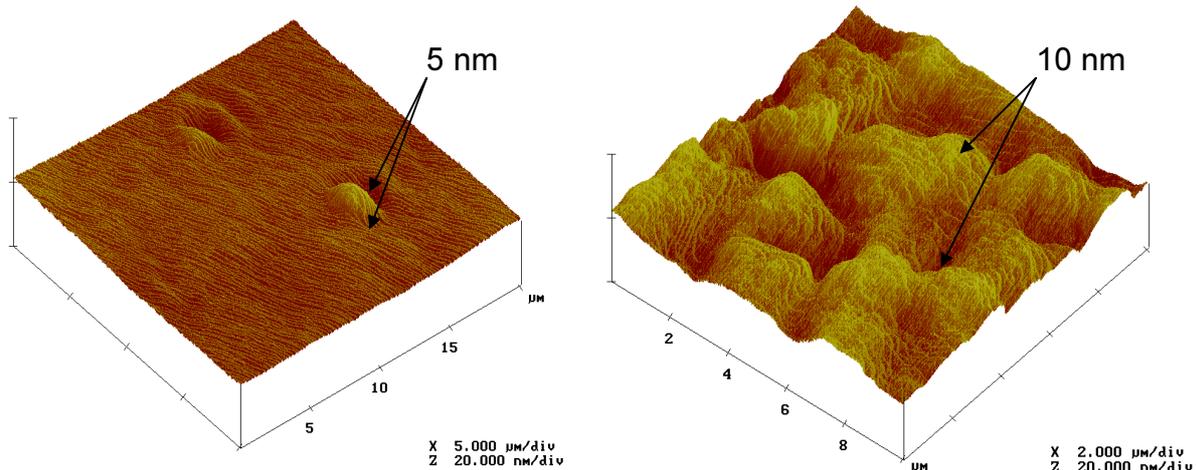


Abb. 46 Oberflächenstruktur der Probenserie B ($x_v = 0.4$) in der AFM-Abbildung (21011 links, 21009 rechts)

Die Oberfläche der Probe 21011, die die geringste $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke dieser Serie aufweist, ist bis auf einige konvexe Domänen, deren Dichte der der DSDs in der KL-Abbildung entspricht, eben. Sie besitzt die für den 2D-Stufenfluß-Wachstumsmodus charakteristische Terrassenstruktur, wobei die Stufenhöhe einer Monolage entspricht. Daraus kann die Verkippung des Substrates gegenüber der exakten [001]-Richtung bestimmt werden. Sie beträgt 0.28° . Die Höhe der konvexen Domänen beträgt ca. 3 - 5 nm. Mit ansteigender $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke werden diese Domänen zum charakteristischen Merkmal der Oberfläche und es entwickelt sich eine starke Welligkeit. Die Höhe der Domänen steigt mit steigender Abscheidungszeit an. In Tab. 15 sind die aus der KL-Abbildung bestimmten DSD-Dichten mit den AFM-Dichten der Domänen verglichen. Es wird festgestellt, dass beide Dichten identisch und somit dem selben Phänomen zuzuordnen sind.

Probe	Abscheidungszeit (s)	DSD-Dichte (cm ⁻²)	Domänen-Dichte (cm ⁻²)	Höhe der Domänen (nm)
21011	4	3·10 ⁵	< 5·10 ⁵	3 - 5
21007	7	6.6·10 ⁶	8·10 ⁶	3 - 5
21008	10	8.5·10 ⁶	9·10 ⁶	3 - 5
21009	15	*	2·10 ⁷	10
21010	23	*	>1·10 ⁸	10 - 25

Tab. 15 Vergleich der DSD-Dichten mit den Dichten der konvexen Domänen für Probenserie B (* Bestimmung der Defektdichte wegen zu geringer KL-Intensität nicht möglich)

Die Bestimmung der strukturellen Parameter aus der Simulation der (004)-Rockingkurven gestaltete sich für die Serie B schwieriger als für Serie A, da mit idealem Quantengrabenprofil keine befriedigende Übereinstimmung mit der Messung erzielt wurde. Es musste in jedem Fall eine Übergangsschicht an der oberen Grenzfläche des Quantengrabens angenommen werden. Abb. 47 zeigt als Beispiel für diese Probenserie die gemessene Rockingkurve der Probe 21007 im Vergleich zur „besten“ Simulation mit idealen, abrupten Grenzflächen ($d = 7$ nm, $x = 0.27$) und einer Simulation mit einer Übergangsschicht an der oberen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -Grenzfläche (Dicke der Übergangsschicht 7 nm, die Indium-Konzentration fällt linear von $x = 0.18$ auf $x = 0$ ab). Abgesehen von der in der Messung im Vergleich zur „idealen“ Simulation fehlenden Schwebung weist auch der Intensitätsverlauf bei kleineren Winkeln große Abweichungen zur Messkurve auf. Die Simulation mit der Übergangsschicht liefert eine deutlich bessere Übereinstimmung mit der Messung, allerdings ist die Eindeutigkeit der Parameter allein aus der Simulation nicht gegeben (s. Kap. 3). Zur Verifizierung der bestimmten Parameter müssen Vergleichsmessungen mit der SIMS herangezogen werden.

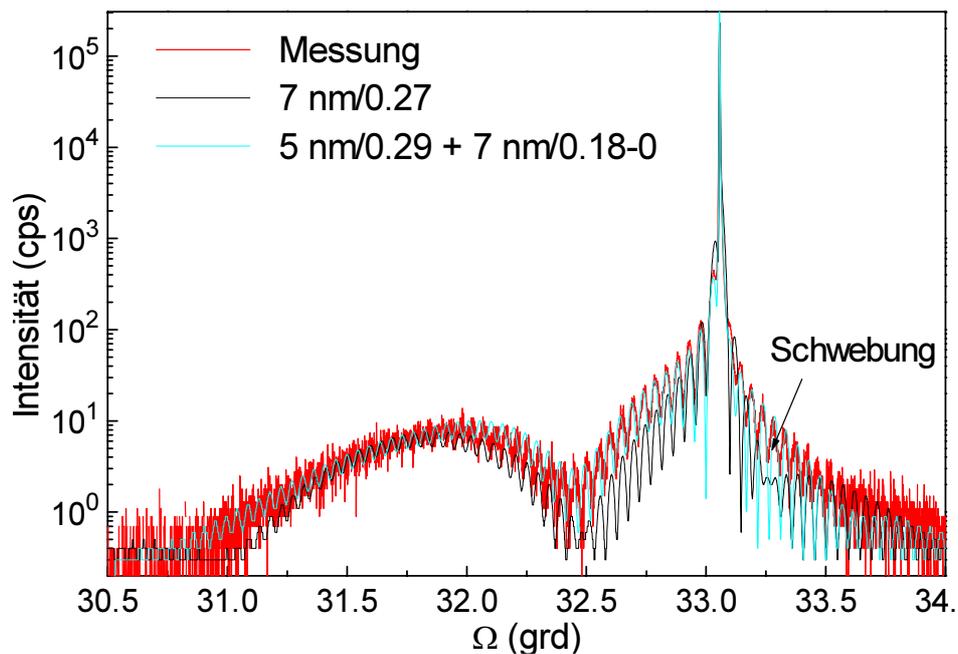


Abb. 47 Vergleich der gemessenen Rockingkurve für Probe 21007 mit einer Simulation mit idealem Quantengrabenprofil und einer Simulation mit einer Übergangsschicht an der oberen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -Grenzfläche

Für alle Proben der Serie B erfolgt also eine Verschleppung von Indium in die GaAs-Deckschicht hinein. Weiterhin muss mit steigender Abscheidungszeit (und damit $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke) ein noch komplizierteres Indium-Profil des Quantengrabens angenommen werden, um die Form der Rockingkurve erfolgreich simulieren zu können. Für die Proben 21009 und 21010 konnten aus den (004)-Rockingkurven keine Parameter bestimmt werden, da keine Oszillationen mehr erkennbar sind und offensichtlich bereits eine Relaxation eingetreten ist. Der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtpeak ist für Probe 21010 in Richtung GaAs-Peak verschoben (Abb. 48). Die starke Oberflächenwelligkeit der Proben (s. Tab. 15) und die hohe Defektdichte führen zum Verschwinden der Oszillationen.

Der Relaxationsgrad wurde aus dem (-2-24)-area map bestimmt. Es wurde bei einer Drehung der Proben um 90° keine Anisotropie der Relaxation festgestellt. Das korreliert mit dem bereits mit der KL konstatierten Befund, dass die vorhandenen Defekte isotrop verteilt sind.

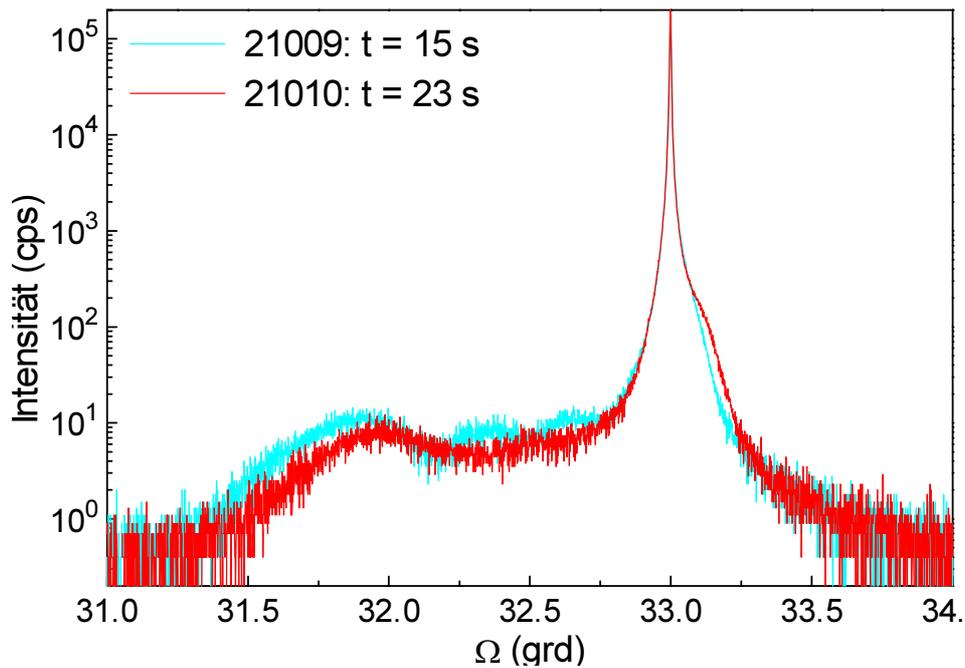


Abb. 48 Verschlechterung der (004)-Rockingkurven der Serie B mit steigender Abscheidungszeit t

In Tab. 16 sind die Ergebnisse der HRXRD-Untersuchung und der PL bei Raumtemperatur zusammengefasst. Es besteht kein linearer Zusammenhang mehr zwischen Abscheidungszeit und Schichtdicke des Quantengrabens, insbesondere auch wegen der Verschleppung von Indium in die GaAs-Deckschicht.

