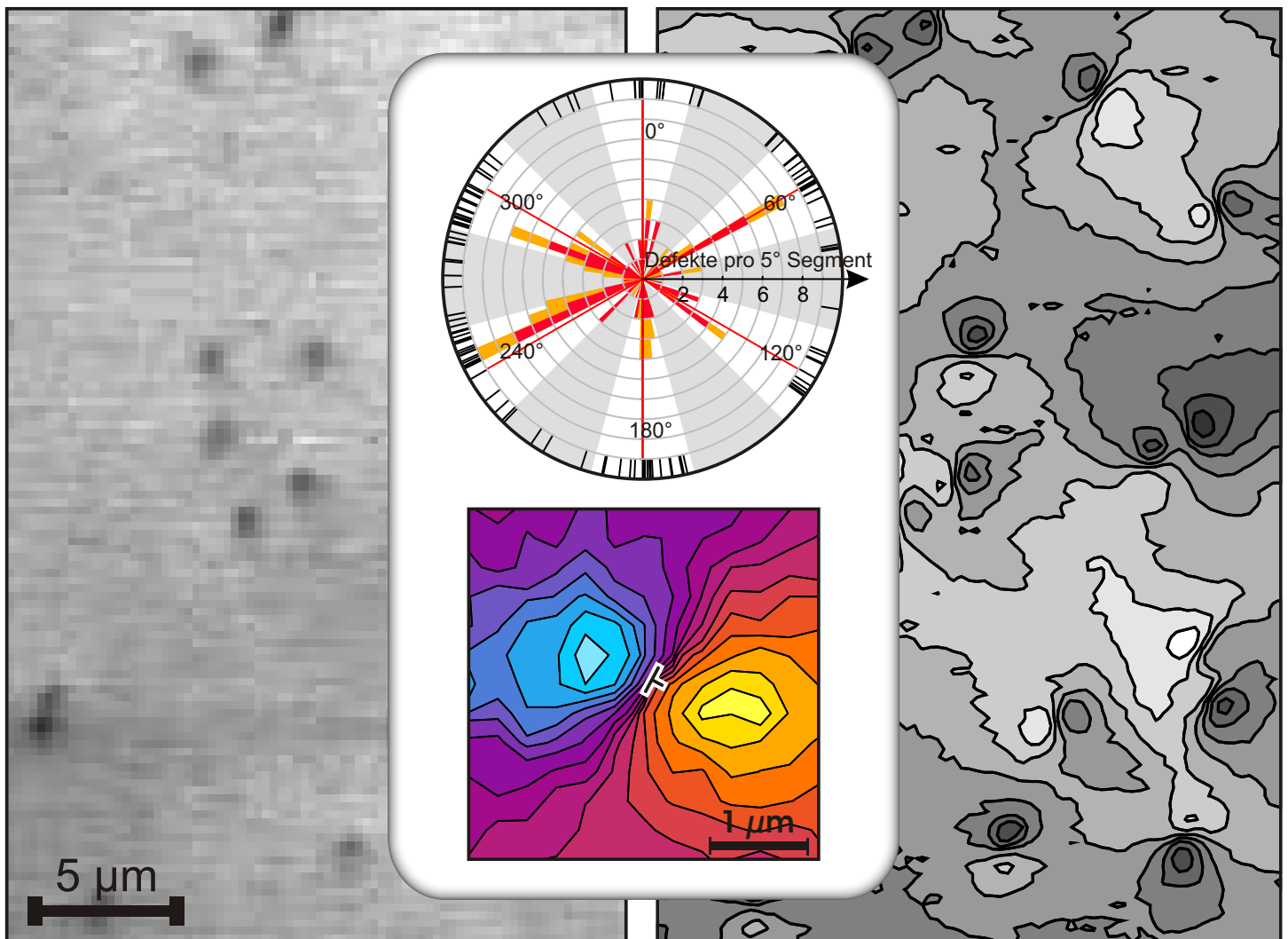


Nikolaus Gmeinwieser

Hochortsaufgelöste spektroskopische Untersuchungen an Galliumnitrid



Cuvillier Verlag Göttingen

Hochortsaufgelöste
spektroskopische Untersuchungen
an Galliumnitrid



DISSERTATION

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

der Naturwissenschaftlichen Fakultät II - Physik
der Universität Regensburg

vorgelegt von
Nikolaus Gmeinwieser
aus Bogen

Juli 2006

Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

1. Aufl. - Göttingen : Cuvillier, 2006
Zugl.: Regensburg, Univ., Diss., 2006
ISBN 3-86727-993-4

Das Promotionsgesuch wurde eingereicht am 03. Juli 2006
Tag der mündlichen Prüfung: 10. August 2006

Die Arbeit wurde angeleitet von PD Dr. Ulrich T. Schwarz

Prüfungsausschuss: Prof. Dr. Tilo Wettig (Vorsitzender)
PD Dr. Ulrich T. Schwarz (1. Gutachter)
Prof. Dr. Josef Zweck (2. Gutachter)
Prof. Dr. Franz J. Giessibl (Prüfer)

© CUVILLIER VERLAG, Göttingen 2006
Nonnenstieg 8, 37075 Göttingen
Telefon: 0551-54724-0
Telefax: 0551-54724-21
www.cuvillier.de

Alle Rechte vorbehalten. Ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages ist es nicht gestattet, das Buch oder Teile daraus auf fotomechanischem Weg (Fotokopie, Mikrokopie) zu vervielfältigen.

1. Auflage, 2006

Gedruckt auf säurefreiem Papier

ISBN 3-86727-993-4

Inhaltsverzeichnis

Einleitung und Übersicht	1
I Grundlagen	5
1 Materialsystem	6
1.1 Kristallstruktur	6
1.2 Bandstruktur	8
1.3 Photolumineszenz	8
2 Störungen des Kristallgitters	15
2.1 Verspannungen	15
2.1.1 Grundlagen der Elastizitätstheorie	15
2.1.2 Uniaxiale und biaxiale Verspannung in GaN	19
2.1.3 Auswirkung von Verspannungen auf die Photolumineszenz	20
2.1.4 Alternative Messmethoden zur Bestimmung der Verspannung	25
2.2 Versetzungen	25
2.2.1 Grundlegende Eigenschaften	26
2.2.2 Versetzungen in Galliumnitrid	30
2.2.3 Übersicht über die Untersuchungsmethoden für Versetzungen	33
3 Wachstum	39
3.1 Heteroepitaxie	39
3.1.1 Epitaxieverfahren	39
3.1.2 Substratmaterialien	40
3.1.3 Gezielte Steuerung des Verspannungshaushalts	42
3.2 Methoden zur Defektreduzierung	43
3.2.1 ELOG	43
3.2.2 SiN _x Zwischenschichten	45
3.3 Freitragende GaN-Substrate	46
3.3.1 Mehrschritt-ELO	47
3.3.2 Gezielte Rissbildung im Substrat	47
3.3.3 Selbstablösende GaN-Schichten	47
3.3.4 Laser-Lift-Off	48

II	Experimentelle Methoden	49
1	Konfokale Mikroskopie	50
1.1	Prinzip	50
1.2	Theoretische Auflösungsgrenzen	51
2	Mikro-Photolumineszenz-Messungen	53
2.1	Messaufbau	53
3	Erreichbare Auflösung	55
3.1	Räumliches Auflösungsvermögen	55
3.2	Spektrales Auflösungsvermögen	57
4	Benutzte Software	58
III	Untersuchungen an Versetzungen	59
1	Einzelne Versetzungen in Bulk-GaN	60
1.1	Spektroskopie an Versetzungen	60
1.2	Verspannungsfelder einzelner Versetzungen in μ PL	67
1.2.1	Räumliche Mittelung	67
1.2.2	Einbeziehung von Oberflächeneffekten	69
1.2.3	Vergleich mit anderen Messmethoden	71
1.2.4	Schlussfolgerungen	72
2	Ausrichtung der Burgersvektoren von Stufenversetzungen am Kristallgitter	74
2.1	Kristallsymmetrie und Ausrichtung der Burgersvektoren	74
2.2	Experimentelle Bestimmung der Richtung der Verspannungsdipole	75
2.2.1	Faltungsmethode zur Bestimmung der Dipolrichtung	76
2.2.2	Ergebnis der Richtungsauswertung	80
2.3	Ausrichtungen der Versetzungen im Experiment	80
3	Wechselwirkungseffekte zwischen Versetzungen	83
3.1	Versetzungsreihungen im Experiment	83
3.2	Berechnungen von Versetzungsensembles	83
3.2.1	Verspannung von Versetzungsensembles	84
3.2.2	Verspannungsinduzierte Bindungsenergie zwischen Versetzungen	85
	Zusammenfassung und Ausblick	91
	Weitere Arbeiten	94

A	Elastizitätstheoretische Behandlung von Stufenversetzungen	96
B	Verwendete Geräte und Optiken	100
1	Verwendete Geräte	100
1.1	Laser	100
1.2	Mikroskopobjektive	101
1.3	Probenhalter und Kryostat	103
1.4	Verschiebetische	105
1.5	Spektrometer	106
1.6	Beobachtungs-Kamera	107
2	Strahlengänge	108
2.1	Anregung	108
2.2	Detektion	110
	Probenverzeichnis	112
	Abkürzungen und Sprachkonventionen	113
	Abbildungsverzeichnis	114
	Tabellenverzeichnis	116
	Literaturverzeichnis	117
	Publikationen	125
	Danksagung	127

Einleitung

Im Jahr 1998 besuchte ein Herr Nakamura die Frühjahrstagung der Deutschen Physikalischen Gesellschaft, die damals in Regensburg stattfand. Ich war damals gerade im Physik-Grundstudium und wusste von Leuchtdioden nur so viel, dass das diese schwach rot oder grün leuchtenden Bauteile sind, bei denen man auf die Polung achten muss und die zusehends Glühbirnen als Anzeigelämpchen in Geräten verdrängt hatten. Einige Studienkollegen machten mich auf den Vortrag aufmerksam und so nahmen wir gemeinsam an der Veranstaltung teil. Ein japanisch aussehender Herr — soweit wir das von unseren Plätzen ganz weit hinten beurteilen konnten — präsentierte in schlecht verständlichem Englisch etwas, wovon ich — zugegebenermaßen auch wegen der verbesserungswürdigen Akustik im Hörsaal – nur Brocken wie „substlate“ oder „gallium nitride“ verstand. Außerdem fuchtelte er mit einem schlecht sichtbaren Laserpointer (leicht blauviolett) herum und zeigte etwas vor, was allem Anschein nach Leuchtdioden sein mussten. Diese waren blau oder grün und für meine damaligen Leuchtdiodenstandards extrem hell. Das übrige Publikum schien von dieser Vorführung sehr angetan zu sein.

Später hatte ich noch öfter die Gelegenheit, Herrn Nakamura live zu erleben. Er hatte viel an seinem Englisch verbessert und ich viel an meinen Halbleiterkenntnissen. Heute weiß ich, dass das, was ich damals sah, ein Stück Zukunft war. Nakamura konnte als Erster Galliumnitrid-basierte Leucht- und Laserdioden in kommerziell verwertbarer Qualität im blauen bzw. grünen Spektralbereich vorweisen und die Firma Nichia corp., für die er damals arbeitete, brachte sie auf den Markt. Inzwischen haben viele Firmen, darunter auch Osram Opto Semiconductors als einziger deutscher Hersteller, nachgezogen und sich Anteile an dem schnell wachsenden Markt für diese bemerkenswerten Bauteile gesichert.

Bereits heute finden sich in fast jedem Haushalt Galliumnitrid-basierte Bauelemente. Die winzigen und stromsparenden Leuchtdioden (LED) mit ihrer langen Lebensdauer sind in Taschenlampen, Fahrradlichtern, Mobiltelefonen, Ampeln und sogar an Häuserfassaden zu finden [Osram]. Wo farbiges Licht gebraucht wird, sind Leuchtdioden an Effizienz und Lebensdauer fast allen alternativen Beleuchtungssystemen überlegen. Bei weißem Licht überflügeln sie bereits Halogenlampen. Und es stehen schon neue Anwendungen in den Startlöchern, wie Frontscheinwerfer von Automobilen und kleine LED-Beamer zur Bildprojektion. Auch das große Ziel, Leuchtdioden konkurrenzfähig zu konventionellen Systemen für die Allgemeinbeleuchtung zu machen — als Ersatz für Glühbirnen und Neonröhren — ist in greifbare Nähe gerückt. Noch nicht so weit verbreitet sind die Galliumnitrid-basierten Laser. Doch auch sie werden in Form von „Blu Ray“¹- oder HD-DVD-Geräten [Blu Ray], der nächsten Generation von Datenspeichermedien die die DVD ablösen werden, bald in jedem Wohnzimmer stehen. Hier erlaubt die kurze Wellenlänge der blauen und ultravioletten Laserdioden eine wesentlich höhere Speicherdichte auf den Medien, die es ermöglicht auch die riesige Datenmenge für hochauflösende Filme (HD-TV) in bester Qualität auf ein Speichermedium zu schreiben.

Neben diesen „Mainstream“-Anwendungen haben sich viele Nischenanwendungen entwickelt, die andere herausragende Qualitäten von Galliumnitrid nutzen. Durch

¹„Blu Ray“ ist ein Markenname für dieses neue Speicherformat.

seine chemische Passivität und Ungiftigkeit ist es ein ideales Material für chemische oder biologische Sensoren [Eickhoff2003, Ambacher2003]. Es ist möglich, pH- und Gassensoren herzustellen, die auch widrigen chemischen Bedingungen trotzen und sogar von lebenden Zellen besiedelt werden können. Durch seine hohe Temperaturbeständigkeit verspricht Galliumnitrid auch ein gutes Materialsystem für Hochleistungselektronik zu sein.