Probe	t (s)	Profil	d_1 (nm)/ x_1	d_2 (nm)/ x_2	d_3 (nm)/ x_3	λ -PL (nm)	PL- Intensität (w. E.)	R %
21011	4		2.75/0.29	-	4/0.18→0	997	0.5	0
21007	7		5.0/0.29	-	7/0.18→0	1059	3.0	0
21008	10		5.0/0.29	4.0/0.2	8/0.18→0	1060	1.0	0
21009	15	*	*			*		4.0
21010	23	*	*			*		14.5

Tab. 16 HRXRD- und PL-Ergebnisse für Serie B ($x_v = 0.4$)

Aus diesem Grund konnte auch keine Wachstumsrate angegeben werden. Das Indium-Profil des Quantengrabens wird mit steigender Abscheidungszeit zunehmend inhomogen. Dies kommt auch in der geringen Differenz der PL-Wellenlängen für die Proben 21007 und 21008 zum Ausdruck. Für die Proben 21009 und 21010 ist die Kristallqualität bereits so schlecht, dass keine PL bei Raumtemperatur gemessen werden kann. Obwohl die Probe 21008 mit $8.5 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ bereits eine sehr hohe Defektdichte aufweist, konnte keine Relaxation festgestellt werden. Allerdings sinkt die PL-Intensität aufgrund der hohen Defektdichte. Obgleich die Probe 21008 eine nahezu identische PL-Wellenlänge wie die Probe 21111 (Serie A, Tab. 14) aufweist, ist die Defektstruktur und die Oberflächenmorphologie für beide Proben deutlich verschieden. Im Fall der Probe 21111 wurde trotz beginnender Relaxation ein 2D-Wachstumsmechanismus mit homogener Indium-Konzentration im Quantengraben festgestellt.

Ein solcher Mechanismus kann für Probe 21008 wegen der Welligkeit der Ober- und Grenzflächen nicht angenommen werden /90/. Die inhomogene Indium-Verteilung ist auf einen Übergang vom 2D-Stufenfluß- zum dreidimensionalen Stranski-Krastanow-Wachstumsmodus /91/ zurückzuführen. Dabei tritt nach anfänglichem 2D-Wachstum einer Benetzungsschicht eine Inselbildung auf, die die Ursache für die beobachteten DSDs und konvexen Domänen ist. Auf diesen Mechanismus wird im nächsten Abschnitt näher eingegangen.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass bei relativ hoher Züchtungstemperatur ($T_Z = 750^\circ\text{C}$) bereits eine moderate Erhöhung des Indium-Gehaltes in der Gasphase von $x_v = 0.3$ auf $x_v = 0.4$ zu starken Änderungen der Defektstruktur und der Oberflächenmorphologie führt. Die erhöhte Indium-Konzentration in der Gasphase führt nicht notwendigerweise zu einer Erhöhung der Indium-Konzentration in der festen Phase, sondern zu einem inhomogenen Indium-Einbau und einem Umschlag vom 2D- zum 3D-Wachstum. Dieser Umschlag führt zu einer Abnahme der Kristallqualität, die sich in einem Absinken der PL-Intensität und einer Relaxation der Schicht, festgestellt mit HRXRD, äußert. Die Relaxation wird erst dann beobachtet, wenn Dichte und Dimensionen der Wachstumsinseln so groß sind, dass sie zusammenstoßen.

6.2 Abhängigkeit der Relaxation von der Gasphasenzusammensetzung

6.2.1 Abhängigkeit der Defektbildung vom In/Ga-Verhältnis in der Gasphase

Zhang und Pashley /92/ studierten das MBE-Wachstum von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten auf GaAs-Substraten verschiedener Orientierung. Sie teilten dabei das Wachstum in zwei Gruppen ein. Für $x \leq 0.25$ stellten sie, wie auch in dieser Arbeit gefunden, einen Abbau der Spannungen durch Anpassungsversetzungen fest. Für $x \geq 0.5$ konstatierten sie den Spannungsabbau durch Bildung von dreidimensionalen Inseln, die ihrerseits teilrelaxiert sind. Bereits 1975 hatten Matthews u. a. gefunden, dass für hochverspannte Epitaxieschichten die Energie eines Systems, das aus einer dünnen pseudomorphen Unterlage und darauf inkohärent wachsenden Inseln besteht, geringer ist als die einer homogenen Schicht /93/. Goldstein u. a. /94/ berichteten über eine Inselbildung und den Übergang vom 2D- zum 3D-Wachstum für InAs auf GaAs und Guha u. a. /95/ bestätigten den Spannungsabbau durch die freie Oberfläche der Inseln experimentell für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten mit $x = 0.5$. Sowohl von ihnen als auch von anderen Autoren /96, 97/ wurde festgestellt, dass diese Inseln bis zu einer gewissen Größe kohärent zur Unterlage wachsen, d. h. noch keine Anpassungsversetzungen ausbilden. Später wurde dieser Effekt für das Wachstum selbstorganisierender Strukturen, sogenannter Quantenpunkte, ausgenutzt /98, 99/.

Die theoretische Beschreibung dieses Wachstumsmechanismus lieferten Snyder u. a. /100/ und Tersoff u. a. /101/. Wie im vorigen Abschnitt beschrieben, setzt eine solche Inselbildung beim MOVPE-Wachstum von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ bereits bei $x \approx 0.29$ ein.

Welchen Einfluss das In/Ga-Verhältnis auf diesen Prozess hat, wurde anhand der Probenserie 20945 - 20949 untersucht. Dabei wurde der In-Fluß im Reaktor konstant gehalten ($f_{\text{TMIn}} = 180 \text{ ml/min}$) und bei einer Abscheidungszeit von 7s der Ga-Fluß für verschiedene Proben verringert und somit x_v erhöht. Die Abscheidungstemperatur dieser Serie betrug 750°C . Die Züchtungsbedingungen sind in Tab. 17 zusammengestellt. Die Erhöhung der Indium-Konzentration der Gasphase über die Reduzierung des TMGa-Flusses wurde deshalb gewählt, um die Gesamtzahl der an der Wachstumsoberfläche ankommenden Indium-Atome konstant zu halten.

6. Relaxation bei hoher Indium-Konzentration in der Gasphase

Probe	20 945	20 946	20 947	20 948	20 949
x_v	0.3	0.4	0.5	0.6	0.71
f_{TMGa} (ml/min)	35	23	15	10	6

Tab. 17 Variation der Indium-Konzentration in der Gasphase durch Reduzierung des TMGa-Flusses

Der den Einbau der Indium-Atome in das Gitter bestimmende Faktor ist in diesem Fall nur die Verspannung an der Oberfläche, nicht aber eine steigende Anzahl von Indium-Atomen, wie es bei einer Erhöhung von x_v mit konstantem TMGa-Fluß und steigendem TMIIn-Fluß der Fall wäre. Unter den gewählten experimentellen Bedingungen sinkt der Gesamtfluß mit dem Anteil der III-er Komponente der Gasphase, was zu einer Reduzierung der Wachstumsgeschwindigkeit und somit zur Reduzierung der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke führt.

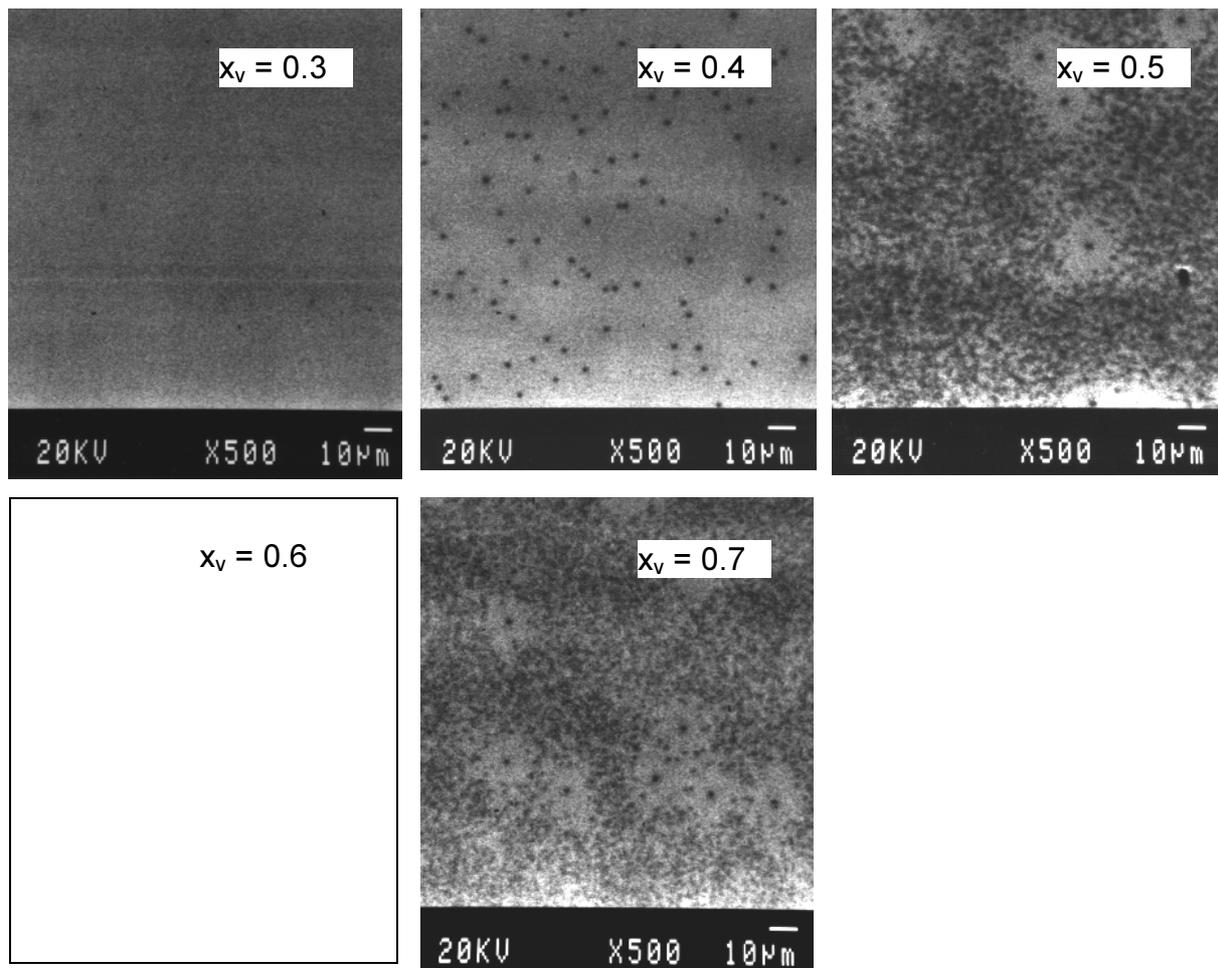


Abb. 49 Defektstruktur der Probenserie mit steigender Indium-Konzentration in der Gasphase bei konstantem TMIIn-Fluß und verringertem TMGa-Fluß (20945 - 20949)

Zunächst wurde die Defektstruktur in dieser Probenserie mit KL bestimmt, um festzustellen, welcher Mechanismus zur Minimierung der Spannungen während des Wachstums stattgefunden hat. Das Ergebnis dieser Untersuchung ist in Abb. 49 dargestellt. Es wird das Ergebnis der im vorigen Abschnitt beschriebenen Probenserien bestätigt. Bei einer Indium-Konzentration in der Gasphase von $x_v \geq 0.4$ treten die bereits beschriebenen DSDs auf. Somit verläuft die Relaxation in der MOVPE bei steigender Indium-Konzentration in der Gasphase immer über den Stranski-Krastanow-Wachstumsmechanismus ab, d. h. über die Bildung von Inseln auf einer zunächst pseudomorph abgeschiedenen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht.

6.2.2 Bestimmung der strukturellen Parameter mit HRXRD und Vergleich zur PL

Bei der Bestimmung der strukturellen Parameter der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht und der GaAs-Deckschicht mit HRXRD traten wiederum die bereits in Abschnitt 6.1 für die Serie B beschriebenen Schwierigkeiten auf. Nur die bei $x_v = 0.3$ abgeschiedene $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht konnte mit einem rechteckigen Quantengrabenprofil simuliert werden.

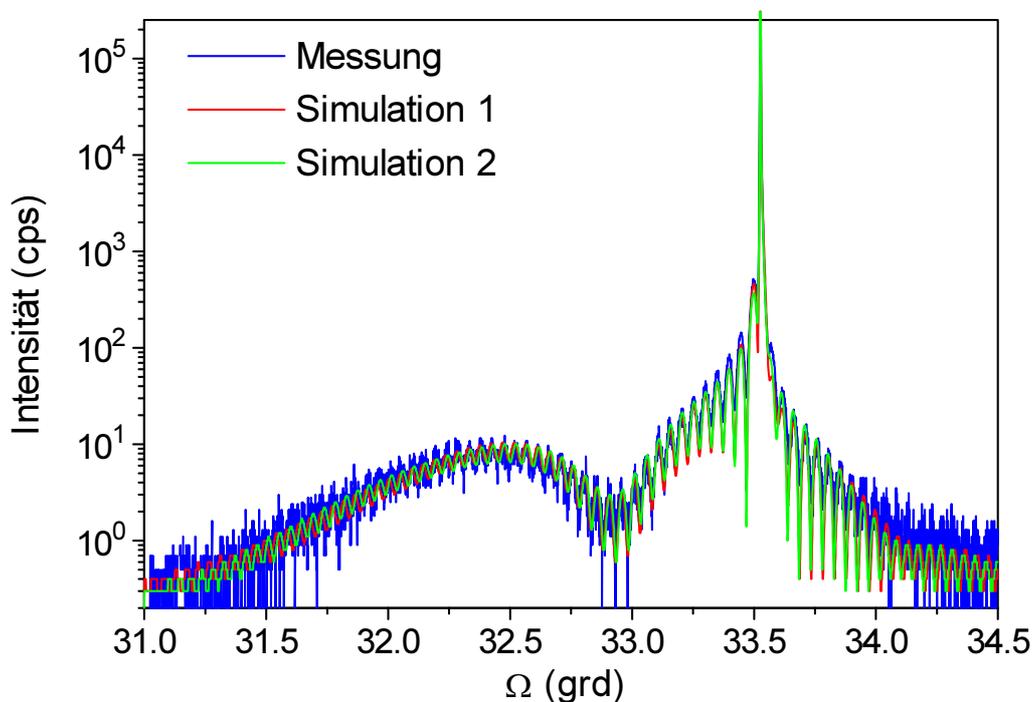


Abb. 50 Vergleich der gemessenen Rockingkurve für Probe 20946 mit zwei Simulationen mit unterschiedlichem Parametersatz (s. Text), aber nahezu identischer Simulationskurve

Für die Simulation der Rockingkurven aller anderen Proben musste eine Übergangsschicht mit variierender Indium-Konzentration an der oberen Grenzfläche des Quantengrabens angenommen werden mit der Konsequenz, dass kein eindeutiger Parametersatz zur Beschreibung der Rockingkurve gefunden werden kann. In Abb. 50 sind zwei Simulationen der Rockingkurve für Probe 20946 dargestellt, deren x-d-Produkt nahezu den gleichen Wert liefert und die fast identisch sind. Die Parameter der Simulationen 1 und 2 sind in Tab. 18 dargestellt.

Profil 	d-hom. (nm)	x_s -hom.	d-grad. (nm)	x-grad.	x-d	d-GaAs (nm)
Simulation 1	4	0.3	7	0.24→0	0.204	103
Simulation 2	5	0.29	7	0.18→0	0.208	103

Tab. 18 Simulationsparameter für Probe 21946 ($x_v = 0.4$)

Für beide Simulationen gilt, dass die Übergangsschicht eine erhebliche Dicke (7 nm) aufweist. Das ist aus der hohen Intensität der Oszillationen in der Nähe des Substratpeaks ersichtlich. Ebenso kann davon ausgegangen werden, dass die Übergangsschicht mit einem geringeren Indium-Gehalt beginnt, als der Quantengraben selbst. Es lässt sich keine befriedigende Simulation mit einem linearen Abfall der Indium-Konzentration ausgehend vom x-Wert des Quantengrabens finden. Die Fehlergrenze der Bestimmung der Schichtdicke des homogenen Anteils des Quantengrabens steigt wegen der fehlenden signifikanten Merkmale in der Rockingkurve auf +/- 0.5 nm.

Alle Rockingkurven dieser Serie konnten mit einem solchen Profil simuliert werden. Dieses Modell ist aber nicht das einzige, mit dem die Rockingkurven erfolgreich simuliert werden können. Unter Verwendung eines Stufenprofils für die Indium-Verteilung im Quantengraben (QW) und einer Übergangsschicht an der oberen Grenzfläche kann ebenso ein befriedigender Fit erzielt werden. Die Sinnfälligkeit eines solchen Modells wird später diskutiert. In Tab. 19 sind die Ergebnisse der Simulation für alle Proben dieser Serie aufgelistet.

Es wird deutlich, dass zunächst mit ansteigender Indium-Konzentration in der Gasphase der Einbau von Indium in die feste Phase ansteigt. Mit weiter zunehmender Indium-Konzentration in der Gasphase wird jedoch nicht mehr Indium eingebaut,

sondern es kommt zu einer Verminderung der Indium-Konzentration in der festen Phase (Profil Typ A und B).

x_v	idealer QW		QW mit In-Gradient				Stufenprofil für QW mit In-Gradient					
	Typ A		Typ B				Typ C					
	d	x	d_{hom}	x	$d_{\text{grad.}}$	x	d_{hom1}	x	d_{hom2}	x	$d_{\text{grad.}}$	X
	(nm)		(nm)		(nm)		(nm)		(nm)		(nm)	
0.3	9	0.22	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
0.4	-	-	5	0.29	7	0.18→0	-	-	-	-	-	-
0.5	-	-	5	0.23	9	0.18→0	2.5	0.29	3	0.18	9	0.18→0
0.6	-	-	5	0.20	10	0.18→0	2.0	0.29	3	0.18	10	0.18→0
0.7	-	-	5	0.19	10	0.18→0	1.5	0.29	3	0.18	10	0.18→0

Tab. 19 Ergebnisse der Simulation der Rockingkurven der Probenserie 20945 - 20949 unter der Annahme verschiedener Quantengrabenprofile

Dieser Prozess ist begleitet von einer Zunahme der DSD-Dichte (vergl. Abb. 49). Die Verminderung des Indium-Einbaus wird durch die PL-Ergebnisse bestätigt (Abb. 51). Mit ansteigendem x_v steigt die PL-Wellenlänge zunächst an, mit weiterer Zunahme von x_v wird aber eine Blauverschiebung der Wellenlänge beobachtet. Eine solche Blauverschiebung kann durch ein Absinken der Indium-Konzentration oder durch eine Verringerung der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichtdicke verursacht sein. Da wegen der absinkenden Wachstumsrate bei der Reduzierung des TMGa-Flusses eine geringere Schichtdicke als Ursache nicht ausgeschlossen werden konnte, wurde eine weitere Probenserie gezüchtet, bei der ein Ansteigen von x_v durch einen konstanten TMGa-Fluß und eine Erhöhung des TMIIn-Flusses und damit auch der Wachstumsrate erzielt wurde. Diese Probenserie zeigte das gleiche Verhalten der PL-Wellenlänge mit ansteigendem x_v , wie in Abb. 51 dargestellt. Somit ist tatsächlich ein Absinken der Indium-Konzentration im Festkörper mit steigendem x_v die Ursache der Blauverschiebung.

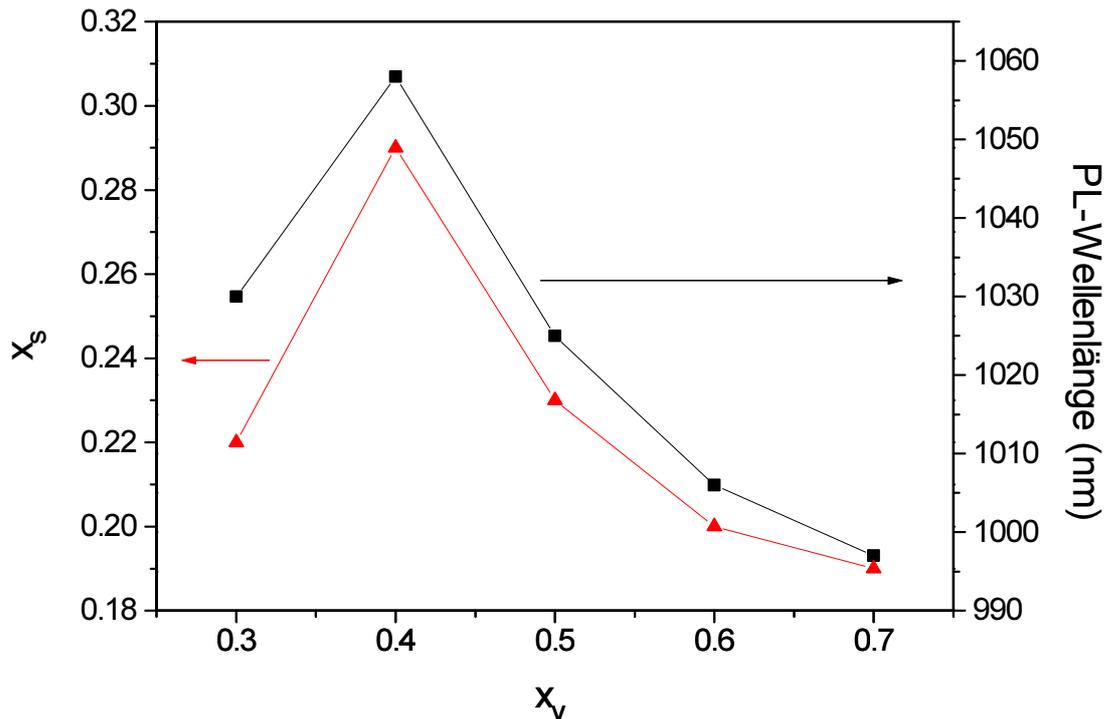


Abb. 51 Indium-Konzentration in der festen Phase x_s und PL-Wellenlänge in Abhängigkeit von der Indium-Konzentration in der Gasphase x_v

Da zur Röntgenbeugung nur Probengebiete mit hinreichend guter kristalliner Perfektion beitragen, kann argumentiert werden, dass das überschüssige Indium, das in der Einbaubilanz fehlt, sich in den Inseln oder Clustern befindet, die durch die DSDs gekennzeichnet sind. Um diesen Umstand zu prüfen, wurde die Indium-Konzentration mit Sekundärionenmassenspektroskopie untersucht.

6.2.3 Sekundärionenmassenspektroskopie (SIMS)

Bei diesem Verfahren werden die von der Probenoberfläche durch Ionenstrahlabtrag abgelösten Ionen nach ihrer Masse getrennt und ihre jeweilige Anzahl bestimmt. Hierbei spielt es keine Rolle, an welcher Stelle innerhalb des Abtragskraters die Ionen entstanden sind. Da der Abtragskraterdurchmesser einige Hundert μm beträgt, befindet sich eine große Zahl von Inseln in diesem Gebiet. Somit hat man eine Methode zur Verfügung, die unabhängig von der Kristallqualität die Anzahl der in einem bestimmten Probenvolumen enthaltenen Indium-Atome bestimmen kann. Sollte in den Inseln mehr Indium enthalten sein, als im übrigen Material, müsste das zu einem Anstieg der gemessenen Indium-Konzentration gegenüber der mit HRXRD ermittelten führen. In Abb. 52 sind die mit SIMS gemessenen Indium-Konzentrationen für die Probenserie 20945 - 20949 dargestellt.