Das Ziel dieser Arbeit war es nicht, die einzelnen Prozessschritte zur Herstellung von Galliumnitrid-Bauelementen direkt zu optimieren. Vielmehr sollte auf analytischem Wege mehr zum Verständnis des Materialsystems selbst und seiner Eigenschaften beigetragen werden, damit, ausgehend von diesem Wissen, die richtigen Ansatzpunkte für Verbesserungen gefunden werden können. Natürlich lagen auf dem Weg dahin auch viele „Service-Messungen“, also das Analysieren von Proben aus der laufenden Forschung von Osram und anderen Instituten, mit denen in verschiedenen Verbundprojekten² und auch im Rahmen von Auftragsarbeiten kooperiert wurde. Aber gerade aus solchen Messungen haben sich oft interessante wissenschaftliche Fragestellungen ergeben, die schließlich auch zu den Ergebnissen in dieser Arbeit und den mit ihr verbundenen Diplomarbeiten führten. Leider kann hier aus thematischen und Platzgründen nur ein kleiner Ausschnitt des bearbeiteten Themenspektrums vorgestellt werden.

Der Schwerpunkt dieser Arbeit liegt auf der Analyse der optischen Eigenschaften und der Verspannungen von Kristallversetzungen in Galliumnitrid. Dabei wird Mikro-Photolumineszenz als Hauptanalyseverfahren eingesetzt.

Das erste Kapitel befasst sich mit dem Materialsystem Galliumnitrid, seiner Kristallstruktur, sowie den elektrischen und optischen Eigenschaften. Auch die Grundlagen der Elastizitätstheorie, die für spätere Berechnungen benötigt werden, werden kurz eingeführt. Ausführlich wird auf die Auswirkungen von Verspannungen und Kristalldefekten und auf die Photolumineszenz, die Grundlage des optischen Analyseverfahrens in dieser Arbeit, eingegangen. Schließlich werden noch Details zur Herstellung von Galliumnitrid-Proben, wie sie hier analysiert wurden, vorgestellt.

Gegenstand des zweiten Kapitels sind die Analysemethoden. Der Mikro-Photolumineszenz-Aufbau wird vorgestellt und seine Funktionsprinzipien erläutert. Kurz wird auf die für die Bewertung der Ergebnisse wichtigen Leistungsdaten des Aufbaus eingegangen.

Im Mittelpunkt des dritten Kapitels stehen die Ergebnisse der Mikro-Photolumineszenz-Untersuchungen, die an freitragenden Galliumnitrid-Schichten durchgeführt wurden. Die gute räumliche Auflösung des konfokalen Mikroskops ermöglicht es, einzelne Kristallversetzungen sichtbar zu machen und mit hoher spektraler Auflösung die Photolumineszenz-Spektren in ihrer Umgebung zu untersuchen. Daraus lassen sich direkt Materialverspannungen ableiten. Ein Vergleich mit elastizitätstheoretischen Berechnungen zeigt eine hervorragende Übereinstimmung der Theorie mit den gemessenen Daten.

Die hexagonale Kristallstruktur von Galliumnitrid gibt nur bestimmte Richtungen vor, in denen die Verspannungen von Versetzungen nachgewiesen werden können.

²BMBF-Projekt „Blaue Laser“ und „Nanolux“

Diese Vorhersage wurde auf eindrucksvolle Weise von den vorgestellten Ergebnissen bestätigt.

Durch die große untersuchte Materialfläche wurden sporadisch auftretende Ordnungseffekte von Versetzungen auf Mikrometerskalen entdeckt. Stufenversetzungen gleichen Burgersvektors können sich noch in einem durchschnittlichen Abstand von einem Mikrometer zu linearen Ketten anordnen. Berechnungen zeigen, dass es sich bei diesen Ketten tatsächlich um energetisch stabile Strukturen handelt.

Die hier vorgestellten Ergebnisse liefern einen wichtigen Beitrag zum Verständnis von Defekten, den durch sie im Material induzierten Verspannungen und ihrer großräumigen Anordnung. Da Defekte sich unmittelbar auf die Lebensdauer und Effizienz von Leucht- und Laserdioden auswirken, und ihre Verspannungsfelder die Ladungsträgermobilität in zweidimensionalen Schichten, wie sie für Sensoren und elektrische Bauteile verwendet werden, begrenzen [Jena2002, Knap2005], besteht ein direkter Bezug zu industriellen Bauelementen und der aktuellen Forschung.

Kapitel I

Grundlagen

In diesem Kapitel sollen die Grundlagen für das Verständnis der nachfolgenden experimentellen Kapitel gelegt werden. Der erste Teil stellt das Materialsystem Galliumnitrid (GaN) mit seinen besonderen Eigenschaften vor. Ein Schwerpunkt liegt hier auf der Photolumineszenz (PL), der Hauptuntersuchungsmethode für die vorliegende Arbeit. Ein weiterer Abschnitt behandelt die möglichen Störungen des Kristallgitters durch Verspannungen oder Kristallversetzungen und deren Einfluss auf die Materialparameter. Es soll hier auch eine Einführung in die Elastizitätstheorie gegeben werden, soweit sie für das Verständnis der Arbeit erforderlich ist. Außerdem werden die etablierten Untersuchungsmethoden für Kristalldefekte kurz vorgestellt. Der letzte Teil behandelt die Herstellung von Schichten, Substraten und Bauteilen auf GaN-Basis, mit besonderem Augenmerk auf Verfahren zur Reduktion der Defektdichte.

1 Materialsystem

Galliumnitrid konnte erstmals Ende der 1930er Jahre synthetisiert werden [Juza] und bereits 1969 gelang die Abscheidung einer Schicht (wenn auch minderer Qualität) auf einem Saphir-Substrat [Maruska1969]. Allerdings bereitete die p -Dotierung große Probleme, was lange Zeit die Nutzung von Galliumnitrid für elektrooptische Komponenten verhinderte. Wenn auch H. Amano und I. Akasaki, *et al.* [Amano1989] bereits Ende der 80er Jahre eine p -Dotierung mittels per Elektronenstrahl aktivierter Mg-Dotierung erreichten, so gelang der Durchbruch erst Mitte der 90er Jahre durch Nakamura [Nakamura1996], der zu diesem Zeitpunkt für Nichia corp. in Japan arbeitete. Er konnte mittels thermisch aktivierter Mg-Dotierung p -Leitung erzeugen und so zur kommerziellen Anwendung taugliche, optisch aktive pn -Übergänge im blauen und grünen Spektralbereich herstellen.

Seither ist die Forschung an diesem interessanten Materialsystem geradezu explodiert. Weltweit arbeiten Gruppen an einer Vielzahl von Einsatzmöglichkeiten. Das Haupteinsatzgebiet von GaN ist dabei nach wie vor die Fertigung optischer Bauelemente, da es durch seine große direkte Bandlücke von ca. 3.5 eV, die sich durch Zugabe von Indium bis ins Infrarote verschieben lässt, geradezu prädestiniert für diese Anwendungen ist. Trotzdem werden auch gerade seine polaren Eigenschaften für die Herstellung von Sensoren oder Transistoren genutzt [Eickhoff2003, Ambacher2003]. Auch für Biosensoren bietet sich GaN an, da es chemisch sehr stabil und den meisten Lösungen gegenüber chemisch inert ist.

Weiterführende Literatur zu diesem Abschnitt:

- Wachstum, Charakterisierung und Eigenschaften von Galliumnitrid: [Jain2000]
- Kristallparameter: [Vurgaftman2001, Vurgaftman2003]
- Wachstum, Eigenschaften, Photolumineszenz: [Monemar2001]
- Eigenschaften, Wachstum, Bauteile: [Ambacher1998]

1.1 Kristallstruktur

Galliumnitrid kann in drei verschiedenen Kristallstrukturen vorliegen: Der Wurtzit-Struktur (sog. α -GaN), der Zinkblende-Struktur (β -GaN) und der NaCl-Struktur. Unter üblichen Wachstumsbedingungen kristallisiert GaN in der Wurtzit-Struktur. Auf Substraten mit kubischer Kristallstruktur können auch dünne Schichten von Zinkblende-GaN abgeschieden werden und unter sehr hohem Druck kann GaN auch in der NaCl-Struktur hergestellt werden [Popovici1998].

Alle Proben, die in der vorliegenden Arbeit behandelt werden, wurden in $\langle 0001 \rangle$ -Richtung gewachsen und besitzen Wurtzit-Struktur. Im Folgenden wird daher nur auf diese Struktur näher eingegangen.

Wurtzit-GaN weist eine hexagonale Symmetrie in der ab -Ebene auf. Daher werden auch die Millerschen Indizes für dieses Materialsystem im hexagonalen System angegeben. Abbildung I.1 zeigt einen Ausschnitt des Kristallgitters. Die primitive Einheitszelle ist farbig hervorgehoben bzw. in Teil b separat dargestellt. Die Gitterkonstanten haben bei Raumtemperatur in der hexagonalen Ebene die Länge

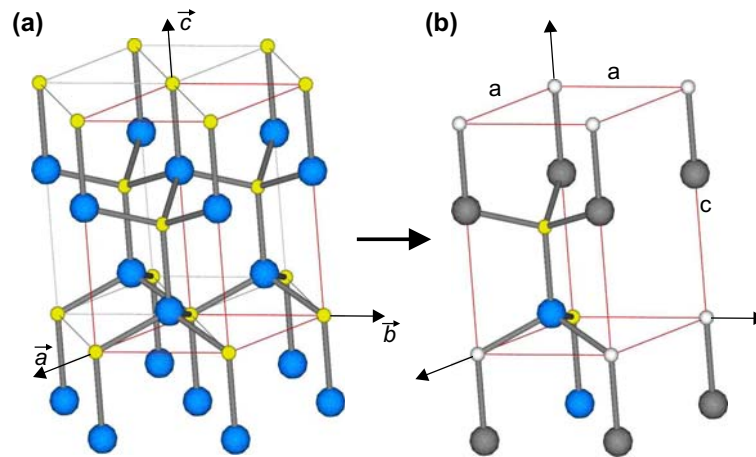


Abbildung I.1: Teil a zeigt eine schematische Darstellung der hexagonalen Einheitszelle von Galliumnitrid in Wurtzit-Struktur. Ga-Atome sind gelb, N-Atome blau dargestellt. Die primitive Einheitszelle ist mit roten Linien angedeutet und im rechten Bildteil b nochmals separat dargestellt. Hier wurden nur die vier Basisatome (je zwei Ga und N) farblich eingezeichnet.

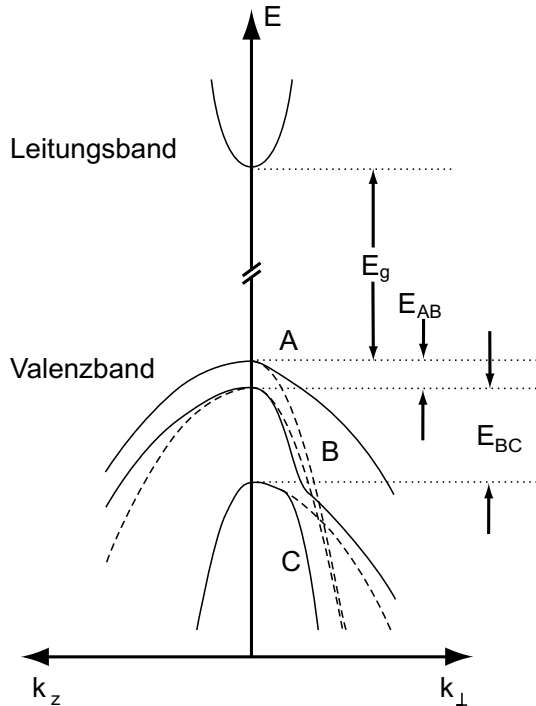
$a(= b) = 0,3189$ nm und senkrecht dazu $c = 0,5185$ nm [Vurgaftman2001]. Die hexagonale Einheitszelle besteht aus je zwei Gallium- (Ga) und zwei Stickstoff-Atomen (N) (siehe Abb. I.1b). Ihre Positionen sind

$$\begin{aligned}\vec{r}_{Ga,1} &= (0, 0, 0), \\ \vec{r}_{Ga,2} &= \frac{2}{3}\vec{a} + \frac{1}{3}\vec{b} + \frac{1}{2}\vec{c}, \\ \vec{r}_{N,1} &= -\frac{3}{8}\vec{c} \quad \text{und} \\ \vec{r}_{N,2} &= \frac{2}{3}\vec{a} + \frac{1}{3}\vec{b} + \frac{1}{8}\vec{c}.\end{aligned}$$

Sowohl die Wurtzit- als auch die Zinkblende-Struktur kann man aus Ga- und N-Atomlagen dichtester Kugelpackung zusammenstellen. Der Unterschied liegt in der Stapelfolge¹. Während Wurtzit in der Folge $\{aAbB aAbB aAbB \dots\}$ abgeschlossen wird, setzt sich die Zinkblende aus $\{aAbBcC aAbBcC aAbBcC \dots\}$ zusammen. Dabei stellen aA, bB und cC jeweils eine zweiatomige Basis aus einem Metallatom (Ga, Al, In, ...) und einem Stickstoffatom dar. Die Wurtzit-Struktur ergibt sich demnach aus einer Kombination von zwei hcp²-Gittern (jeweils aus Ga- und aus N-Atomen), die entlang ihrer c -Achse um $\frac{5}{8}c$ gegeneinander verschoben sind. Diese Verschiebung ist auch die Ursache dafür, dass positiver und negativer Ladungsschwerpunkt in Galliumnitrid nicht zusammenfallen, was sowohl eine spontane, als auch eine starke piezoelektrische Polarisation entlang der c -Achse hervorruft [Ambacher2000]. Über den Stark-Effekt wird dadurch auch die Bandstruktur beeinflusst [Ambacher1998].

¹Es gibt drei verschiedene Möglichkeiten, Ebenen dichtester Kugelpackung aufeinander zu stapeln. Die Ebenen werden mit „a“, „b“ und „c“ bezeichnet.

²engl.: hexagonal closed packed


Abbildung I.2:

Schematischer Verlauf der Bandstruktur von Wurtzit-GaN (in Anlehnung an [Jeon1996]). Besonders auffällig ist der stark nichtparabolische Verlauf der dreifach aufgespaltenen Valenzbänder (durchgezogene Linien). Die effektive-Masse-Näherung (angedeutet durch parabolisch verlaufende gestrichelte Linien) kann nur bedingt zum Einsatz kommen. k_x , k_y und k_z verlaufen entlang der Hauptsymmetrierichtungen der ersten Brillouin-Zone: $k_x \rightarrow \Sigma$, $k_y \rightarrow \Gamma$, $k_z \rightarrow \Delta$. Für k_{\perp} gilt $k_{\perp} = \sqrt{k_x^2 + k_y^2}$.

1.2 Bandstruktur

Durch die Spin-Bahn-Kopplung sowie das Kristallfeld ist das Valenzband von GaN dreifach aufgespalten. Die drei Äste werden als A, B und C-Band bezeichnet. Wie in Abbildung I.2 zu sehen ist, haben die Valenzbänder einen nicht-parabolischen Verlauf (siehe auch [Vurgaftman2003]). Sie können aber am Γ -Punkt parabolisch genähert werden. Die Bandlücke für unverspanntes Wurtzit-GaN beträgt $E_g = 3,504$ eV bei $T = 10$ K. Rechnungen für die Valenzbandabstände am Γ -Punkt ergeben Aufspaltungen von $E_{AB} = 6$ meV und $E_{BC} = 37$ meV [Chen1996].

GaN ist ein direkter Halbleiter. Das bedeutet, dass sowohl das Maximum des Valenzbandes (VB), als auch das Minimum des Leitungsbandes (LB) bei $k = 0$, also am Γ -Punkt, liegen. Elektronen und Löcher können vom LB-Minimum bzw. VB-Maximum direkt strahlend rekombinieren, ohne dass ein Impulsausgleich durch ein Phonon nötig wäre. Das macht die Lichtemission besonders effizient.

1.3 Photolumineszenz

In beiden Fällen hebt die zugeführte Energie Elektronen aus dem Valenz- ins Leitungsband. Die so erzeugten freien Elektronen und Löcher relaxieren durch Abgabe von Phononen zum LB-Minimum bzw. VB-Maximum. Dieser Prozess wird Thermalisierung genannt und geschieht innerhalb der Größenordnung von 100 Femtosekunden, während die Elektronen und Löcher eine mittlere Lebensdauer von mehr als 100 ps bis hin zu Nanosekunden haben. Dies führt dazu, dass sich ein stationärer Nichtgleichgewichtszustand einstellt, der ein Quasiferminiveau zur Folge hat, das bei Ladungsträgerinversion für Elektronen im LB bzw. für Löcher im VB liegt. Von dort rekombinieren die thermalisierten Elektronen und Löcher auf verschiedene Weise.

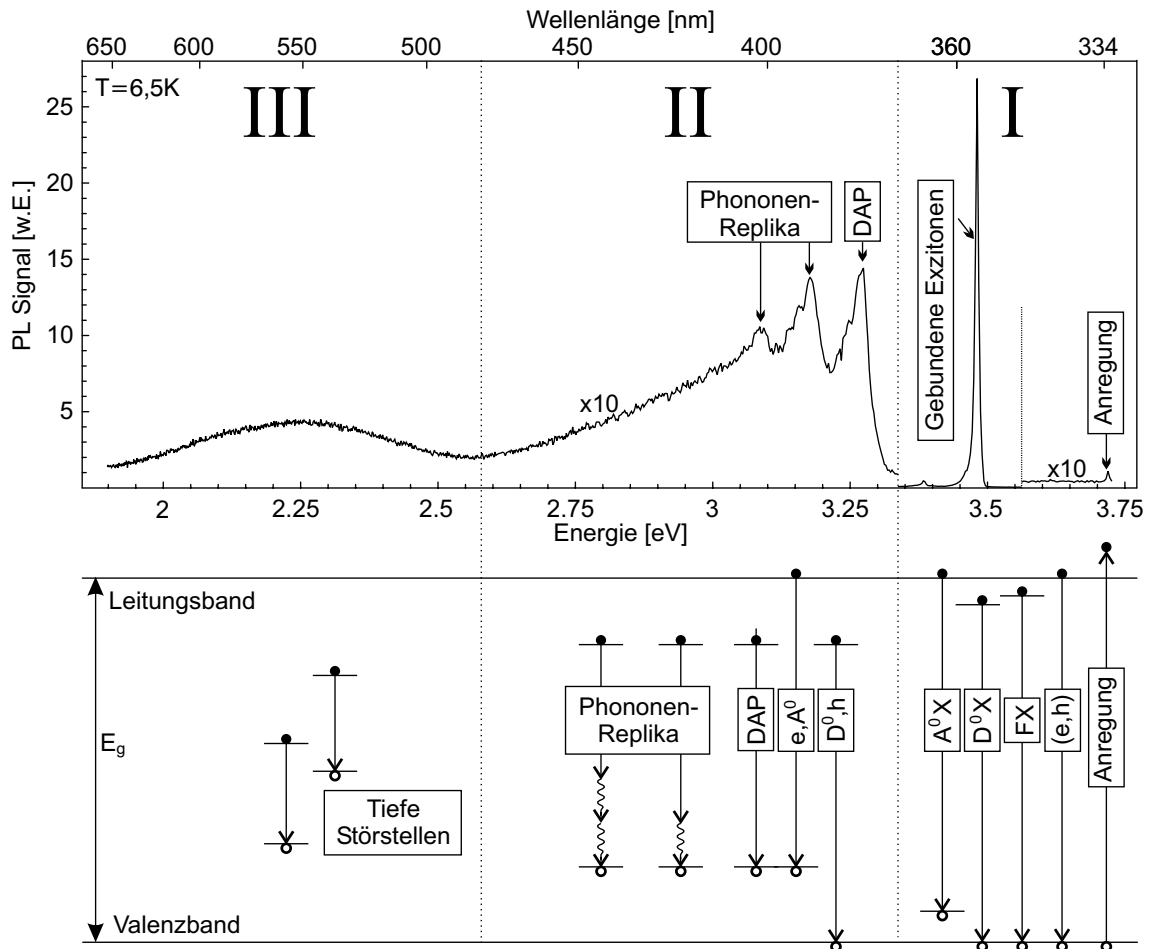


Abbildung I.3: Der untere Bildteil zeigt eine schematische Darstellung möglicher optischer Übergänge in Galliumnitrid, die einem tatsächlichen Tieftemperaturspektrum (aus den Flügelbereichen einer Pendeo-Probe bei $\lambda_{ex} = 334$ nm, $T \approx 6$ K, Probedetails siehe [Schwarz2003]) im oberen Bildteil gegenübergestellt sind. Innerhalb des Spektrums werden üblicherweise drei Regionen unterschieden: Der bandkantennahe Bereich (I), die Donator-Akzeptor-Paar-Übergänge (II) sowie die Gelbe Lumineszenz (III), die üblicherweise tiefen Störstellen oder Defekten zugeordnet wird. Tabelle I.1 gibt eine Übersicht über die Zuordnung der einzelnen Spektrallinien zu den jeweiligen Emissionsprozessen.

Als Lumineszenz bezeichnet man Prozesse, bei denen einem physikalischen System Energie zugeführt wird, die dann – zumindest teilweise – in Form von elektromagnetischer Strahlung wieder abgegeben wird. Je nach Anregungsquelle unterscheidet man verschiedene Arten der Lumineszenz. Für die folgende Arbeit sind zwei Methoden von Bedeutung: Bei der sog. Kathodolumineszenz (KL, CL³) wird die Energie über einen Elektronenstrahl zugeführt, während bei der Photolumineszenz (PL) die Anregung mittels elektromagnetischer Strahlung erfolgt. Für PL muss die Photonenenergie $h\nu_a > E_g$ des Anregungsstrahles mindestens so groß sein wie die Bandlücke E_g . Bei geringerer Energie ist das Material transparent. Dies kann bei geeigneter Abstimmung der Anregungswellenlänge zur selektiven Anregung von Regionen klei-

³engl.: cathodoluminescence

$\left. \begin{array}{l} \text{I} \\ \text{über} \\ \sim 3,3 \text{ eV} \end{array} \right\}$	$\left\{ \begin{array}{l} (e, h) \\ \text{FX}_A, \text{FX}_B, \\ \text{FX}_C \\ \text{D}^0\text{X} \\ \text{A}^0\text{X} \end{array} \right.$	<p>Freies Elektron im Leitungsband + freies Loch im Valenzband (intrinsischer Band-zu-Band-Übergang)</p> <p>Freie Exzitonen, deren Loch sich im A-, B-, bzw. C-Valenzband befindet</p> <p>Exziton, an einen neutralen Donator gebunden</p> <p>Exziton, an einen neutralen Akzeptor gebunden</p>
$\left. \begin{array}{l} \text{II} \\ \sim 3,4 \text{ eV} \\ \text{bis} \\ \sim 2,5 \text{ eV} \end{array} \right\}$	$\left\{ \begin{array}{l} (\text{D}^0, h) \\ (e, \text{A}^0) \\ \text{DAP} \end{array} \right.$	<p>Elektron, an einen neutralen Donator gebunden + Loch im Valenzband</p> <p>Loch, an einen neutralen Akzeptor gebunden + Elektron im Leitungsband</p> <p>Elektron, an einen neutralen Donator gebunden + Loch, an einen neutralen Akzeptor gebunden (Donator-Akzeptor-Paar-Übergang)</p>
$\left. \begin{array}{l} \text{III} \\ \text{unter} \\ \sim 2,6 \text{ eV} \end{array} \right\}$	$\left\{ \begin{array}{l} GL \end{array} \right.$	<p>Übergänge unter Beteiligung tiefer Störstellen (Gelbe Lumineszenz)</p>

Tabelle I.1: Übersicht der Rekombinationsmechanismen, die zu den Spektrallinien in Abbildung I.3 führen

ner Bandlücke (z.B. einem Quantentrog⁴) dienen, die auch tief im Material liegen können. Kathodolumineszenz erlaubt nur die Anregung der obersten Probenschicht, ermöglicht aber im Allgemeinen eine höhere örtliche Auflösung.

Die strahlenden Prozesse sind in Abbildung I.3 schematisch gezeigt und einem gemessenen Tieftemperatur-Spektrum gegenübergestellt. Tabelle I.1 fasst die einzelnen Übergänge in einer kleinen Übersicht zusammen.

Wenden wir uns zuerst dem bandkantennahen Spektrum zu (Abb. I.3, Bereich I). Der dominierende Prozess ist nicht der direkte Band-Band-Übergang (e,h). Je ein Elektron und ein Loch können eine atomartige Bindung eingehen und ein so genanntes Exziton (X) bilden, das sich nach außen hin in erster Näherung als neutrales, wasserstoffatomartiges Teilchen verhält und wie das H-Atom auch angeregte Zustände besitzt ($n = 2, 3, \dots$). Die Bindungsenergie E_b ist dabei in Galliumnitrid mit ca. 23 meV⁵ so hoch, dass Ladungsträger sogar bei Raumtemperatur noch als Exzitonen vorliegen. Je nachdem, welche Art von Loch in dem exzitonischen Zustand gebunden ist, unterscheidet man zwischen dem „freien Exziton“ FX_A , FX_B oder FX_C . Die oben angegebene Bindungsenergie gilt für das FX_A , ist aber für die anderen kaum unterschiedlich.