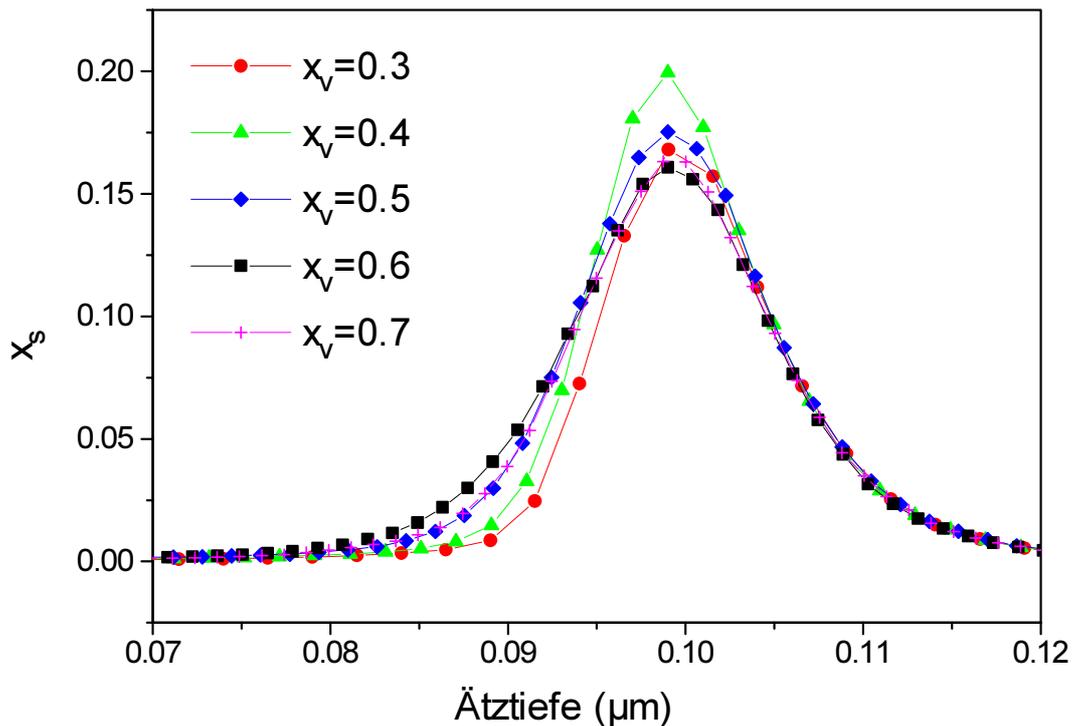


Abb. 52 SIMS-Tiefenprofile der Indium-Konzentration für die Probenserie 20945 - 20949

Es sind zwei Tendenzen zu beobachten. Die maximale Indium-Konzentration im Festkörper zeigt in Abhängigkeit von der Indium-Konzentration in der Gasphase (dargestellt als Scharparameter in Abb. 52) den gleichen Verlauf wie mit HRXRD und PL festgestellt. Die maximal gemessenen Indium-Konzentrationen x_s sind etwa um $\Delta x = 0.05$ geringer als die mit HRXRD bestimmten.

Nach Erreichen des x_s -Maximums für $x_v = 0.4$ nimmt die maximale Indium-Konzentration im Festkörper mit weiter ansteigendem x_v ab. Gleichzeitig erfolgt ein Ansteigen der Halbwertsbreite der Kurve und der Kurvenverlauf wird zunehmend asymmetrisch in Richtung der GaAs-Deckschicht. Dies ist eine Bestätigung für die bereits mit HRXRD gefundene Übergangsschicht mit variierendem Indium-Gehalt an der oberen Grenzfläche des Quantengrabens.

Um den Gesamt-Indium-Einbau im Schichtsystem $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben/GaAs-Deckschicht zu bestimmen, wurde das Flächenintegral der Indium-Konzentration aus den in Abb. 52 dargestellten SIMS-Kurven ermittelt (Abb. 53). Hierbei wird auch das in die Übergangsschicht eingebaute Indium mit berücksichtigt.

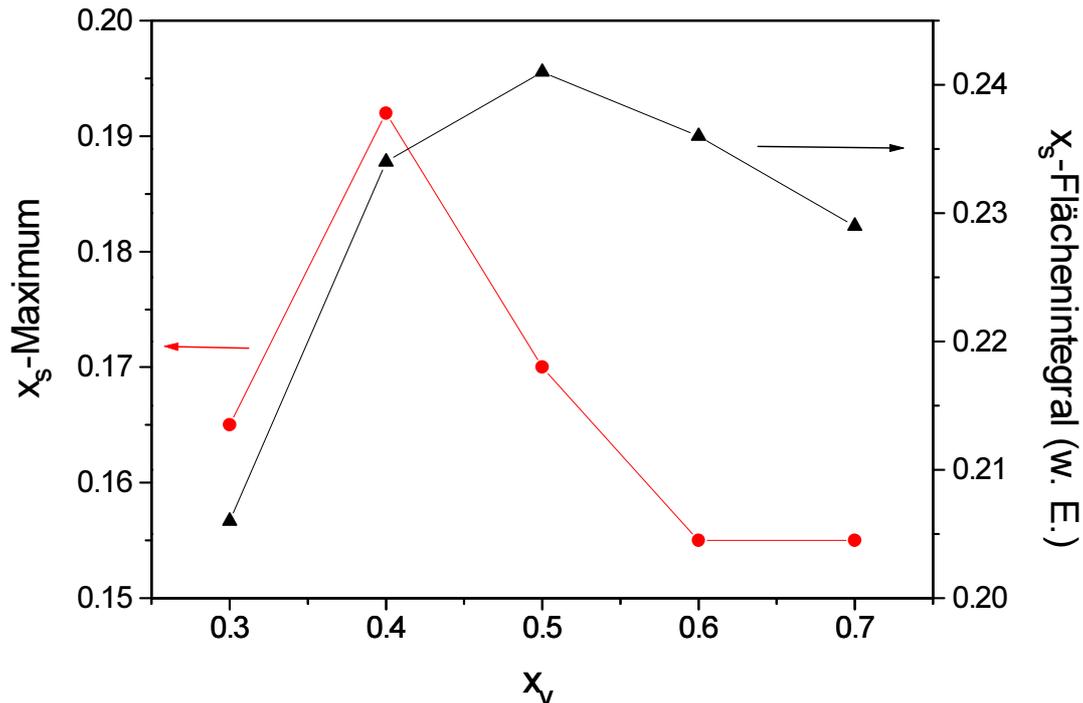


Abb. 53 Vergleich des mit SIMS bestimmten Maximums der eingebauten Indium-Konzentration und des totalen Indium-Einbaus (x_s -Flächenintegral) in Abhängigkeit von der Indium-Konzentration in der Gasphase (20945 - 20949)

Das x_s -Flächenintegral hat ein Maximum bei einer etwas höheren Gasphasenkonzentration von $x_v = 0.5$ als der maximale Indium-Gehalt im Quantengraben ($x_s = 0.192$ bei $x_v = 0.4$). Das bedeutet, dass bei dieser Gasphasenkonzentration ein deutlicher Teil des Indiums in die Inseln und in die Übergangsschicht eingebaut wird. Bei weiterer Erhöhung der Indium-Konzentration in der Gasphase sinkt jedoch der totale Indium-Einbau. Dieses Phänomen ist auf die wachsende mechanische Verspannung an der Wachstumsfront zurückzuführen, die einen weiteren Indium-Einbau verhindert. Zu berücksichtigen sind dabei auch Phänomene wie die Desorption von Indium bei hohen Züchtungstemperaturen. Auf diese Erscheinungen wird im nächsten Abschnitt näher eingegangen.

6.2.4 Einfluss der mechanischen Verspannung auf den Indium-Einbau

Wegen der wachsenden mechanischen Verspannung wird bei gleichen Züchtungsbedingungen in eine verspannte Schicht weniger Indium eingebaut als in eine dicke relaxierte $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht. Abb. 53 zeigt einen Vergleich der mit EDS an dicken $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten (≥ 500 nm) ermittelten Indium-Konzentrationen zur Indium-Konzentration in pseudomorph verspannten $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten.

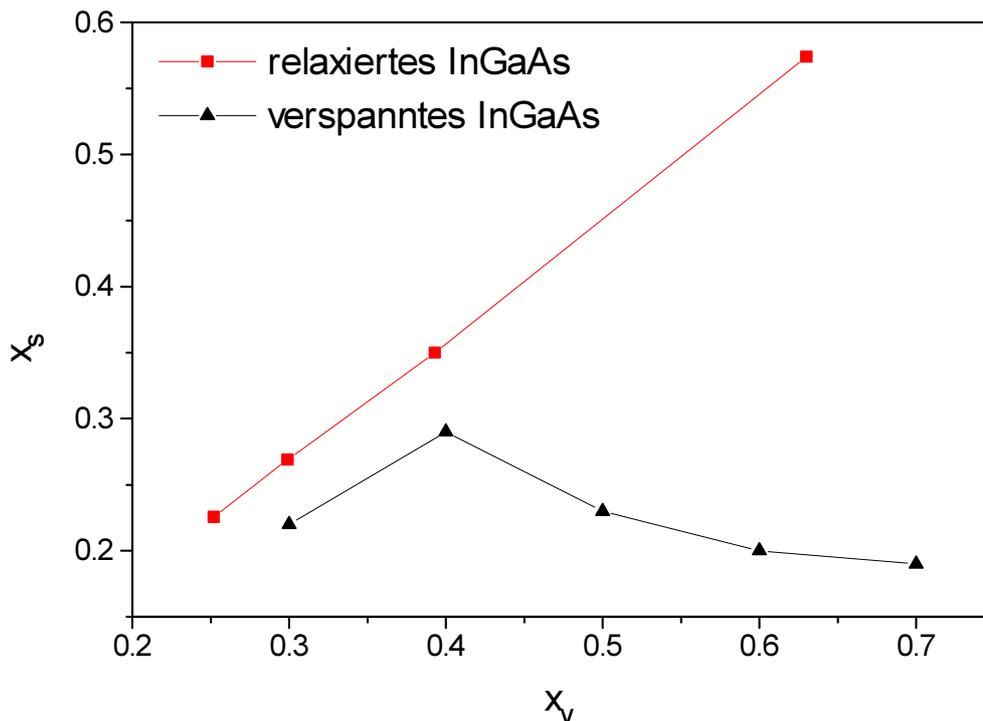


Abb. 54 Vergleich des Indium-Einbaus in verspannte und relaxierte $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten bei einer Abscheidungstemperatur von 750°C

Für relaxierte $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten wird ein linearer Zusammenhang zwischen der Indium-Konzentration in der Gasphase und im Festkörper beobachtet. Mit linearer Regression kann ein Anstieg von 0.922 berechnet werden. Ein Anstieg von 1 bedeutet, dass Indium und Gallium im gleichen Verhältnis in den Festkörper eingebaut werden, wie es in der Gasphase vorliegt. Da bei der relativ hohen Züchtungstemperatur von 750°C das Indium stärker als das Gallium von der Oberfläche desorbiert, wird ein Kurvenanstieg <1 festgestellt.

Der Einbau von Indium in eine verspannte Schicht verläuft dagegen anders. Selbst bei geringen Indium-Konzentrationen in der Gasphase wird in eine verspannte Schicht weniger Indium eingebaut als in eine relaxierte. Ein ähnliches Resultat wurde auch von Lutgen u. a. [102] berichtet, die den Einbau von Indium in spannungskompensierte $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAsP}$ -Supergitter untersuchten. Allerdings wurde von ihnen nur der Bereich moderater Indium-Konzentrationen $x_v \leq 0.25$ betrachtet. Für diesen Bereich wurde ebenfalls ein linearer Anstieg des Indium-Einbaus in Abhängigkeit von der Indium-Konzentration in der Gasphase festgestellt, aber mit einem deutlich vermindertem Anstieg der Einbaukurve von 0.5. Es wurde von ihnen keine Sättigung des Indium-Einbaus beobachtet.