Die freien Exzitonen können sich auch an elektrisch neutrale Störstellen des Kri-

⁴Zweidimensionale Struktur niedrigerer Bandlücke, z.B. erzeugt durch eine wenige Nanometer dünne Lage InGaN, eingebettet in GaN

⁵Dies ist der wahrscheinlichste Wert nach [Vurgaftman2003], Literaturangaben schwanken zwischen 18 und 28 meV

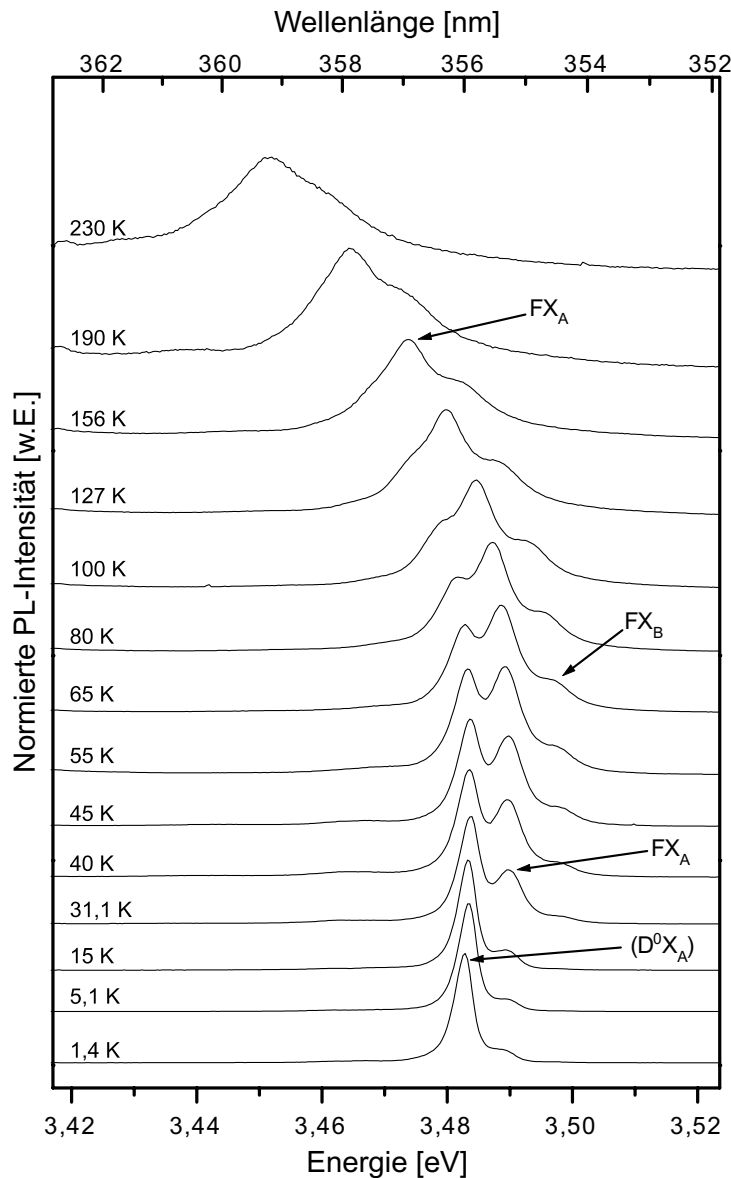


Abbildung I.4:

Das Temperaturverhalten der exzitonischen Übergänge einer Referenzprobe von der Universität Stuttgart (Gewachsen von Bertram Kuhn, Arbeitsgruppe F. Scholz) im Bereich zwischen 1,4 K und 230 K. Deutlich zu sehen ist das Verschwinden der D^0X_A -Linie mit steigender Temperatur und das damit korrespondierende Ansteigen der Intensität des FX_A -Übergangs. Zudem lässt sich eine Verlagerung der Emissionslinien zu niedrigeren Energien mit steigender Temperatur erkennen.

Abbildung mit freundlicher Genehmigung entnommen aus [Wagenhuber2002], Seite 66.

stallgitters — vornehmlich Dotieratome — binden, was zu einer weiteren Energieerniedrigung (E_{lok}) der Emission führt. Dies kann an Donatoren (donatorgebundenes Exziton, D^0X) oder Akzeptoren (akzeptorgebundenes Exziton, A^0X) geschehen. Im Allgemeinen ist die Lokalisierungsenergie an Donatoren $E_{lok}^{D^0X} < E_{lok}^{A^0X}$ kleiner als die an Akzeptoren. Da auch nominell undotiertes GaN meist eine natürliche n -Dotierung aufweist⁶ und somit hauptsächlich Donatoren vorliegen, ist häufig die D^0X -Linie sehr viel stärker als die A^0X -Linie. Bei tiefen Temperaturen liegen fast alle Exzitonen im gebundenen Zustand vor, und so dominiert die D^0X -Linie häufig das Spektrum.

Abbildung I.4 zeigt, wie mit sinkender Temperatur die freien Exzitonen immer mehr zugunsten der gebundenen verschwinden. Die energetische Linienverschiebung mit der Temperatur, die in dieser Abbildung zu sehen ist, resultiert aus der durch

⁶Diese ungewollte n -Dotierung (engl.: unintentional doping) ist typisch für Galliumnitrid und tritt ohne absichtliche Zugabe von Dotierstoffen auf. Ob Stickstoff-Vakanzen oder Verunreinigungen mit Dotierstoffen die Ursache sind, ist noch nicht abschließend geklärt [Jain2000].

die temperaturbedingte Schrumpfung der Gitterabstände verursachten Bandkantenverschiebung, die mittels der empirischen Varshni-Relation gut beschrieben werden kann [Varshni1967].

Mit sinkender Temperatur nehmen die Linienbreiten der bandkantennahen PL (exzitonische Linien) immer weiter ab, wie auch in Abbildung I.4 gut zu sehen ist. In qualitativ hochwertigen Proben (siehe Abschnitt III.1.1) erreicht z.B. die D^0X -Emission Linienbreiten von wenigen Millielektronenvolt (in diesem Spektralbereich entspricht $\Delta E = 1 \text{ meV} \simeq \Delta \lambda = 0,1 \text{ nm}$). Dies ermöglicht es, die bandkantennahe Emission noch weiter in einzelne exzitonische Linien aufzulösen. Diese unterscheiden sich durch die Bindung der Exzitonen an unterschiedliche Störstellen — also unterschiedliche Dotieratome oder Kristalldefekte — oder resultieren aus angeregten Exzitonenzuständen oder Wechselwirkungen mit Elektronen und Löchern.

Wie im Abschnitt I.2.1.3 näher erklärt wird, variiert die energetische Linienposition auch mit der jeweiligen Verspannung der untersuchten GaN-Schicht, die von Probe zu Probe verschieden sein kann. Die Positionen einzelner Linien unterscheiden sich in der Größenordnung von 1 meV, während die Energieverschiebung durch Verspannung mehrere 100 meV ausmachen kann. Daher wird eine eindeutige Zuordnung zu konkreten Prozessen erschwert. Im Allgemeinen werden die einzelnen Linien in der Literatur meist durchnummeriert [z.B. $(D^0X)_1, (D^0X)_2, \dots$]. Peter Gottfriedsen gibt in seiner Diplomarbeit ([Gottfriedsen2004], Kapitel IV.2, Seite 56ff) einen guten Überblick über die beobachteten Linien. Für viele Proben ist eine Zuordnung zu Literaturwerten durch einen Vergleich der energetischen Abstände einzelner Linien möglich. Als abkürzende Schreibweise soll im Folgenden „ D^0X “ und „ A^0X “ nicht nur das gebundene Exziton bezeichnen, sondern auch für dessen Emissionslinie bei strahlender Rekombination stehen.

Auch ungebundene Elektronen und Löcher können an neutralen Donatoren und Akzeptoren eingefangen werden, was im Allgemeinen zu einer größeren Energieabsenkung führt als die Bildung von Exzitonen. Daher schließen sich im Spektrum von GaN zwei weitere Bereiche vergleichsweise breiter Emissionslinien an den bandkantennahen Bereich an, die nach ihrem Wellenlängenbereich als „Blaue Lumineszenz“ (Abb. I.3 II) und „Gelbe Lumineszenz“ (Abb. I.3 III) bezeichnet werden.

Zur Blauen Lumineszenz gehören Rekombinationen von freien Elektronen mit an neutrale Akzeptoren gebundenen Löchern (e, A^0) sowie Rekombinationen von freien Löchern mit an neutrale Donatoren gebundenen Elektronen (D^0, h). Es können auch beide Rekombinationspartner gebunden sein. Dann spricht man vom Donator-Akzeptor-Paar-Übergang (DAP). Da dabei Elektron und Loch auf festen Positionen sitzen, hat das System bei der Rekombination ein Dipolmoment, was eine gute Ankopplung dieses Zerfalles an Longitudinal-Optische (LO) Phononen zur Folge hat. Ein Teil der Rekombinationsenergie kann also auch in die Emission eines oder mehrerer Phononen fließen. Da die LO-Phononen eine scharf definierte Mindestenergie bei etwa 91 meV haben, erscheint die DAP Linie mehrmals im Spektrum, jeweils um Vielfache dieses Energiebetrags ins Rote verschoben. Die so erzeugten Linien nennt man Phononenreplika.

Der Ursprung der Gelben Lumineszenz (GL) ist immer noch nicht vollständig geklärt. Es wird jedoch im Allgemeinen angenommen, dass an tiefe Störstellen gebundene Elektronen und Löcher dafür verantwortlich sind.

Aus Lumineszenzsignalen kann eine Vielzahl von Informationen über die untersuchte Probe gewonnen werden. Sie sind wie kaum eine andere Methode sensitiv im Bezug auf Dotierstoffe und Punktdefekte im Material, sofern diese in irgend einer Weise photoaktiv sind.

Abschließend sollen exemplarisch einige wichtige Parameter vorgestellt werden, die mittels Photolumineszenz bestimmt werden können.

Nachweis von Dotierstoffen

Im Zuge der Untersuchungen an Teststrukturen zur Reduzierung der Defektdichte mittels SiN_x -Zwischenschichten⁷ wurde unter anderem ein Vergleichspaar von mit größerem zeitlichen Abstand zueinander gewachsenen Proben analysiert, bei denen nominell (bis auf die zusätzliche SiN_x -Schicht in einer Probe) die gleichen Wachstumsbedingungen und Prozessparameter herrschten.

Abbildung I.5 zeigt die Spektren beider Proben. Eine Kombination aus Lorentz-Linien wurde an die Spektren angepasst und den D^0X - bzw. A^0X -Linien zugeordnet. Beide Proben weisen jeweils ähnlich intensive D^0X -Linien auf. Die A^0X -Linie ist jedoch bei der Probe ohne SiN_x um ein Vielfaches stärker und es tritt eine weitere, nicht genau zuordenbare Linie (mit „?“ markiert) auf. Dieser Anstieg kann nicht durch die SiN_x -Schicht erklärt werden, da diese in tiefen Probenschichten liegt, die der PL nicht zugänglich sind und die von ihr hervorgerufene geringere Versetzungsdichte keinen so starken Einfluss auf die Intensitätsverhältnisse einzelner PL-Linien hat.

Diese Verstärkung der A^0X -Linie deutet auf eine erhöhte Konzentration von Akzeptoren hin. Tatsächlich konnten Magnesium-Verunreinigungen (Mg wirkt als Akzeptor) im Reaktor beim Wachstum der Probe mit der hohen A^0X -Linie als Ursache für diesen Anstieg identifiziert werden (siehe [Miller2005] Seite 54).

⁷Näheres zu SiN_x -Zwischenschichten in Abschnitt I.3.2.2. Genauere Informationen zu den Messungen finden sich in der Zusammenfassung auf Seite 94.

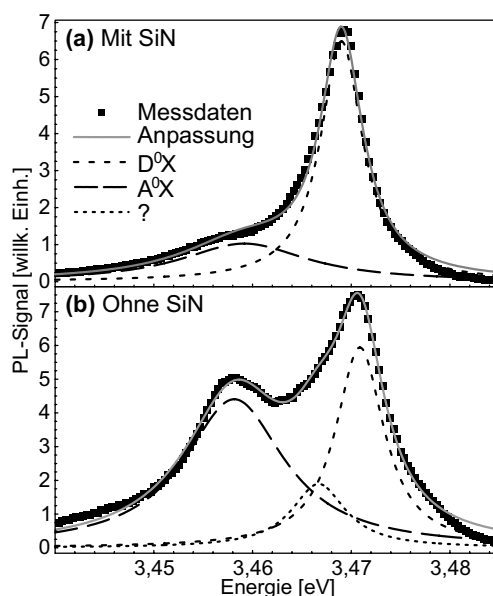


Abbildung I.5: Vergleich der bandkanten-nahen Spektren ($\lambda_{ex} = 334 \text{ nm}$, $T \approx 6 \text{ K}$) zweier Proben, die bis auf die (tief im Material liegende) Zwischenschicht aus SiN_x unter identischen Bedingungen gewachsen wurden. Das Spektrum in Teil a stammt von der Probe mit SiN_x , das in Teil b von der Probe ohne. An die Spektren wurde jeweils eine Kombination von zwei bzw. drei Lorentz-Linien angepasst (Anpassung grau, einzelne Linien verschieden gestrichelt). Zwei Linien konnten anhand ihrer Position dem D^0X bzw. A^0X zugeordnet werden. Eine dritte Linie nicht näher geklärten Ursprungs (mit „?“ markiert) ist zusätzlich in Teil b vorhanden.

Linienbreiten

Die in Abbildung I.5a vorgestellte Probe hat eine D^0X -Linienbreite von ca. 5 meV. Solche und höhere Werte sind durchaus typisch für μ PL-Messungen an heteroepitaktischen GaN-Proben. Qualitativ sehr hochwertige Proben, wie die GaN-Kristalle in Abbildung III.3, haben dagegen weit kleinere Linienbreiten (hier 2 meV) und es können noch einzelne Unterlinien mit Linienbreiten von 1 meV und darunter nachgewiesen werden. Die Linienbreite kann also als Maß für die Probenqualität herangezogen werden.

Eine hohe Linienbreite steht meist im Zusammenhang mit kleinräumigen Intensitäts- und (energetischen) Positionsänderungen der PL, wie sie von Störstellen (Punktdefekten), Verspannungen, Versetzungen und Konzentrationsfluktuationen von Dotier- und Zusatzstoffen (z.B. Indiumfluktuationen in Quantentrögen [Engl2005]) erzeugt werden. Abhängig von der Größe des Beobachtungsfokuses tragen groß- und kleinräumige Strukturen zur Verbreiterung der PL-Linien bei. Die Linienbreite von verschiedenen Proben bei großem, festen Beobachtungsfokus ist ein gutes Maß für Homogenität und damit Qualität. Die μ PL mit einem Beobachtungsfokus $< 1 \mu\text{m}$ ist nur für sehr kleinräumige Qualitätsschwankungen sensitiv, erlaubt aber dafür durch Messungen an verschiedenen Probenstellen Aussagen über die räumliche Verteilung bestimmter Merkmale.