Bei den in diesem Abschnitt beschriebenen MOVPE-Züchtungsbedingungen beträgt der Anstieg der Indium-Einbaukurve 0.7 für den Bereich $x_v \leq 0.4$ und liegt damit etwas höher als der in /102/ beschriebene. Das kann auf den Einfluss der unterschiedlichen Wachstumsraten zurückzuführen sein. Aus den Abb. 53 und 54 wird aber deutlich, dass nicht nur eine Sättigung des Indium-Einbaus bei $x_v > 0.4$ erfolgt, sondern sogar ein leichter Rückgang (auf 95%) zu verzeichnen ist, selbst wenn man das in die Übergangsschicht eingebaute Indium mitberücksichtigt. Es existiert unter den gegebenen Züchtungsbedingungen eine prinzipielle Grenze für den Indium-Einbau in die feste Phase, solange die Schicht pseudomorph wächst. Über die Inselbildung wird zwar ein lokaler Spannungsabbau erreicht ($x_v = 0.5$), aber dieser Mechanismus führt nicht zu einer vollständigen Relaxation der Schicht. Messungen von (-2-24) a-area maps an den Proben ergaben noch keine Änderung des Gitterparameters a_{II} . Die Untersuchung der Oberflächenmorphologie mit dem AFM erbrachte das gleiche Resultat, wie schon im vorigen Abschnitt beschrieben. Die DSD-Dichte entspricht der Dichte der konvexen Domänen auf der Oberfläche. Die Ergebnisse der AFM-Untersuchung sind in Tab. 20 zusammengestellt.

Probe	x_v	Domänenhöhe (nm)	Domänen- \emptyset (μm)	Domänenendichte (cm^{-2})	Terrassenhöhe (nm)
20945	0.3	-	-	-	0.28
20946	0.4	1.7 - 5.0	1.2 - 1.8	$1.5 \cdot 10^6$	0.28
20947	0.5	2.3 - 4.8	1.5 - 1.9	$1.0 \cdot 10^7$	0.29
20948	0.6	2.6 - 4.7	1.5 - 2.2	$1.18 \cdot 10^7$	0.29
20949	0.7	6.0 - 7.1	1.6 - 2.2	$1.2 \cdot 10^7$	0.27

Tab. 20 AFM-Ergebnisse der Probenserie 20945 – 20949

Für $x_v \geq 0.5$ ändert sich die Dichte der Domänen nur sehr wenig, ebenso der Domänendurchmesser. Das heißt, dass im Bereich der Sättigung bzw. des leichten Rückganges des Indium-Einbaus beim Übergang vom 2D- zum 3D-Wachstum die Anzahl der Keime (bzw. Inseln oder Domänen) gleich bleibt. Das heißt ebenso, dass bei einer Übersättigung der Indium-Konzentration in der Gasphase die Dichte der dreidi-

mensionalen Keimbildung beim Stranski-Krastanow-Wachstum thermisch bestimmt ist und nicht vom Grad der Übersättigung abhängt. Ein solcher thermisch aktivierter Keimbildungsmechanismus wurde auch von Seifert u. a. /103/ vorgeschlagen. Es ändert sich aber die Domänenhöhe. Das ist ein Hinweis darauf, dass die 3D-Keimbildung bei ansteigender Indium-Gasphasenkonzentration bereits bei einer geringeren Dicke der Benetzungsschicht beginnt (vergl. Tab. 19, Profil Typ C).

Um die strukturelle Natur der DSDs bzw. Domänen aufzuklären, wurden elektronenstrahltransparente Querschnitte der Proben hergestellt und im TEM untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass die DSDs Gebiete mit höherer Indium-Konzentration als die Umgebung kennzeichnen, die von Versetzungsschleifen umschlossen sind. In Abb. 55 ist ein Querschnitt dargestellt, der Pfeil weist auf ein Indium-reiches Gebiet hin.

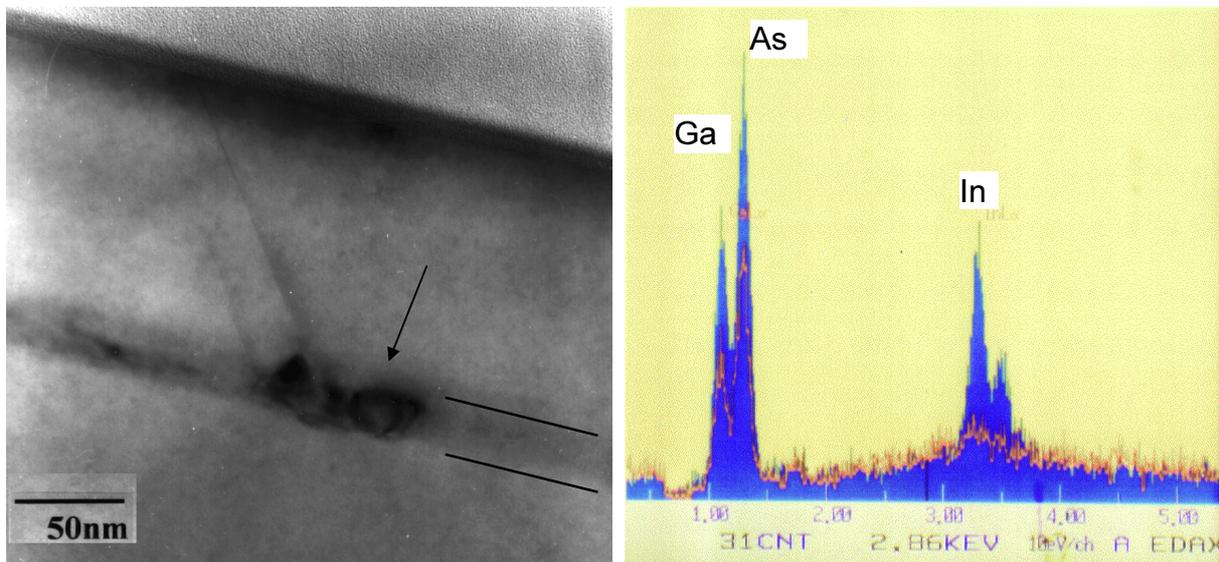


Abb. 55 TEM-Abbildung des Querschnitts einer Probe mit $x_v = 0.7$ (links) und EDS-Spektren derselben Probe (rechts), Kurve oben: Gebiet mit Defekt, Kurve unten: Gebiet ohne Defekt

In Abb. 55 rechts sind EDS-Spektren gezeigt, die im TEM mit einem EDAX-System von einem Probengebiet mit Defekt und von einem Probengebiet ohne Defekt registriert wurden. Es sind die Ga-, As- und In- L_α -Linien zu sehen. Die unterschiedliche Intensität der beiden Spektren wird von der unterschiedlichen Dicke des Querschnittes der beiden Gebiete verursacht. Deshalb ist eine quantitative Analyse mit Hilfe von Standards nicht möglich. Da aber die Arsen-Konzentration in beiden Gebieten

50 At% beträgt und sich nur das Ga/In-Verhältnis ändern kann, kann man beide Spektren auf die Intensität der As-Linie normieren. Danach beträgt das Verhältnis der beobachteten In- L_{α} -Linienintensitäten aus dem Defektgebiet und dem Gebiet ohne Defekte 1.6. Aus der HRXRD-Untersuchung dieser Probe wurde für das defektfreie Gebiet ein x-Wert von 0.17 ermittelt. Eine Abschätzung ergibt dann für das Gebiet mit Defekten einen x-Wert von 0.27, er liegt damit also deutlich höher als die Umgebung. Die Versetzungsschleifen um das Gebiet mit dem höheren x-Wert sind ein Hinweis darauf, dass diese Inseln (Domänen) zur Unterlage relaxiert sind.

Bei einer Verringerung der Abscheidungstemperatur von 750°C auf 650°C bleibt der generelle Trend des Indium-Einbaus wie oben beschrieben erhalten. Wegen der geringeren Desorption des Indiums von der Oberfläche wird aber in den Festkörper mehr Indium eingebaut, der maximale x-Wert erhöht sich um $\Delta x = 0.03$ /104/.

6.2.5 Modell für den Indium-Einbau in den Festkörper bei hohem Indium-Angebot in der Gasphase

Um die beobachteten Phänomene zu erklären, wurde ein Modell entwickelt /104/, das die Koexistenz von relaxierten Inseln, verspannter $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht und einer oberflächennahen InAs-Schicht beinhaltet.

Auf der Oberfläche der wachsenden $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht bildet sich eine dünne Schicht von Metallatomen (In, Ga) und ihrer organischen Verbindungen wie Monomethylindium (MMIn) und Monomethylgallium (MMGa) aus. Da diese Atome noch nicht chemisch an Atome der Oberfläche gebunden sind, kann diese Schicht als Flüssigkeit verstanden werden. Die Zusammensetzung der wachsenden $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht hängt von der Zusammensetzung dieser oberflächennahen Schicht ab.

Da, wie experimentell beobachtet, eine Barriere für den Einbau des großen und schweren Indium-Atoms durch die an der Oberfläche der wachsenden $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht akkumulierte elastische Energie existiert, reichert sich die oberflächennahe Schicht mit Indium an. Gleichzeitig wächst mit steigender Indium-Konzentration in dieser Schicht auch die Desorption, da Indium und seine organischen Verbindungen leicht flüchtig sind (Abb. 56).

Bei moderater Indium-Konzentration in der Gasphase ($x_v \leq 0.3$) steigt die Konzentration im Festkörper linear mit x_v , wobei in Abhängigkeit von der Züchtungstemperatur wie beschrieben ein Teil des Indiums aus der oberflächennahen Schicht desorbiert. Bereits hier macht sich aber die spannungsinduzierte Barriere für den Indium-Einbau

bemerkbar, da nicht alles angebotene Indium in den Festkörper eingebaut wird ($x_s/x_v = 0.7$ für 750°C). Unter den hier beschriebenen Bedingungen wird nicht mehr als $x_s = 0.3$ im Festkörper erreicht.

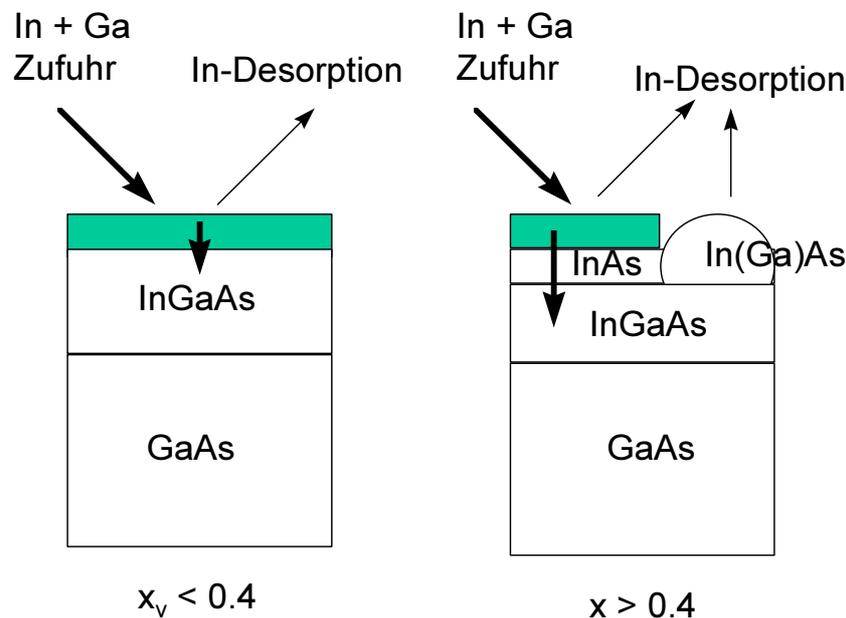


Abb. 56 Modell des Indium-Einbaus in eine verspannte Schicht

Mit steigendem x_v wird das überschüssige Indium an der Oberfläche akkumuliert, wo es eine sehr dünne InAs-Schicht bildet. Wenn die kritische Dicke für InAs auf GaAs von ≈ 1.7 Monolagen /105/ erreicht wird, erfolgt der Umschlag vom zwei- zum dreidimensionalen Wachstum und es bilden sich Inseln (Domänen). Die kritische Gasphasenkonzentration wird unter unseren Wachstumsbedingungen bei $x_v = 0.4$ erreicht. Die In(Ga)As-Inseln wachsen relaxiert zur Unterlage, demzufolge existiert keine Barriere mehr für den Indium-Einbau.