Intensitäten

Eine wichtige Kenngröße für die Probenqualität ist die PL-Intensität. Hierfür ist hauptsächlich die Kristallqualität, namentlich die Versetzungsdichte verantwortlich. Da diese Gegenstand des folgenden Abschnittes und vor allem von Kapitel III ist, soll hier nicht näher darauf eingegangen werden.

Generell sollte bei der Betrachtung der Intensität von PL-Linien beachtet werden, dass Lichtein- und -auskoppelereffekte einen sehr großen Einfluss auf die gemessenen Intensitäten haben können. So erscheinen rauhe Schichten — auch solche mit schlechter Kristallqualität — oft heller als glatte. Bei der μ PL ist zusätzlich darauf zu achten, dass Intensitätsänderungen auch durch Höhenschwankungen der Probe oder eine Neujustierung hervorgerufen werden können.

2 Störungen des Kristallgitters

Das Gitter eines beliebigen realen Kristalls ist nicht perfekt. Es gibt immer eine mannigfaltige Palette von möglichen Störungen und störenden Einflüssen. Schon der Einbau von Fremdatomen ruft Verzerrungen hervor. Eingeschobene Gitterebenen können an Versetzungslinien enden. Beim Wachstum von Galliumnitrid, vor allem auf Fremdsubstraten wie Saphir oder Siliziumkarbid (SiC), werden eine Vielzahl solcher Versetzungen erzeugt und im Kristall eingebaut sowie zusätzlich das gesamte Material verspannt (mehr dazu im Abschnitt I.3). All diese Prozesse haben entweder unmittelbaren Einfluss auf die Photolumineszenz oder wirken sich zumindest auf die Verspannung des Materials aus. Um die dabei wirkenden Mechanismen besser zu verstehen, soll zuerst eine Einführung in die notwendigen Grundlagen der Elastizitätstheorie gegeben werden. Ausgehend davon werden spezielle Probleme wie die biaxiale Verspannung oder Kristallversetzungen und die Auswirkungen der dadurch hervorgerufenen Materialverspannungen auf die Photolumineszenz behandelt. Den Abschluss dieses Abschnittes bildet ein Überblick über verschiedene etablierte Analysemethoden und deren Befunde für Versetzungslinien.

Weiterführende Literatur zu diesem Abschnitt:

- Elastizitätstheorie: [Landau1970]
- Versetzungstheorie: [Hirth1968]
- Einfache Einführung in Verspannungstheorie: [Schuster2005]
- Verspannungen und Photolumineszenz: [Wagner2002]
- Versetzungen in der TEM Analyse: [Engl2005, Kaiser2000]
- Versetzungen beim Wachstum: [Miller2005]

2.1 Verspannungen

Der folgende Abschnitt orientiert sich sehr stark am Buch von Hirth und Lothe [Hirth1968]. Viele Zusammenhänge und Gleichungen wurden von dort übernommen, ohne nochmals explizit zitiert zu werden.

2.1.1 Grundlagen der Elastizitätstheorie

Die Gitterpunkte eines Kristalls sollen im Folgenden durch ihre kartesischen Koordinaten $\mathbf{x} = (x_1, x_2, x_3)$ beschrieben werden. Für Galliumnitrid bietet sich später für konkrete Rechnungen an, die x_1x_2 -Ebene in die ab -Ebene des Kristalls zu legen. Somit würde z.B. x_1 in $[11\bar{2}0]$ -Richtung (x -Richtung), x_2 in $[1\bar{1}00]$ -Richtung (y -Richtung) und x_3 in $[0001]$ -Richtung (z -Richtung) liegen. Vorerst sollen jedoch die Nummerierung $\{1, 2, 3\}$ der Koordinatenachsen $\{x, y, z\}$ aus praktischen Gründen (einfache Summation) beibehalten werden.

Wird nun der Kristall durch äußere oder innere Kräfte deformiert, so stellt sich ein neuer Gleichgewichtszustand ein, bei dem die Gitterpunkte neue Positionen \mathbf{x}' einnehmen. Die vektorielle Differenz zwischen der ursprünglichen und der neuen Gitterposition

$$\mathbf{u}(\mathbf{x}) = \mathbf{x}' - \mathbf{x}$$

wird als „Auslenkungsvektor“ bezeichnet. Ist der Auslenkungsvektor für alle Gitterpunkte bekannt, so ist der Zustand des Kristalls vollständig beschrieben, und alle relevanten Zustandsgrößen lassen sich daraus ableiten.

Verzerrungstensor

Eine dieser Größen ist der „Verzerrungstensor“⁸

$$\varepsilon_{ij}(\mathbf{x}) := \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right). \quad (\text{I.2.1})$$

Der Verzerrungstensor — ein ortsabhängiger Tensor zweiter Stufe — beschreibt den lokalen Deformationszustand des Kristalls. Seine Hauptachsenelemente ε_{ii} geben den Dehnungszustand des betrachteten Volumenelementes in Richtung der i -Achse an. Positive Werte entsprechen einer Streckung, negative einer Stauchung. Die Spur des Verzerrungstensors beschreibt die lokale hydrostatische Verzerrung ε_{hyd} , die auch gleichzeitig der Volumenänderung $\Delta V = V' - V$ durch die Verzerrung entspricht:

$$\varepsilon_{\text{hyd}} := \text{Sp}(\varepsilon) = \varepsilon_{11} + \varepsilon_{22} + \varepsilon_{33} \approx \frac{\Delta V}{V}.$$

Die Nichtdiagonalelemente des Verzerrungstensors beschreiben eine Scherung des Volumenelementes. Wie aus Gleichung I.2.1 ersichtlich ist, handelt es sich bei ε_{ij} um einen symmetrischen Tensor, d.h.

$$\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}.$$

Daher lässt sich der Verzerrungstensor *lokal* an jedem Ort mittels einer orthogonalen Transformation R zu $\varepsilon^{\text{D}} = R^T \varepsilon R$ diagonalisieren. Die Spur des Verzerrungstensors — und damit die Volumenänderung — bleiben dabei unverändert. Es gibt im Allgemeinen jedoch kein R , das ε global für alle Orte diagonalisiert.

Spannungstensor

Den Zusammenhang zwischen den wirkenden Kräften und den Verformungen stellt das Hook'sche Gesetz her, das im Rahmen der Elastizitätstheorie folgende Gestalt hat:

$$\sigma_{ij} = \sum_{k=1}^3 \sum_{l=1}^3 c_{ijkl} \varepsilon_{kl}. \quad (\text{I.2.2})$$

Der Elastizitätstensor⁹ c_{ijkl} verknüpft den Verzerrungstensor mit ε_{kl} , dem so genannten „Spannungstensor“¹⁰ σ_{ij} .

Der Spannungstensor beschreibt die auf ein Volumenelement wirkenden Kräfte. Die Diagonalelemente σ_{ii} entsprechen den Kräften senkrecht auf den Flächen in i -Richtung, wohingegen die Nichtdiagonalelemente σ_{ij} die Scherkräfte an den Seitenflächen beschreiben. So ist z.B. σ_{12} (in konventioneller Notation σ_{xy}) die an der

⁸engl.: strain tensor

⁹auch „Tensor der elastischen Konstanten“

¹⁰engl.: stress tensor

xz -Ebene (Ebene senkrecht zur y -Achse) angreifende Scherkraft in x -Richtung. Die Summe der Diagonalelemente ($\text{Sp}(\sigma)$) ergibt analog zum Verzerrungstensor den hydrostatischen Druck auf das betrachtete Volumenelement. Daher ist der Spannungstensor auch nicht einheitenlos wie der Verzerrungstensor, sondern besitzt die Einheit von Druck [Pascal = Pa = N/m²]. Da im mechanischen Gleichgewicht auf die einzelnen Volumenelemente kein Drehmoment wirken kann, folgt anschaulich, dass der Verzerrungstensor wiederum symmetrisch sein muss, also

$$\sigma_{ij} = \sigma_{ji} \quad (\text{I.2.3})$$

gilt. Die äußeren Kräfte f_i , die an einem Volumenelement in i -Richtung angreifen¹¹, müssen genau so groß sein wie die durch die Spannungen in diese Richtung erzeugten Kräfte, also

$$\sum_j \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} + f_i = 0 \quad \text{für alle } i \in \{1, 2, 3\}.$$

Der Übersichtlichkeit halber wird hier und im Folgenden bei Summationen $\sum_{i=1}^3 \equiv \sum_i$ gesetzt. Für die hier betrachteten Fälle, die sich im statischen Gleichgewicht befinden, gibt es keine externen Kräfte. Somit sind alle $f_i = 0$, und die durch die Verspannung erzeugten Kräfte müssen sich in jeder Richtung jeweils kompensieren:

$$\sum_j \frac{\partial \sigma_{ij}}{\partial x_j} = 0 \quad \text{für alle } i \in \{1, 2, 3\}. \quad (\text{I.2.4})$$

Elastizitätstensor

Der bereits in Gleichung I.2.2 eingeführte Elastizitätstensor verknüpft Spannung und Verzerrung eines Kristalls, beides neunelementige Tensoren zweiter Stufe. Er ist ein Tensor vierter Stufe mit 81 Elementen. Aus den Äquivalenzen $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ji}$, $\sigma_{ij} = \sigma_{ji}$ und aus der weiter unten stehenden Gleichung I.2.9 kann man mit Hilfe der Gleichung I.2.2 erkennen, dass c_{ijkl} invariant gegen Vertauschung $i \leftrightarrow j$, $k \leftrightarrow l$ sowie $ij \leftrightarrow kl$ ist. Dies führt dazu, dass nur noch 21 Elemente unabhängig voneinander sind.

Um die Unübersichtlichkeit der Notation mit vier Indizes zu vermeiden, wird der Index der Spannungs-, Verzerrungs- und Elastizitätstensoren oft in einer kontrahierten Matrixnotation angegeben. Dabei werden jeweils zwei Indizes nach folgendem Schema zu einem zusammengefasst:

ij oder kl	11	22	33	23	31	12	32	13	21
↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓	↓
m oder n	1	2	3	4	5	6	7	8	9

Somit gilt z.B. $c_{1111} = c_{11}$, oder $c_{2312} = c_{46}$. Die Spannungs- und Verzerrungstensoren können somit als Spaltenvektoren und der Elastizitätstensor als Matrix aufgefasst

¹¹Die Einheit von f_i , also der i -Komponente der Kraft pro Einheitsvolumen, ist [Nm⁻³]. Eine solche Kraft könnte z.B. durch Anlegen eines äußeren elektrischen Feldes an ein Kristallvolumen mit einer kontinuierlichen Ladungsverteilung hervorgerufen werden.

werden, wodurch sich Gleichung I.2.2 als

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \\ \sigma_7 \\ \sigma_8 \\ \sigma_9 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \\ \sigma_{32} \\ \sigma_{13} \\ \sigma_{21} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & c_{55} & c_{56} & c_{45} & c_{55} & c_{56} \\ c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & c_{66} & c_{46} & c_{56} & c_{66} \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & c_{55} & c_{56} & c_{45} & c_{55} & c_{56} \\ c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & c_{66} & c_{46} & c_{56} & c_{66} \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{23} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{12} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{13} \\ \varepsilon_{21} \end{pmatrix} \quad (\text{I.2.5})$$

schreiben lässt (gleiche Einträge wurden bereits zusammengefasst). Betrachtet man die Matrix c_{ij} genauer, so erkennt man, dass jeweils die letzten drei Zeilen bzw. Spalten redundant sind. Auch die letzten drei Einträge des Spannungstensors und des Verzerrungstensors sind durch die Vertauschbarkeit der Indizes redundant. Unter Erhaltung der Transpositionssymmetrie von c_{ij} kann Gleichung I.2.5 übergeführt werden in

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{23} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{12} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & c_{14} & c_{15} & c_{16} \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & c_{24} & c_{25} & c_{26} \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & c_{34} & c_{35} & c_{36} \\ c_{14} & c_{24} & c_{34} & c_{44} & c_{45} & c_{46} \\ c_{15} & c_{25} & c_{35} & c_{45} & c_{55} & c_{56} \\ c_{16} & c_{26} & c_{36} & c_{46} & c_{56} & c_{66} \end{pmatrix} \times \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \gamma_{23} \\ \gamma_{31} \\ \gamma_{12} \end{pmatrix}, \quad (\text{I.2.6})$$

wobei durch $\gamma_{ij} = 2\varepsilon_{ij}$ die fehlenden Reihen ersetzt werden. Diese Notation findet man oft in der Literatur. Für tatsächliche Berechnungen (wie auch die in dieser Arbeit) ist die volle 9×9 -Matrix aus Gleichung I.2.5 einfacher zu handhaben und kann leicht aus der reduzierten Matrix wieder hergestellt werden.

Für die meisten Kristalle kann die c_{ij} -Matrix durch Berücksichtigung der Symmetrie weiter vereinfacht werden. Für Wurtzit-Galliumnitrid lässt sich c_{ij} schreiben als

$$c_{ij} = \begin{pmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{11} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{13} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} \end{pmatrix} \quad \text{mit } c_{66} = \frac{1}{2}(c_{11} - c_{12}), \quad (\text{I.2.7})$$

wobei das Koordinatensystem in diesem Fall so orientiert ist, dass die 3-Richtung (z -Richtung) mit der $[0001]$ -Kristallachse zusammenfällt. Es gibt, wie aus Gleichung I.2.7 ersichtlich ist, nur fünf unabhängige Werte für c_{ij} . In der Literatur finden sich für Galliumnitrid folgende Werte für die Elastizitätskonstanten, die auch den Berechnungen in dieser Arbeit zugrunde liegen [Vurgaftman2003]:

$$\begin{aligned} c_{11} &= 390 \text{ GPa} \\ c_{12} &= 145 \text{ GPa} \\ c_{13} &= 106 \text{ GPa} \\ c_{33} &= 398 \text{ GPa} \\ c_{44} &= 105 \text{ GPa} \end{aligned} \quad (\text{I.2.8})$$

Wie man leicht aus Gleichung I.2.2 sehen kann, müssen die Einheiten der c_{ij} Pascal (N/m^2) sein.

Mechanische Energie durch Verspannung

Mechanische Verspannung bedeutet, dass am Kristall Arbeit verrichtet wurde, also mechanische Energie darin gespeichert ist. Wenn ein Einheitsvolumen reversibel und isotherm deformiert wird, so ändert sich seine Energie um den Betrag

$$\begin{aligned} \text{Gl. I.2.2} \\ \downarrow \\ dw = \sum_{i,j} \sigma_{ij} d\varepsilon_{ij} = \sum_{i,j,k,l} c_{ijkl} \varepsilon_{kl} d\varepsilon_{ij}. \end{aligned}$$

Integration liefert für die Freie Energie F pro Volumeneinheit [J/m^3] eines verspannten Kristalls

$$F = \frac{1}{2} \sum_{i,j,k,l} c_{ijkl} \varepsilon_{ij} \varepsilon_{kl}. \quad (\text{I.2.9})$$

Für Galliumnitrid ergibt sich unter Verwendung der c_{ij} aus Gl. I.2.7 unter Einsetzen in Gleichung I.2.5 und I.2.9:

$$\begin{aligned} F = & c_{11}(\varepsilon_{11}^2 + 2\varepsilon_{12}^2 + \varepsilon_{22}^2) + 2c_{12}(\varepsilon_{11}\varepsilon_{22} - \varepsilon_{12}^2) \\ & + 2c_{13}\varepsilon_{33}(\varepsilon_{11} + \varepsilon_{22}) + c_{33}\varepsilon_{33}^2 + 4c_{44}(\varepsilon_{13}^2 + \varepsilon_{23}^2) \end{aligned} \quad (\text{I.2.10})$$

2.1.2 Uniaxiale und biaxiale Verspannung in GaN

Zwei Spezialfälle, die uniaxiale und biaxiale Verspannung, sollen hier noch gesondert behandelt werden. Ein Galliumnitrid-Kristall sei so orientiert, dass die $[0001]$ -Richtung parallel zur z -Achse (3 -Achse) liegt (Entspricht der Grundannahme von Gl. I.2.7). Für die Behandlung dieses Falles kehren wir zur $\{x, y, z\}$ -Notation für die Achsen zurück.

Uniaxiale Verspannung

Auf den Kristall wird eine (uniaxiale) Kraft entlang der z -Achse ausgeübt, also ein σ_{zz} vorgegeben, während für die anderen Achsen $\sigma_{xx} = \sigma_{yy} = 0$ gilt. Nimmt man an, dass die x - und y -Richtungen isotrop sind ($\Rightarrow \varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy}$) so kann man aus den Gleichungen I.2.6 und I.2.7 ableiten, dass

$$0 = \sigma_{xx} = \sigma_{yy} = (c_{11} + c_{12})\varepsilon_{xx} + c_{13}\varepsilon_{zz},$$

woraus sich ein Verhältnis von $\varepsilon_{xx} = -\nu\varepsilon_{zz}$ ergibt, mit dem so genannten „Poisson-Verhältnis“

$$\nu = \frac{c_{13}}{c_{11} + c_{12}}. \quad (\text{I.2.11})$$

Mit den Konstanten aus [Vurgaftman2003] ergibt sich $\nu = 0,198$ für Galliumnitrid, Literaturangaben aus experimentellen wie theoretischen Veröffentlichungen schwanken zwischen 0,119 und 0,371 [Wagner2002].

Biaxiale Verspannung

Wird der Kristall flächig in der ab -Ebene verspannt (dies ist bei den meisten heteroepitaktischen Proben der Fall, siehe Abschnitt I.3.1), so ist, wenn man wieder von Isotropie in der ab -Ebene (xy -Ebene) ausgeht, $\sigma_{xx} = \sigma_{yy} \neq 0$ und $\sigma_{zz} = 0$. Analog zu oben kann man ableiten, dass

$$0 = \sigma_{zz} = 2c_{13}\varepsilon_{xx} + c_{33}\varepsilon_{zz}.$$

Die Verzerrungen in und senkrecht zur ab -Ebene stehen im Verhältnis

$$\varepsilon_{zz} = R^B \varepsilon_{xx}, \quad (\text{I.2.12})$$

mit dem biaxialen Relaxationskoeffizienten

$$R^B = 2 \frac{c_{13}}{c_{33}}.$$

Für R^B ergibt sich nach [Vurgaftman2003] ein Wert von 0,545, wobei Literaturwerte zwischen 0,269 und 1,18 schwanken [Wagner2002].

2.1.3 Auswirkung von Verspannungen auf die Photolumineszenz

Wird ein Kristall kompressiver oder tensiler Spannung ausgesetzt, so ändert sich in Richtung der dadurch verursachten Verzerrung die Gitterkonstante. Schon die theoretisch einfach zu behandelnde lineare Kette zeigt, dass sich die Bandlücke bei größer werdendem Atomabstand verringert und bei kleinerem Abstand vergrößert. Übertragen auf ein Atomgitter ergibt sich mit höherer Elektronendichte im Kristall (kompressive Verspannung) eine höhere Bandlücke und umgekehrt.

Abhängigkeit der Bandlücke von der Verspannung

Dies gilt auch für den Volumenkristall, nur dass hier ein Zusammenspiel aus den Verzerrungen in allen drei Raumrichtungen (ε_{xx} , ε_{yy} und ε_{zz}) die effektive Bandlücke des Materials E_g^{eff} bestimmt. In Galliumnitrid ist die verspannungsinduzierte Bandlückenänderung gegeben durch [Wagner2002]:

$$E_g^{\text{eff}} - E_g = \Delta E_g = (a_1 + b_1)\varepsilon_{zz} + (a_2 + b_2)(\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}), \quad (\text{I.2.13})$$

wobei die elektrischen Deformationspotentiale a_1 bis b_2 je nach Quelle leicht unterschiedliche Werte haben. Eine Übersicht findet sich in dem Artikel von Wagner und Bechstedt [Wagner2002]. Für die vorliegende Arbeit sollen

$$\begin{aligned} a_1 &= -5,55 \text{ eV} \\ a_2 &= -9,38 \text{ eV} \\ b_1 &= -6,61 \text{ eV} \\ b_2 &= 3,55 \text{ eV} \end{aligned} \quad (\text{I.2.14})$$

aus der dort zitierten Arbeit von Majewski *et al.* [Majewski1996] Verwendung finden. Diese Werte liegen für a_1 und a_2 sehr nahe am Durchschnitt aller in [Wagner2002] angegebenen Ergebnisse und sind auch für b_1 und b_2 nicht zu weit von den jeweiligen Durchschnittswerten entfernt.

Sonderfall biaxiale Verspannung

Fast alle heteroepitaktisch gewachsenen GaN-Schichten (siehe Abschnitt I.3) weisen kompressive oder tensile biaxiale Verspannung auf. Abbildung I.6 illustriert den Fall biaxial kompressiver Verspannung und ihre Auswirkungen auf die Bandstruktur von Galliumnitrid. Man sieht, dass diese Verspannung eine Bandlückenerhöhung zur Folge hat. Bei biaxial tensiler Verspannung würde eine Bandlückenverkleinerung vorliegen.

Durch den einfachen Zusammenhang zwischen $\varepsilon_{xx} = \varepsilon_{yy}$ und ε_{zz} (Gleichung I.2.12) lässt sich im Fall der biaxialen Verspannung (siehe Abschnitt I.2.1.2) ein linearer Zusammenhang zwischen der Verspannung, repräsentiert z.B. durch die Gitterverzerrung in Wachstumsrichtung $\varepsilon_{\perp} = \varepsilon_{zz}$ (in der gebräuchlichen Notation z -Achse \parallel [0001]), und der Bandlückenänderung ΔE_g finden:

$$\Delta E_g = -B \cdot \varepsilon_{\perp}. \quad (\text{I.2.15})$$

Es gibt verschiedene experimentelle und theoretische Werte für B , die zwischen 4,85 und 9,4 eV schwanken [Wagner2002].

Bestimmung der Verspannung aus Photolumineszenzspektren

In guter Näherung führen Änderungen der Bandlücke ΔE_g zu identischen Änderungen der Photonenenergie im bandkantennahen Photolumineszenzspektrum $\Delta E_{\text{Phot}} = \Delta E_g$. Speziell die gebundenen Exzitonen (D^0X und A^0X), die das bandkantennahe

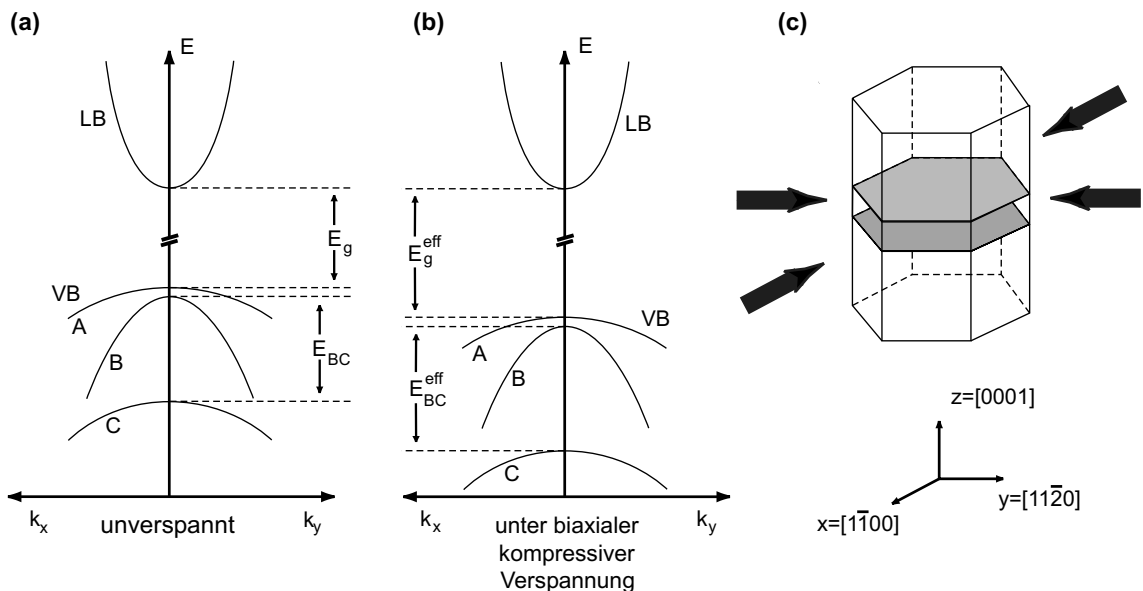


Abbildung I.6: Schematische Darstellung der Bandstruktur (parabolische Näherung) von GaN in der k_x - k_y -Ebene. Teil a zeigt den unverspannten Fall, b die Bandstruktur unter biaxialer, kompressiver Verspannung, wie sie in c schematisch dargestellt wird. Abbildung entnommen aus [Wagenhuber2002] (analog zu [Morkoç1999] Seite 51).

Spektrum bei tiefer Temperatur dominieren, ändern ihre energetische Position analog zur Bandkante. Dies ist experimentell durch Vergleich von Röntgenbeugungsexperimenten und Raman-Messungen (siehe Abschnitt I.2.1.4) mit PL-Spektren bestätigt [Kisielowski1996]. Der Grund hierfür ist, dass sowohl die Bindungsenergie des Exzitons als auch seine Bindungsenergie an eine Störstelle in erster Näherung nicht von der Gitterkonstante des Kristalls (und damit E_g) abhängen.

Experimentell lässt sich also die Bestimmung der Verspannung (zumindest die Bestimmung der Bandlückenänderung) durch eine Messung der Photonenenergie bekannter exzitonischer Linien realisieren. Die in den meisten Fällen dominanten D⁰X-Linien bieten sich hierfür an. Allerdings eignen sich nur die schmalen Spektrallinien bei tiefer Temperatur, da Spektren bei Raumtemperatur zu stark inhomogen verbreitert sind. Übliche Temperaturen für derartige Messungen liegen zwischen 2 K und 10 K, wie sie in einem Heliumkryostaten leicht erreicht werden können.

Allerdings ändert die Abkühlung auf solche Temperaturen auch den Spannungshaushalt der zu untersuchenden Proben, wenn es — und das ist fast immer der Fall — innerhalb der Probe Bereiche mit unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten gibt (siehe Abschnitt I.3.1). Diese Änderung ist jedoch gegenüber der Abkühlung der Proben von Wachstumstemperatur ($\approx 1000^\circ\text{C}$) auf Raumtemperatur vergleichsweise gering und meist sind nur relative Verspannungsänderungen innerhalb einer Probe interessant, die davon unbeeinflusst bleiben. Viele Vergleichswerte für PL-Experimente beziehen sich deshalb direkt auf die Verspannung bei tiefer Temperatur.

Durch einen Fit¹² oft mehrerer Lorentz-Linien an das gemessene Spektrum kann man die Positionen einzelner Linien darin feststellen, wie dies zum Beispiel in Abschnitt III.1.1 durchgeführt wurde. Aus der Energiedifferenz gegenüber derselben Linie in unverspanntem Material kann man dann z.B. für biaxial verspanntes GaN nach Gleichung I.2.15 direkt die Verspannung berechnen. Leider mangelt es an genauen Daten für Linienpositionen in unverspanntem (und möglichst defektfreiem) Material.