Es bildet sich ein Gleichgewicht zwischen den Inseln, der zwischen ihnen weiter pseudomorph wachsenden $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht und der oberflächennahen Flüssigkeit heraus. Es erfolgt also ein selbstorganisiertes Wachstum, wobei sich die Zusammensetzung der pseudomorphen $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht ändert und weniger Indium eingebaut wird. Aus diesem Grund ist das im Abschnitt 6.2.2 beschriebene Simulationsmodell Typ C sinnvoll, weil es davon ausgeht, dass bei steigendem x_v die kritische Dicke für das InAs bereits bei einer geringeren Dicke des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ erreicht wird. Somit erfolgt der Umschlag zur dreidimensionalen Inselbildung je eher, je größer die Indium-Konzentration in der Gasphase ist.

Der Umschlag zum dreidimensionalen Wachstum erfolgt lokal und die Anzahl der Inseln ist bei $x_v = 0.4$ zunächst noch gering, wächst aber schnell mit steigendem x_v (s. Tab. 20) und geht in eine Sättigung über.

Da die In-As-Bindung im Vergleich zur Ga-As-Bindung schwächer ist, ist auch die Desorption des Indiums aus den Inseln erleichtert und kann während des gesamten Abscheidungsprozesses erfolgen, insbesondere aber während der Wachstumspause vor der Abscheidung der GaAs-Deckschicht.

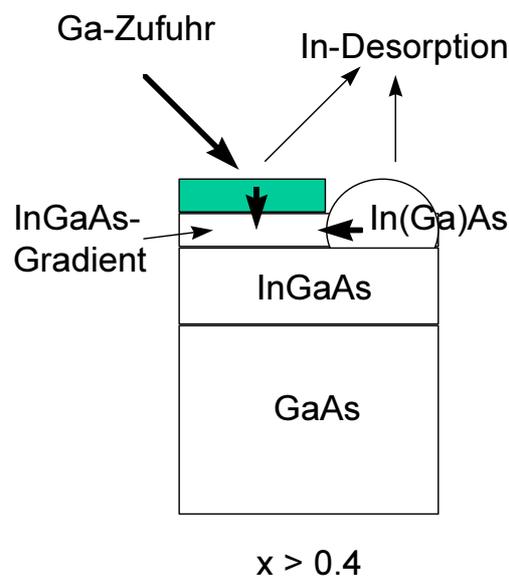


Abb. 57 Bildung einer Übergangsschicht mit variierender Indiumkonzentration während des Wachstums der GaAs-Deckschicht

Das in der oberflächennahen Flüssigkeit verbliebene und aus den Inseln desorbierende Indium kann während des Wachstums der GaAs-Deckschicht in den Festkörper eingebaut werden (Abb. 57) und ist somit die Ursache für die mit HRXRD und SIMS beobachtete Übergangsschicht an der oberen Grenzfläche des $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengrabens.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass der von Zhang und Pashley /92/ beschriebene Umschlag der Relaxationsmechanismen für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten, die mit MBE gewachsen wurden, in Abhängigkeit von der Indiumkonzentration auch für das MOVPE-Wachstum, das ja bei höheren Temperaturen stattfindet, beobachtet wird. In dieser Arbeit wurde die Indiumkonzentration, bei der dieser Umschlag erfolgt und die Faktoren, die ihn beeinflussen, genauer untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass unter den gewählten Züchtungsbedingungen eine prinzipielle, von

der Verspannung verursachte Grenze für den Indium-Einbau in eine pseudomorphe $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht existiert. Das vorgeschlagene Modell zum Indium-Einbau in eine stark verspannte Schicht ist in der Lage, die im Zusammenhang mit dem Indium-Einbau beobachteten Phänomene zu erklären.

7. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde das Relaxationsverhalten von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben im Schichtsystem $\text{GaAs}/\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ in Abhängigkeit von den Wachstumsbedingungen der MOVPE untersucht. Motivation für diese Fragestellung war die technologische Forderung nach Halbleiterlaserdioden mit Emissionswellenlängen > 1000 nm und langer Lebensdauer. Um dieses Ziel zu erreichen, dürfen während des MOVPE-Wachstums keine oder nur möglichst wenig Kristallbaufehler in die aktive $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht eingebaut werden, da diese zum Ausgangspunkt von Degradationsprozessen werden können.

Zu diesem Zweck mussten zunächst die strukturellen Parameter der Quantengraben (Schichtdicke d und Zusammensetzung x) bestimmt werden. Das wurde mit der Simulation von (004)-Rockingkurven, die mit hochauflösender Röntgenbeugung (HRXRD) gemessen wurden, erreicht. Diese Methode hat, da sie zerstörungsfrei ist, für die Charakterisierung von technologierelevanten Mehrschichtstrukturen besondere Bedeutung. Damit konnte die Dicke von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten bis hinunter zu 2.5 nm mit einer Genauigkeit von besser als ± 0.5 nm, sowie die Indium-Konzentration x mit einer Genauigkeit von ± 0.005 bestimmt werden. Mit Hilfe der Methode der kleinsten Quadrate der Logarithmen der Intensitäten, die erstmals auf ein solches System angewendet wurde, konnte ein objektives Kriterium für die Bewertung der Güte der Kurvenanpassung eingeführt werden. Mit der HRXRD konnten Übergangsschichten an den Grenzflächen des Quantengrabens mit Dicken > 2 nm erkannt werden. Vergleichende Untersuchungen mit AES und SIMS bestätigten die Richtigkeit der verwendeten Simulationsmodelle. Zum Nachweis von Übergangsschichten mit einer Dicke < 2 nm war die HRXRD nicht mehr empfindlich genug. Mit Hilfe von GID-Messungen konnten jedoch auch dünnere Übergangsschichten erkannt und quantifiziert werden. Die GID-Messungen führten zu einer Verfeinerung der Modellvorstellung über das Quantengrabenprofil. Aus den mit HRXRD und GID gewonnenen strukturellen Parametern konnte die Übergangsenergie des Quantengrabens mit Hilfe eines die Verspannung und den Quantum-size-Effekt berücksichtigenden Modells berechnet werden. Die aus der Übergangsenergie berechneten Wellenlängen zeigten eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen PL-Wellenlängen.

Basierend auf der Kenntnis der strukturellen Parameter der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben wurde der Einfluss von Schichtdicke und Indium-Konzentration auf die Relaxation untersucht. Die Defektstruktur und die Defektdichte wurden mit Hilfe der integralen KL bei Raumtemperatur bestimmt. Es wurde gefunden, dass zwei fundamentale Mechanismen für den Abbau der während des pseudomorphen Wachstums der $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht auf einem GaAs-Substrat akkumulierten elastischen Energie existieren. Das sind zum einen der klassische Relaxationsmechanismus über die Bildung von Anpassungsversetzungen und zum anderen die Ausbildung von dreidimensionalen Inseln, die ihrerseits relaxiert zur Unterlage wachsen. Diese Relaxationsmechanismen sind mit dem Wachstumsmodus eng verbunden. Im Fall der Relaxation über Anpassungsversetzungen wurde immer ein 2D-Wachstum im Stufenflußmodus beobachtet, wohingegen bei der Relaxation über Inseln der Stranski-Krastanow-Modus das Wachstum und die Oberflächen- sowie Grenzflächenmorphologie bestimmte. Beide Relaxationsmechanismen wurden näher untersucht und erstmalig der Übergangsbereich zwischen ihnen in Abhängigkeit von den Züchtungsbedingungen definiert. Es wurde gefunden, dass der Umschlag zwischen beiden Mechanismen bei einer Indium-Konzentration in der Gasphase x_v zwischen 0.3 und 0.4 erfolgt. Bei $x_v < 0.3$ wurde immer eine Relaxation über Anpassungsversetzungen beobachtet, für $x_v \geq 0.4$ erfolgte die Relaxation immer über die Bildung von dreidimensionalen Inseln, die als DSDs in der KL beobachtet werden.

Die gewonnenen Ergebnisse für die Relaxation über Anpassungsversetzungen wurden mit den von Matthews und Blakeslee vorgeschlagenen Relaxationsmodellen verglichen. Dabei wurde festgestellt, dass die beste Übereinstimmung mit dem Modell der Relaxation über die an der Oberfläche der wachsenden $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht generierten und zur unteren Grenzfläche des Quantengrabens gleitenden Versetzungshalbschleifen erzielt wurde. Dieses Modell beschreibt das Relaxationsverhalten bei hoher Züchtungstemperatur (750°C) mit hinreichender Genauigkeit, berücksichtigt aber nur die auf die Versetzung wirkenden Kräfte, nicht aber die Abhängigkeit der Versetzungsentstehung und -bewegung von der Züchtungstemperatur. Andere in der Literatur vorgeschlagene Relaxationsmodelle wie das von People und Bean liefern viel zu hohe kritische Schichtdicken für das $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}/\text{GaAs}$ -System.

Für den hier untersuchten Fall der beginnenden Relaxation wurde festgestellt, dass diese zunächst nur lokal in der Nähe der Versetzungen erfolgt und erst bei einer Versetzungsdichte $> 1000 \text{ cm}^{-1}$ eine Änderung des Gitterparameters a_{\parallel} mit Hilfe von

HRXRD-area maps in der Nähe asymmetrischer Reflexe wie (115) und (-2 -2 4) gemessen wird. Das heißt, erst dann, wenn sich die Verzerrungsfelder der Versetzungen überlappen, ergibt sich eine Relaxation der Schicht, die sich in einer Vergrößerung des Gitterparameters $a_{||}$ äußert. Die in der Literatur zu findenden unterschiedlichen Angaben zur kritischen Schichtdicke beruhen neben den unterschiedlichen Nachweisgrenzen der verwendeten Methoden auch auf einer unscharfen Definition des Begriffes "kritische Dicke für die Relaxation".

Wird dieser Begriff im Sinne von Matthews und Blakeslee verwendet, nämlich zur Definition der Schichtdicke, bei der die ersten Anpassungsversetzungen beobachtet werden, ist nicht die Veränderung des Gitterparameters $a_{||}$ gemeint. Aber auch hier werden in Abhängigkeit von der Versetzungsdichte des Substrates unterschiedliche kritische Dicken gefunden. Dieser Unterschied ist auf den Bildungsmechanismus der Anpassungsversetzungen zurückzuführen, nämlich einmal über das Umbiegen von Substratversetzungen an der Heterogrenzfläche und zum anderen bei Verwendung weitgehend versetzungsfreier Substrate über Versetzungshalbschleifen. Für die Praxis der Bauelementherstellung ist die Verwendung von Substraten mit niedrigen Versetzungsdichten ($< 10^3 \text{ cm}^{-2}$) relevant. Die in dieser Arbeit berichteten kritischen Dicken beziehen sich auf diesen Fall und liegen damit etwa um den Faktor 2 höher als die für die Relaxation von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ auf Substraten mit hoher Versetzungsdichte genannten.

Somit sind die bei Dodson und Tsao /10/, Whaley und Cohen /11/, sowie Dunstan u. a./13/ angegebenen kritischen Dicken, die die Änderung des Gitterparameters zur Grundlage haben, als eine weitere, höhere "kritische Dicke" zu verstehen, wobei gilt: h_c (mit Substratversetzungen) $<$ h_c (ohne Substratversetzungen) $<$ h_c (Änderung des Gitterparameters $a_{||}$).