Alle heteroepitaktisch hergestellten GaN-Schichten weisen eine biaxiale Grundverspannung auf, die auch in Bulk-GaN in abgeschwächter Form noch vorhanden ist. Nur die im Hochdruckverfahren hergestellten GaN-Kristalle kommen ohne Substrat aus (siehe Abschnitt I.3). Literaturangaben für „unverspannte“ Linienpositionen unterscheiden sich daher allesamt leicht. Zur Zuordnung der Linien bedient man sich am besten ihrer Relativposition zueinander (Linienabstände liegen in der Größenordnung von Millielektronenvolt), wobei die absolute Position natürlich Hinweise für die Einordnung liefert. In der Diplomarbeit von Peter Gottfriedsen ([Gottfriedsen2004], Kapitel IV.2, Seite 62ff) ist diese Problematik eingehend behandelt.

In Tabelle I.2 und der zugehörigen Abbildung I.7 ist für die in [Gottfriedsen2004] gefundenen Spektrallinien aus verschiedenen Quellen und eigenen Messungen ein solcher Zuordnungsversuch gezeigt. Die in einem schmalen Bereich von ca. 3 meV streuende spektrale Verschiebung der Proben untereinander ist in Abb. I.7 gut zu erkennen.

¹²engl.: Anpassung. Das Wort „Fit“ oder „fitten“ soll in Zukunft als *terminus technicus* für diese Art der Anpassung verwendet werden.

Probe / Quelle	$(D^0X)^{2e^-}$	$(A^0X)_i$	$(A^0X)_j$	$(D^0X)_i$	$(D^0X)_1$
Bulk-A	3,4470	3,4535	3,4555	3,4709	3,4716
Bulk-B	3,4472	3,4483	3,4505	3,4520	3,4570
Bulk-C	3,4488	3,4530	3,4575	3,4680	3,4727
[Calle1997]	3,4500	3,4560		3,4727	3,4734
[Mayer1997]				3,4663	3,4709
[Thonke2000]	3,4485			3,4660	3,4704

Probe / Quelle	$(D^0X)_1$	$(D^0X)_2$	$(D^0X)_3$	FE_A	FE_B	FE_C
Bulk-A	3,4716	3,4725	3,4750	3,4775	3,4790	3,4840
Bulk-B	3,4727	3,4732	3,4736	3,4760	3,4790	
Bulk-C	3,4734	3,4743	3,4770	3,4810	3,4860	
[Calle1997]	3,4719		3,4755	3,4780	3,4831	3,5022
[Mayer1997]	3,4709	3,4718		3,4785	3,4832	3,4990
[Thonke2000]	3,4704	3,4713		3,4773	3,4827	

Tabelle I.2: Zusammenfassung der beobachteten PL-Linien in [Gottfriedsen2004] unter Angabe des zugehörigen Rekombinationsprozesses, sofern dies möglich war. Die Linienzuordnung erfolgte weitestgehend anhand der Abstände der Linien untereinander. Die Schwankungen in den Absolutwerten haben ihre Ursache hauptsächlich in der von Probe zu Probe schwankenden Restverspannung. Alle angegebenen Energien wurden bei Temperaturen zwischen 2 K und 6 K gemessen. Die $(D^0X)_1$ -Energie ist zur schnelleren Orientierung am rechten Rand des oberen und am linken Rand des unteren Tabellenteils aufgeführt. Die $(D^0X)^{2e^-}$ -Linie stammt von der Rekombination eines Exzitons, das an einen neutralen Donator gebunden ist, wobei der Donator in einen angeregten $2s$ -Zustand übergeht. Tabelle übernommen aus [Gottfriedsen2004]. Die Probenbezeichnungen Bulk-A bis -C stehen für unterschiedliche, in der Arbeit von Peter Gottfriedsen untersuchte Bulk-Substrate, ähnlich oder identisch den hier verwendeten.

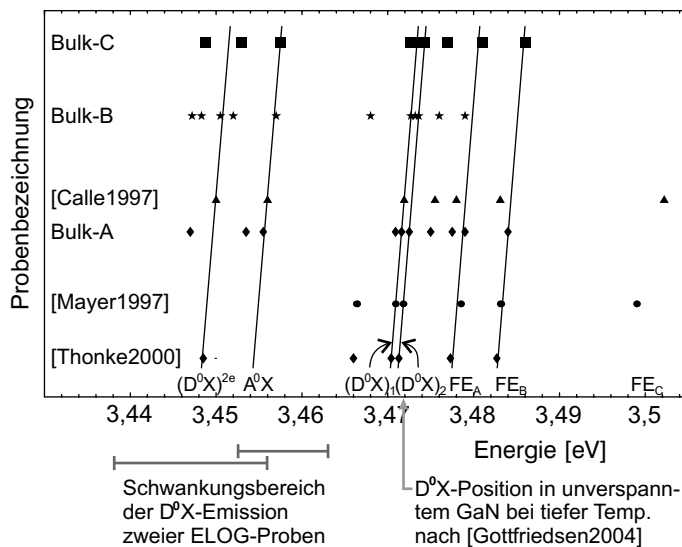


Abbildung I.7:

Graphische Auftragung der Linienpositionen aus Tabelle I.2. Die durchgezogenen Linien verbinden gleiche Emissionslinien (zugeordnet aus dem jeweiligen Linienabstand). Zusätzlich ist die ermittelte Position des D^0X für unverspanntes Material und die Schwankungsbreite dieser Linie innerhalb zweier typischer (tensil verspannter) ELOG-Proben auf SiC eingezeichnet. In abgewandelter Form übernommen aus [Gottfriedsen2004].

Der Mittelwert aus den unterschiedlichen D^0X -Linienpositionen von

$$E_{D^0X} = (3471,8 \pm 1,6) \text{ meV}$$

soll im Folgenden als Referenz für unverspanntes Material bei tiefer Temperatur dienen.

Für eine Vielzahl von Proben und Messaufgaben reicht jedoch die Kenntnis der relativen Verspannung verschiedener Probenstellen zueinander, die auch ohne einen Referenzwert für E_{D^0X} bestimmt werden kann. Heteroepitaktisch gewachsene Proben weisen in der Regel eine sehr große biaxiale Verspannung auf. Zum Beispiel ist in Abbildung I.7 der Schwankungsbereich zweier typischer ELOG-Proben auf SiC eingezeichnet, die weitab (mehrere 100 meV) des Wertes für unverspanntes GaN liegt und um ein Vielfaches der Ungenauigkeit des E_{D^0X} -Wertes variiert.

Ermittlung der Linienposition mittels des ersten Momentes

Eine einfache Methode zur Bestimmung der Linienposition ist die Bildung des so genannten „ersten Momentes“ (M_1) oder Schwerpunktes des bandkantennahen Spektrums:

$$M_1 = \frac{\int_a^b \text{Counts}(h\nu) \cdot h\nu \, d\nu}{\int_a^b \text{Counts}(h\nu) \, d\nu}.$$

Dabei ist $\text{Counts}(h\nu)$ die spektral aufgelöste (Lichtfrequenz ν , Plancksches Wirkungsquantum h) Zählrate des Spektrometers und die Integrationsgrenzen a und b sind so gewählt, dass sie den bandkantennahen Spektralbereich komplett abdecken und keine Spektrallinien angeschnitten werden. In der Praxis wird die Integration durch numerisches Aufsummieren ersetzt.

M_1 lässt sich wesentlich einfacher, schneller und fehlertoleranter berechnen als ein Fit aller am Spektrum beteiligten Spektrallinien, und die Berechnung funktioniert auch bei etwas verbreiterten Linien noch gut. Man erhält mit M_1 einen Mittelwert der Photonenenergie im bandkantennahen Bereich. Dieser Mittelwert setzt sich aus allen vorhandenen D^0X - und A^0X -Linien, eventuell auch den freien Exzitonen (die aber wegen ihrer geringen Intensität bei tiefen Temperaturen meist vernachlässigt werden können) zusammen. Da sich alle diese Spektrallinien in erster Näherung analog zur Bandkante verändern, ist M_1 über eine Probe hinweg ein gutes relatives Maß für die Bandkantenänderung und damit z.B. für die biaxiale Verspannung. In undotierten Proben, bei denen das D^0X das Spektrum bei weitem dominiert, entspricht M_1 in etwa der energetischen D^0X -Position und kann für eine grobe Bestimmung der absoluten Verspannung herangezogen werden.

Trotzdem ist die Verwendung des ersten Momentes für die Verspannungsbestimmung nicht immer ausreichend. Wenn sich die Intensitätsverhältnisse der einzelnen D^0X - und A^0X -Linien untereinander ändern, Spektrallinien im integrierten Bereich auftauchen oder verschwinden, oder Linien in diesen Bereich hinein oder heraus wandern, ändert sich M_1 . Dadurch können Verspannungsänderungen vorgetäuscht oder überlagert werden. Bei der Analyse von Spektren mit Hilfe der Erste-Moment-Methode sollte immer ein besonderes Augenmerk auf diesen möglichen Fehlerquellen liegen.

2.1.4 Alternative Messmethoden zur Bestimmung der Verspannung

Neben der Photolumineszenz gibt es noch weitere Methoden, die auf direktem oder indirektem Wege Rückschlüsse auf die Verspannungen erlauben.

Röntgenbeugung

Die Röntgenbeugung ist durch die Erfüllung der Bragg-Bedingung

$$n\lambda = 2d \sin(\alpha)$$

(Beugungsordnung n , Wellenlänge der Röntgenstrahlung λ , Beugungswinkel α) ein ideales Mittel zur Bestimmung des Gitterebenenabstandes d . Somit kann durch Vergleich von gemessenen Gitterabständen mit unverspannten Referenzproben die Verspannung direkt und unabhängig von anderen Materialparametern ermittelt werden. Allerdings bietet Röntgenbeugung keine gute räumliche Auflösung auf der Probe, wodurch man hauptsächlich Mittelwerte für die Verspannung erhält.

Raman

Eine weitere Möglichkeit, Verspannungen in Galliumnitrid zu messen, ist die Raman-Spektroskopie. Eine Verspannung des Materials bewirkt die Verschiebung von bestimmten Raman-Linien (z.B. E_2 -Phonon Linie). Aus den gemessenen Linienpositionen lässt sich auf die Verspannung zurückrechnen [Kisielowski1996, Wagner2002]. Auch hier benötigt man einen Referenzwert für unverspanntes GaN. Allerdings ist es auch notwendig einen experimentell ermittelten oder errechneten Zusammenhang zwischen Linienverschiebungen und Verspannung zu kennen. Genauso wie die μ PL lässt sich auch die Raman-Spektroskopie mit hoher räumlicher Auflösung betreiben [Schwarz2003]. Sie bietet gegenüber der PL den Vorteil, dass die Proben bei der für Raman verwendeten Wellenlänge meist transparent sind und so, eine ausreichende Tiefenschärfe des Messaufbaus vorausgesetzt, auch tiefer im Material liegende Schichten untersucht werden können.

Die Ergebnisse aus Mikro-Raman-Messungen konnten in der vorliegenden Arbeit nicht verwertet werden, da die erforderliche spektrale Auflösung nicht erreicht wurde (siehe Abschnitt III.1.2.3, Seite 71).

2.2 Versetzungen

Als „Versetzung“ oder „Versetzungslinie“ bezeichnet man eine linienförmige Unregelmäßigkeit des Kristallgitters. In der Umgebung dieser Versetzungslinie unterliegt das Kristallgitter einer starken Spannung und Verzerrung, die mit dem Abstand zur Versetzung abnimmt. Die Versetzungslinie stellt eine Singularität des Kristallgitters dar, entlang derer die lineare Elastizitätstheorie ihre Gültigkeit verliert. Entlang der Versetzungslinie selbst liegen auf atomarer Ebene im Allgemeinen andere Bindungsverhältnisse als im Volumenkristall vor. Diese Region nennt man den „Versetzungskern“.

2.2.1 Grundlegende Eigenschaften

Es gibt verschiedene Typen von Versetzungen. Zwei einfache Versetzungstypen sind zur Veranschaulichung in Abbildung I.8 am Beispiel eines kubischen Kristallgitters illustriert.

Bei einer Stufenversetzung (Abb. I.8a) besitzt das Kristallgitter eine zusätzliche Gitterebene, die innerhalb des Kristalls endet. Der Ebenenrand bildet die Versetzungslinie. Ein anderer Typ von Versetzungen ist die Schraubenversetzung, wie sie in Abbildung I.8b zu sehen ist. Hier sind die Gitterebenen wendeltreppenartig angeordnet. Das Zentrum der Wendeltreppe ist die Versetzungslinie.