Es wurde im Falle der Relaxation über Anpassungsversetzungen ($x_v < 0.3$) eine starke Anisotropie der Relaxation in den orthogonalen, in der (001)-Ebene liegenden $\langle 110 \rangle$ -Richtungen gefunden und auf die unterschiedliche Energie zur Versetzungsbildung und -bewegung für α - und β -Versetzungen zurückgeführt.

Aus der beobachteten Temperaturabhängigkeit der Versetzungsdichten von α - und β -Versetzungen wurden erstmalig die Aktivierungsenergien zur Versetzungsbildung und -bewegung für beide Versetzungstypen für $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schichten mit $x = 0.16$ bestimmt. Die Temperaturabhängigkeit der kritischen Schichtdicke konnte mit einem empirischen Modell von Köpf u. a. /83/ gut beschrieben werden, nicht jedoch mit

dem von Kim und Lee /82/ hergeleiteten Modell auf der Grundlage der unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten für GaAs und InAs. Die Differenzen der Gitterkonstanten, die auf der Grundlage dieser Ausdehnungskoeffizienten für die verschiedenen Abscheidungstemperaturen berechnet wurden, sind viel zu klein, um die beobachteten Unterschiede in der kritischen Dicke zu erklären. Somit wurde in dieser Arbeit ein thermisch aktivierter Prozess der Versetzungsentstehung und -bewegung als Ursache für die bei niedrigen Züchtungstemperaturen beobachteten höheren kritischen Schichtdicken und niedrigeren Versetzungsdichten ermittelt.

Für $x_v \geq 0.4$ läuft die Relaxation über die Bildung von dreidimensionalen Inseln auf einer pseudomorphen Benetzungsschicht (Stranski-Krastanow-Wachstumsmechanismus) ab. Es wurde nachgewiesen, dass in eine pseudomorphe Schicht aufgrund der mechanischen Spannungen an der Wachstumsoberfläche weniger Indium in den Festkörper eingebaut wird, als in eine relaxierte Schicht. Es existiert eine obere Grenze für den Indium-Einbau beim MOVPE-Wachstum einer verspannten Schicht. Höhere Indium-Konzentrationen werden in der festen Phase nur dann erreicht, wenn die $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Schicht relaxiert zur Unterlage wächst. Ferner wurde festgestellt, dass bei höherer Züchtungstemperatur aufgrund der Indium-Desorption von der Oberfläche weniger Indium in den Festkörper eingebaut wird als bei niedrigerer Temperatur. Auf der Grundlage der experimentellen Ergebnisse wurde ein Modell für die Vorgänge bei der Abscheidung von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ mit hoher Indium-Konzentration auf einem GaAs-Substrat entwickelt.

Aus den gewonnenen Erkenntnissen über die Relaxationsmechanismen konnten die Züchtungsbedingungen für defektfreies MOVPE-Wachstum von $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$ -Quantengraben mit möglichst großer PL-Wellenlänge definiert werden. Das Wachstum sollte bei einer Temperatur von 650 - 700°C erfolgen und die Indium-Konzentration in der Gasphase sollte < 0.4 betragen. Diese Kenntnisse finden bei der Züchtung von Laserstrukturen für Emissionswellenlängen bis zu 1060 nm Anwendung.

Literatur

- /1/ F. C. Frank, J. H. van der Merwe, Proc. Roy. Soc. A 198 (1949), 205 - 216
- /2/ J. W. Matthews, A. E. Blakeslee, J. Cryst. Growth 27 (1974), 118 - 125
- /3/ J. W. Matthews, J. Vac. Sci. Technol. 12 (1975), 126
- /4/ J. F. Petroff, M. Sauvage, J. Cryst. Growth 43 (1978), 628 - 636
- /5/ I. J. Fritz, S. T. Picraux, L. R. Dawson, T. J. Drummond, W. D. Laidig, N. G. Anderson, Appl. Phys. Lett. 46 (1985), 967 - 969
- /6/ R. People, J. C. Bean, Appl. Phys. Lett. 47 (1985), 322 - 324
- /7/ M. Grundmann, U. Lienert, J. Christen, D. Bimberg, A. Fischer-Colbie, J. N. Miller, Springer Series in Solid-State Physics 97 (1990), 304 - 312
- /8/ S. F. Yoon, K. Radhakrishnan, H. M. Li, Superlattices and Microstructures 14 (1993), 79 - 86
- /9/ J.-P. Reithmaier, H. Cerva, R. Lösch, Appl. Phys. Lett. 54 (1989), 48 - 50
- /10/ B. W. Dodson, J. Y. Tsao, Appl. Phys. Lett. 51 (1987), 1325 - 1327
- /11/ G. J. Whaley, P. I. Cohen, Appl. Phys. Lett. 57 (1990), 144 - 146
- /12/ J. M. Ballingall, P. Ho, P. A. Martin, G. J. Tessmer, T. H. Yu, N. Lewis, E. L. Hall, J. Electron. Mat. 19 (1990), 509 - 513
- /13/ D. J. Dunstan, P. Kidd, P. F. Fewster, N. L. Andrew, R. Grey, J. P. R. David, L. Gonzalea, Y. Gonzales, A. Sacedon, F. Gonzales-Sanz, Appl. Phys. Lett. 65 (1994), 839 - 841
- /14/ M. S. Abrahams, J. Blanc, C. J. Buiocchi, Appl. Phys. Lett., 21 (1972), 185 - 186
- /15/ P. M. J. Marea, J. C. Barbour, J. F. van der Veen, K. L. Kavanagh, C. W. T. Bulle-Lieuwma, M. P. A. Vieggers, J. Appl. Phys. 62 (1987), 4413 - 4419
- /16/ P. Hiesinger, T. Schweizer, K. Köhler, P. Ganser, W. Rothmund, W. Jantz, J. Appl. Phys. 72 (1992), 2941 - 2946
- /17/ G. S. Green, B. K. Tanner, S. Barnett, M. Emeny, A. D. Pitt, C. R. Whitehouse, G. F. Clark, Phil. Mag. Lett. 62 (1990), 131 - 137
- /18/ K. Köhler, T. Schweizer, P. Ganser, P. Hiesinger, W. Rothmund, Inst. Phys. Conf. Ser. No. 136 GaAs and Related Compounds (1993), 583 - 588
- /19/ C. R. Wie, J. Appl. Phys. 66 (1989), 985 - 988
- /20/ M. Halliwell, M. H. Lyons, M. J. Hill, J. Cryst. Growth 68 (1984) 523 - 531
- /21/ V. D. Scott, G. Love in Electron Probe Quantitation edited by K. F. J. Heinrich, D. E. Newbury, Plenum Press New York (1991) 19 - 30
- /22/ J. L. Pouchou, F. Pichoir, Scanning 12 (1990) 212 - 224
- /23/ U. Zeimer, F. Bugge, S. Gramlich, Inst. Phys. Conf. Ser. No. 134 (1993) 381 - 384

- /24/ D. J. Ahrent, K. Deneffe, C. Van Hoof, J. De Boeck, G. Borghs, J. Appl. Phys. 66 (1989) 1739 - 1746
- /25/ P. J. A. Thijis, L.F. Tiemeijer, J.J. M. Binsma, T. van Dongen, Philips J. Res. 49 (1995) 187 - 224
- /26/ C. Van de Walle, Phys. Rev. B 39, (1989) 1871 - 1883
- /27/ Programm QUANTSCH zur Berechnung der Energieeigenwerte für verspannte Mehrschichtheterostrukturen, G. Beister, FBH Berlin, private Mitteilung
- /28/ H. Wenzel, FBH Berlin, private Mitteilung
- /29/ F. Matsunaga, H. Kakibayashi, T. Mishima, S. Kawase, Jap. J. Appl. Phys. 27 (1988) 149 - 150
- /30/ M. Procop, A. Klein, I. Rechenberg, D. Krüger, Surface and Interface Analysis (1997) zur Veröff. angenommen
- /31/ U. Pietsch, Springer Proc. in Physics 61 (1992) 223 - 226
- /32/ D. Rose, Dissertation Universität Potsdam 1996
- /33/ D. Rose, U. Pietsch, U. Zeimer, J. Appl. Phys. 81 (1997) 2601 - 2606
- /34/ U. Zeimer, A. Oster, D. Rose, U. Pietsch, S. Gramlich, F. Bugge, M. Weyers, Tagungsband zum Philips Symposium Röntgenbeugung Bad Hersfeld 1995, ISBN 3-00-000093-3, 153 - 170
- /35/ S. Takagi, Acta Cryst. 15 (1962), 1311 - 1312
- /36/ D. Taupin, Bull. Soc. Fr. Miner. Crist. 87 (1964) 469 -
- /37/ S. Takagi, J. Phys. Soc. Jap. 26 (1969) 1239 - 1253
- /38/ A. Authier, C. Malgrange, M. Tournarie, Acta Cryst. A 24 (1968) 126 - 136
- /39/ A. Authier, S. Lagomarsino, B. K. Tanner, X-Ray and Neutron Dynamical Diffraction, Plenum Press New York 1996, 49 - 51
- /40/ W. J. Barthels, J. Hornstra, D. J. W. Lobek, Acta Cryst. A42 (1986) 539 - 545
- /41/ Programme HRS und EPITAXY zur Simulation von Rockingkurven, Philips
- /42/ P. F. Fewster, C. J. Curling, J. Appl. Phys. 62 (1987) 4154 - 4158
- /43/ L. Tapfer, K. Ploog, Phys. Rev. B 40 (1989) 9802 - 9810
- /44/ Y. Finkelstein, E. Zolotoyabko, M. Blumina, D. Fekete, J. Appl. Phys. 79 (1996) 1869 - 1875
- /45/ W. H. Press, B. P. Flannery, S. A. Teukolsky, W. T. Vetterling, Numerical Recipes, Cambridge University Press 1986, 498 - 504
- /46/ J. Massies, F. Turco, A. Saletes, J. P. Contour, J. Cryst. Growth 80 (1987) 307ff
- /47/ J. M. Moison, C. Guille, F. Houzay, F. Barthe, M. Van Rompay, Phys. Rev. B 40 (1989) 6149ff
- /48/ H. Toyoshima, T. Niwa, J. Yamazaki, A. Okamoto, Appl. Phys. Lett. 63 (1993) 821 - 823

- /49/ J. Nagle, J. P. Landesmann, M. Larive, C. Mottet, P. Bois, *J. Cryst. Growth* 127 (1993) 550 - 554
- /50/ A. Höpner, H. Seitz, I. Rechenberg, F. Bugge, M. Procop, K. Scheerschmidt, H. J. Queisser, *phys. stat. sol. (a)* 150 (1995) 427 - 437
- /51/ C. Frigeri, A. Di Paola, N. Gambacorti, D. M. Ritchi, F. Longo, M. Della Giovanna, *Mat. Science and Eng. B28* (1994) 346 - 352
- /52/ K. A. Jones, M. W. Cole, P. Cooke, J. R. Flemish, R. L. Pfeffer, H. Shen, *J. Appl. Phys.* 76 (1994) 1609 - 1614
- /53/ Y. Zou, P. Grodzinski, E. P. Menu, W. G. Jeong, P. D. Dapkus, *Appl. Phys. Lett.* 58 (1991) 601 - 603
- /54/ B. C. Coomann, C. B. Carter, K. T. Chan, J. R. Shealey, *Acta metall.* 37 (1989) 2779 - 2793
- /55/ I. Yonenaga, K. Sumino, *J. Appl. Phys.* 65 (1989) 85 - 92
- /56/ R. U. Martinelli, C. C. Wang, *J. Appl. Phys.* 44 (1973) 3350 - 3351
- /57/ M. J. Matragrano, J. R. Shealy, V. Krishnamoorthy, *J. Appl. Phys.* 79 (1996) 8371 - 8378
- /58/ E. A. Fitzgerald, D. G. Ast, P. D. Kirchner, G. D. Pettit, J. M. Woodall, *J. Appl. Phys.* 63 (1988) 693 - 703
- /59/ C. R. Whitehouse, S. J. Barnett, B. F. Usher, A. G. Cullis, A. M. Keir, A. D. Johnson, G. F. Clak, B. K. Tanner, W. Spirkl, B. Lunn, W. E. Hagston, J. C. H. Hogg, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 134 (1993) 563 - 568
- /60/ S. J. Barnett, A. M. Keir, A. G. Cullis, A. D. Johnston, J. Jefferson, G. W. Smith, T. Martin, C. R. Whitehouse, G. Lacey, G. F. Clark, B. K. Tanner, W. Spirkl, B. Lunn, J. C. H. Hogg, P. Ashu, W. E. Hagston, C. M. Castelli, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 28 (1995) A17 - A22
- /61/ M. Meshkinpour, M. S. Goorsky, B. Jenichen, D. C. Streit, T. R. Block, *J. Appl. Phys.* 81 (1997) 3124 - 3128
- /62/ P. Möck, B. K. Tanner, C. R. Li, A. M. Keir, A. D. Johnson, G. Lacey, G. F. Clark, B. Lunn, J. C. H. Hogg, *Semicond. Sci. Technol.* 11 (1996) 1051 - 1055
- /63/ R. Beanland, *J. Appl. Phys.* 72 (1992) 4031 - 4035
- /64/ R. Beanland, *J. Appl. Phys.* 77 (1995) 6217 - 6222
- /65/ W. Hagen, H. Strunk, *Appl. Phys.* 17 (1978) 85 - 87
- /66/ H. Strunk, W. Hagen, E. Bauser, *Appl. Phys.* 18 (1979) 67 - 75
- /67/ M. Schuster, N. Herres, *Proceedings Herbstschule Röntgenoptik Güntersberge* 27. 9. - 29. 9. 1993
- /68/ B. R. Bennet, J. A. Del Alamo, *J. Electron. Mat.* 20 (1991) 1075 - 1079
- /69/ K. R. Breen, P. N. Uppal, J. S. Ahearn, *J. Vac. Sci. Technol. B7* (1989) 758

- /70/ R. H. Dixon, P. J. Goodhew, *J. Appl. Phys.* 68 (1990) 3163 - 3168
- /71/ P. F. Fewster, *Semicond. Sci. Technol.* 8 (1993) 1915 - 1934
- /72/ P. F. Fewster, *J. Appl. Cryst.* 25 (1992) 714 - 723
- /73/ P. F. Fewster, N. L. Andrew, *J. Appl. Cryst.* 26 (1993) 812 - 819
- /74/ V. M. Kaganer, R. Opitz, M. Schmidbauer, R. Köhler, B. Jenichen, *Il Nuovo Cimento* 19 D (1997) 285 - 292
- /75/ P. F. Fewster, N. L. Andrew, *J. Appl. Phys.* 74 (1993) 3121 - 3125
- /76/ V. M. Kaganer, R. Köhler, M. Schmidbauer, R. Opitz, B. Jenichen, *Phys. Rev. B* 55 (1997) 1793 - 1810
- /77/ Properties of lattice-matched and strained indium Gallium Arsenide, ed. by P. Bhattacharya, INSPEC, London, 1993, ISBN 0 85296865, 66
- /78/ P. Maigne, *J. Vac. Sci. Technol. A* 15 (1997) 43 - 47
- /79/ I. Yonenaga, K. Sumino, *J. Appl. Phys.* 65 (1989) 85 - 92
- /80/ B. W. Dodson, J. Y. Tsao, *Phys. Rev. B* 38 (1988) 12 383 - 12 387
- /81/ R. Hull, J. C. Bean, D. J. Werder, R. E. Leibengut, *Appl. Phys. Lett.* 52 (1988) 1605 - 1607
- /82/ K. Kim, Y. H. Lee, *Appl. Phys. Lett.* 67 (1995) 2212 - 2214
- /83/ Ch. Köpf, H. Kosina, S. Selberherr, *Solid-State Electronics* 41 (1997) 1139 - 1152
- /84/ P. Maigne, J.-M. Baribeau, *J. Appl. Phys.* 76 (1994) 1962 - 1964
- /85/ D. Dunstan, P. Kidd, L. Howard, R. Dixon, *Appl. Phys. Lett.* 59 (1991) 3390 - 3392
- /86/ V. Krishnamoorthy, Y. W. Lin, L. Calhoun, H. L. Liu, R. M. Park, *Appl. Phys. Lett.* 61 (1992) 2680 - 2682
- /87/ U. Zeimer, F. Bugge, S. Gramlich, I. Urban, A. Oster, M. Weyers, *Il Nuovo Cimento* 19D (1997) 369 - 376
- /88/ O. Ueda, *SPIE Vol. 1634 Laser Technology and Applications IV* (1992) 215 - 228
- /89/ C. Frigeri, *Mat. Sci. For. Vol.38 - 41* (1989) 1379 - 1384
- /90/ U. Zeimer, F. Bugge, S. Gramlich, M. Nasarek, M. Sato, M. Weyers, angenommen zur Publikation in den DRIP VII-Proceedings 1998
- /91/ I. N. Stranski, L. Krastanow, *Sitz. Ber. Akad. Wiss. Math.-Naturwiss. Kl. Abt.IIb* 146 (1938) 797
- /92/ X. Zhang, D. W. Pashley, *J. Mat. Sci.: Mat. In Electron.* 7 (1996) 361 - 367
- /93/ J. W. Matthews, D. C. Jackson, A. Chambers, *Thin Solid Films* 26 (1975) 129 - 134
- /94/ L. Goldstein, F. Glas, J. Y. Marzin, M. N. Charasse, G. Le Roux, *Appl. Phys. Lett.* 47 (1985) 1099 - 1101
- /95/ S. Guha, A. Madhukar, K. C. Rajkumar, *Appl. Phys. Lett.* 57 (1990) 2110
- /96/ D. J. Eaglesham, M. Cerullo, *Phys. Rev. Lett.* 64 (1990) 1943
- /97/ C. W. Snyder, J. F. Mansfield, B. G. Orr, *Phys. Rev. B*, 46 (1992) 9551 - 9554

- /99/ D. Leonard, M. Krishnamurthy, C. M. Reaves, S. P. Denbaars, P. M. Petroff, Appl. Phys. Lett. 63 (1993) 3203
- /99/ M. Grundmann, J. Christen, N. N. Ledentsov, J. Böhrer, D. Bimberg, S. S. Ruvimov, P. Werner, U. Richter, U. Gösele, J. Heydenreich, V. M. Ustinov, A. Y. Egorov, A. E. Shukov, P. S. Kopev, Zh. I. Alferov, Phys. Rev. Lett. 74 (1995) 4043 - 4046
- /100/ C. W. Snyder, B. G. Orr, D. Kessler, L. M. Sander, Phys. Rev. Lett. 66 (1991) 3032
- /101/ J. Tersoff, F. K. Le Goues, Phys. Rev. Lett. 72 (1994) 3570 - 3573
- /102/ S. Lutgen, T. Marschner, W. Stolz, E. O. Göbel, L. Tapfer, J. Cryst. Growth 152 (1995) 1 - 13
- /103/ W. Seifert, N. Carlsson, J. Johansson, M.-E. Pistol, L. Samuelson, J. Cryst. Growth 170 (1997) 39 - 46
- /104/ F. Bugge, U. Zeimer, M. Sato, M. Weyers, G. Tränkle, angenommen zur Publikation in J. Cryst. Growth 1998
- /105/ J. M. Gerard, J. Cryst. Growth 127 (1993) 981

Verzeichnis einiger häufig verwendeter Symbole

a	Gitterkonstante
a_{\parallel}	Gitterparameter parallel zur (001)-Ebene
a_{\perp}	Gitterparameter senkrecht zur (001)-Ebene
b	Betrag des Burgers-Vektors
d	Schichtdicke
f	Gitterfehlpassung
h	reziproker Gittervektor
h_c	kritische Schichtdicke
k	Boltzmann-Konstante
k	Wellenvektor
m^*	effektive Masse der Ladungsträger
r	Ortsvektor
q_x, q_z	Koordinaten des reziproken Raumes
v	Versetzungsgleitgeschwindigkeit
x	Zusammensetzung
C	Polarisationsfaktor
D	Lösung der Wellengleichung
E_A	Aktivierungsenergie
F_h	Strukturfaktor
G	Schermodul
T_Z	Züchtungstemperatur
δ	mechanische Spannung
ε	Verzerrung (Deformation)
ν	Poisson-Zahl
σ	mittlere quadratische Abweichung
χ	elektrische Suszeptibilität
λ	Wellenlänge
Θ	Bragg-Winkel
Ω	Einfallswinkel der Röntgenstrahlen
Ψ	Wellenfunktion

Danksagung

Ich möchte mich bei Herrn Prof. Dr. U. Pietsch vom Institut für Physik der Universität Potsdam herzlich bedanken für die Betreuung der Arbeit, für sein ständiges Interesse an deren Fortgang, für die vielen Anregungen und die durchwachten Nächte am Synchrotron in Hamburg bei der GID-Messung, für die ich auch Herrn Dr. D. Rose danke.

Herrn Dr. G. Tränkle danke ich für die Möglichkeit, diese Arbeit neben meiner Mitarbeit an verschiedenen Forschungsprojekten am Ferdinand-Braun-Institut für Höchstfrequenztechnik Berlin durchführen zu können, sowie für seine Förderung, sein Verständnis und seine fachlichen Hinweise zum Modell des Indium-Einbaus.

Gleichzeitig möchte ich mich bei allen Mitarbeitern des Ferdinand-Braun-Institutes für die gute Zusammenarbeit bedanken, ohne deren Hilfe diese Arbeit nicht zustande gekommen wäre. Vor allem möchte ich den Mitarbeitern der Abteilung Materialtechnologie und unserem Abteilungsleiter Herrn Dr. Weyers danken, der durch seine behutsame, doch stetige Nachfrage nach dem Stand der Dinge die Arbeit befördert hat.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr. F. Bugge für die fruchtbare Zusammenarbeit, für die Züchtung der Proben und die interessanten Diskussionen. Ebenso herzlich bedanke ich mich bei Herrn Dr. S. Gramlich für die PL-Messung der Proben und viele nützliche Gespräche. Für die Verdeutlichung theoretischer Zusammenhänge und seine Unterstützung bei der Programmierung danke ich Herrn Dr. H. Wenzel.

Herrn Dr. M. Sato von den NTT Basic Research Labs in Atsugi und Herrn M. Nasarek danke ich für die AFM-Messungen, die für das Verständnis der Züchtungsvorgänge sehr wichtig waren. Bei Frau I. Urban und Herrn Dr. M. Procop von der Bundesanstalt für Materialforschung in Berlin bedanke ich mich für die Durchführung der TEM- und AES-Messungen. Frau Dr. I. Rechenberg danke ich für die langjährige gute Zusammenarbeit und die Messung der spektralen KL.

Bei Herrn Dr. P. Fewster von den Philips Research Laboratories in Redhill bedanke ich mich für die Möglichkeit, in seinem Labor messen zu können, für die Nutzung seiner Programme und für die Einweihung in einige "Geheimnisse" der Röntgenbeugung. Ebenso bedanke ich mich bei Frau Dr. M. Halliwell von Philips für die geduldige Beantwortung meiner Fragen zur Simulationssoftware.

Danksagung

Herrn Dr. I. Yonenaga danke ich für die interessanten Diskussionen zum Thema Versetzungsbewegung.

Besonders aber bedanke ich mich bei meiner Familie, bei Anja, Robert und Manfred, die viele Stunden auf mich verzichten mussten, für die ständige Unterstützung und den Rückhalt.