Der Burgersvektor

Der Versetzungslinie wird ein Vektor ζ zugeordnet, der für jeden Punkt die Versetzungslinie entlang zeigt. Die Orientierung des Vektors sei beliebig, aber fest. Um die Versetzungslinie wird ein sog. Burgers-Umlauf¹³ vollzogen. Dabei werden die ungestörten Gitterplätze (nicht der Versetzungskern) um die Versetzungslinie so abgezählt, dass in jeder Kristallrichtung gleich viele Gitterplätze in jeder Orientierung durchlaufen werden. In Abbildung I.8 ist der Burgers-Umlauf für eine Stufen- und Schraubenversetzung eingezeichnet. In einen ungestörten Kristall landet man dabei wieder am Ausgangspunkt. Befindet sich eine Versetzung innerhalb des Burgers-Umlaufs, so ergibt sich nach einem vollen Umlauf eine Differenz zwischen Ausgangs- und Endpunkt. Der Differenzvektor (Endpunkt – Startpunkt) wird „Burgersvektor“ \mathbf{b} genannt und charakterisiert die Versetzung. Wie man in Abbildung I.8 erkennen kann, steht der Burgersvektor für Stufenversetzungen senkrecht auf der Versetzungslinie ($\mathbf{b} \perp \zeta$), während er für Schraubenversetzungen parallel dazu ist ($\mathbf{b} \parallel \zeta$). Die

¹³engl.: Burgers circuit

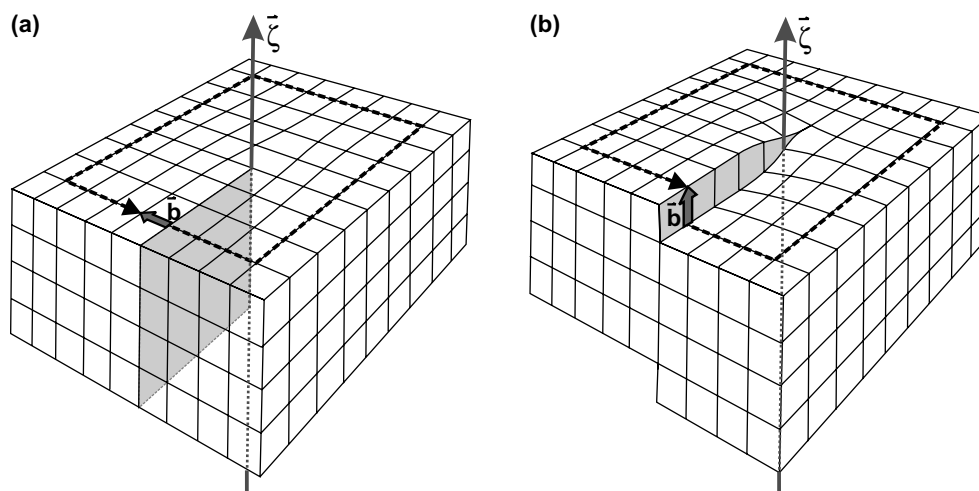


Abbildung I.8: Schemazeichnung einer Stufen- (a) und Schraubenversetzung (b) in einem kubischen Kristallgitter. Die Versetzungslinie (Vektor ζ) ist grau eingezeichnet. Der Burgersvektor \mathbf{b} ist als Differenzvektor eines Burgers-Umlaufs (gestrichelte Linie) dargestellt. In (a) ist die zusätzliche Kristallebene hellgrau schattiert dargestellt. Abbildung analog zu [Hirth1968] Seite 9.

Orientierung des Burgersvektors hängt von der Orientierung von ζ ab. Der Burgers-Umlauf, der die beiden verbindet, ist so definiert, dass er bei Orientierung von ζ aus der Ebene heraus gegen den Uhrzeigersinn und bei Orientierung von ζ in die Ebene hinein im Uhrzeigersinn erfolgt (siehe auch [Hirth1968]).

Versetzungen, deren Burgersvektor einer primitiven Gittertranslation entspricht, nennt man perfekte (oder reine) Versetzungen. Die in Abbildung I.8 gezeigten Versetzungen sind von diesem Typ. Es gibt aber auch Mischformen zwischen Stufen- und Schraubenversetzungen (sog. gemischte Versetzungen). Trifft auch das nicht auf eine Versetzung zu, ist also der Burgersvektor nicht in Form primitiver Gittertranslationen auszudrücken, so spricht man von Teilversetzungen. Diese sind mit einer Änderung der Stapelfolge der Kristallebenen verbunden, wodurch ein sog. „planarer Defekt“ (Stapelfehler) entsteht, der von Teilversetzungen begrenzt wird.

Topologie und Interaktion

Der Burgersvektor ist eine Erhaltungsgröße. Eine Versetzung kann daher nicht einfach im Kristall beginnen oder enden, sondern sie muss an einer Ober- oder Grenzfläche (z.B. Übergang zwischen zwei Materialien) enden oder mit anderen Versetzungen eine Schleife bilden. Für eine Stufenversetzung beispielsweise, ist dies leicht einzusehen: Die Versetzung bildet den Rand einer eingeschobenen Gitterebene. Entweder die Gitterebene ist komplett im Kristall und die Versetzung bildet eine Schleife, oder es handelt sich um (mindestens) eine Halbebene, die bis zum Ende des Kristalls reicht, und die begrenzenden Versetzungslinien enden dort.

Versetzungslinien beeinflussen sich gegenseitig. Ihre Spannungsfelder und Ladungen können eine Abstoßung oder Anziehung bewirken (siehe Abschnitt III.3), was auch zu tatsächlicher Bewegung führen kann [Hirth1968]. Haben zwei Versetzungen entgegengesetzte Burgersvektoren, so können sie sich treffen und auslöschen oder eine Versetzungsschleife bilden. Eine einzelne Versetzung kann, wenn der Gesamtburgersvektor dabei erhalten bleibt, in zwei Teilversetzungen zerfallen. Auch der Umkehrprozess — also eine Vereinigung zweier Versetzungen — ist möglich. Der spontane Zerfall oder die Vereinigung von Versetzungen geschieht allerdings nur, wenn dies energetisch günstig ist, was zumindest bezüglich der elastischen Energie (Gl. I.2.17) dann der Fall ist, wenn die Summe der \mathbf{b}^2 aller beteiligten Versetzungen vorher größer ist als nachher (Frank-Kriterium).

Bewegung von Versetzungen

Versetzungen werden in der Regel an Grenzflächen erzeugt und können im Kristall wandern, wenn dies zu einer energetisch günstigeren Situation führt. Vor allem Stufenversetzungen und Versetzungen mit Stufenanteil spielen hier eine große Rolle. So kann zum Beispiel die Erzeugung von Stufenversetzungen am Rand eines Kristalls und deren Wanderung durch den Kristall eine makroskopische Abscherung oder Verformung zur Folge haben, die einer äußeren oder inneren Verspannung nachgibt. Außerdem setzen sich Versetzungen entlang der Wachstumsrichtung von Epitaxialschichten fort. Sie „wachsen“ mit jeder neu aufgetragenen Schicht mit und ziehen sich so durch den Kristall.

Es gibt zwei Möglichkeiten für eine Versetzung, sich durch den Kristall zu bewegen. Die eine ist der so genannte „Gleitprozess“. Dabei gleitet die Versetzung in einer Ebene, der „Gleitebene“, die vom Burgersvektor \mathbf{b} und der Versetzungslinie ζ selbst aufgespannt wird. Dieser Prozess ist am Beispiel einer Stufenversetzung leicht zu sehen: Die eingeschobene Gitterebene „wandert“ entlang zur Ebenennormalen durch den Kristall, indem sie mit einer darüber oder darunter liegenden Ebene verschmilzt und dafür aus dieser ein Stück herausfällt, das eine neue eingeschobene Ebene bildet. Für den Gleitprozess müssen die chemischen Bindungen entlang der Versetzungslinie aufgebrochen und neu geformt werden, was eine energetische Barriere gegen das Gleiten darstellt. Es gibt für reine Schraubenversetzungen keine definierte Gleitebene (da $\mathbf{b} \parallel \zeta$) und damit keine Möglichkeit zu gleiten.

Die andere Möglichkeit für die Bewegung einer Versetzung ist der „Kletterprozess“, bei dem sich die Versetzung senkrecht zum Burgersvektor bewegt. Für Stufenversetzungen wäre dies mit einem tatsächlichen Materialtransport entlang der eingeschobenen Ebene verbunden, was mit dem Aufbrechen und Neuformen vieler chemischer Bindungen und daher mit einer sehr hohen Energiebarriere einhergeht. Stufenversetzungen bewegen sich hauptsächlich durch Gleiten.

Erzeugung von Versetzungen

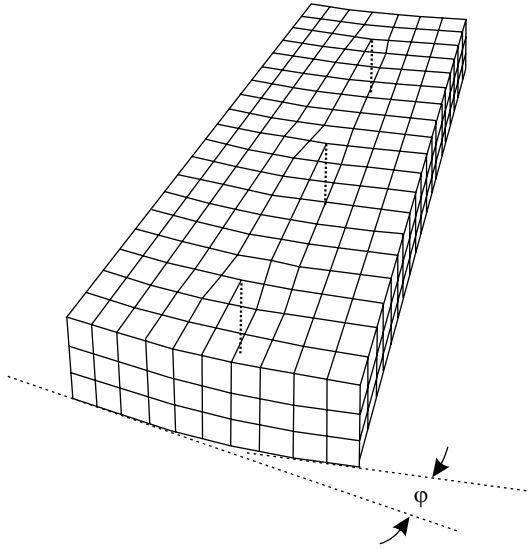
Für Galliumnitrid ist vor allem die Entstehung von Versetzungen während des Wachstumsprozesses von herausragender Bedeutung.

Schraubenversetzungen werden meist durch Oberflächendefekte beim Anwachsen auf Fremdsubstraten hervorgerufen und breiten sich dann in Wachstumsrichtung durch die entstehende Schicht bis zur Oberfläche aus. Schraubenversetzungen haben kaum Einfluss auf den Verspannungshaushalt einer Schicht. Sie leisten keinen Beitrag zum Verspannungsabbau.

Versetzungen mit Stufenanteil hingegen sind in der Lage Verspannungen abzubauen. Dies ist vor allem für heteroepitaktische Proben, die gitterfehlangepasst auf einem Substrat aufwachsen von Interesse. Der Heteroepitaxieschicht wird zunächst die Gitterkonstante des viel dickeren Substrates aufgezwungen, was als „pseudomorphes Wachstum“ bezeichnet wird. Ist die sog. „kritische Schichtdicke“ h_c erreicht, wurde dadurch so viel elastische Energie aufgebaut, dass eine Versetzung geformt werden kann. Den Verspannungsabbau kann man so veranschaulichen, dass eine in einer heteroepitaktischen Schicht beginnende Versetzungsschleife aus zwei Stufenversetzungen, die nach oben hin weiter mitwachsen, eine zusätzliche bzw. fehlende Gitterebene begrenzt, die tensile bzw. kompressive Verspannungen kompensiert. Rechnerisch baut eine beliebige Versetzung in heteroepitaktischem Material pro Längeneinheit L einen Energiebetrag von

$$\frac{\delta W}{L} = |f|h2\mu \frac{1 + \nu}{1 - \nu} (|\mathbf{b}| \sin \theta \cos \phi) \quad (I.2.16)$$

ab [Hu1991]. Dabei ist h die Schichtdicke, f die Gitterfehlangepassung (siehe Abschnitt I.3.1), μ der Schermodul (siehe [Hirth1968] und auch [Béré2002]), ν das Poisson-Verhältnis, θ der Winkel zwischen ζ und \mathbf{b} und ϕ der Winkel zwischen der Schicht-Substrat-Grenzfläche und der Gleitebene der Versetzung. Gleichung I.2.16

**Abbildung I.9:**

Schematische Darstellung einer Kleinwinkelkorngrenze im kubischen Kristallgitter. Der hier gezeigte Ausschnitt enthält drei Versetzungen (gestrichelt gezeichnet), die eine Verkipfung des Kristallgitters um den Winkel φ bewirken.

Abbildung in Anlehnung an [Kittel1996] S.595.

gilt für isotrope Medien, kann aber näherungsweise auch für das anisotrope GaN angewandt werden. Wichtig ist, dass die abgebaute Verspannung linear mit dem Betrag der auf die Wachstumsgrenzfläche projizierten Stufenkomponente ($|\mathbf{b}| \sin \theta \cos \phi$) der Versetzung geht. Den größten Beitrag zur Bildungsenergie einer Versetzung liefert die elastische Energie E_{elast} einer Versetzung, die quadratisch mit $|\mathbf{b}|$ geht. In der isotropen Näherung gilt

$$E_{\text{elast}} = \frac{\mu |\mathbf{b}|^2}{4\pi} \left(\frac{\sin^2 \theta}{1 - \nu} + \cos^2 \theta \right) \left(\ln \frac{h}{r_0} - 1 \right) \quad (\text{I.2.17})$$

mit $r_0 \approx |\mathbf{b}|$ dem Radius des Versetzungskerns [Hu1991]. Andere Beiträge liefern die Wechselwirkung mit anderen Versetzungen, die Ladung der Versetzung usw. Setzt man die Bildungsenergie der abgebauten elastischen Energie (Gl. I.2.16) gleich, so erhält man die kritische Schichtdicke.

Die zusätzliche Gitterebene einer Stufenversetzung erzeugt kompressive Verspannung auf der einen Seite und ihr Fehlen tensile Verspannung auf der anderen Seite der Versetzungslinie. Eine geeignete Anordnung von Versetzungslinien kann den Kristall makroskopisch verformen und damit einer äußeren Spannung nachgeben oder geometrische Fehler ausgleichen.

Zum Beispiel wird, wie Abbildung I.9 illustriert, der Rand von Kleinwinkelkorngrenzen von Stufenversetzungen gesäumt. Als Kleinwinkelkorngrenze bezeichnet man die Grenze zwischen zwei Kristalliten mit leicht zueinander verkippten Kristallgittern. Die Gitterstruktur wird dabei kontinuierlich weitergeführt. Die Ursache für Kleinwinkelkorngrenzen in Galliumnitrid ist häufig das Zusammenwachsen von leicht verdrehten Kristalliten, wie sie in der Anfangsphase der Heteroepitaxie üblich sind, das Zusammenwachsen von ELOG-Schichten sowie die Verkipfung (Tilt) zwischen Fenster und Flügel von ELOG-Strukturen (siehe Abschnitt I.3.2).

2.2.2 Versetzungen in Galliumnitrid

Da sich das Wurtzit-Gitter, wie in Abschnitt I.1.1 beschrieben, aus zwei hcp-Gittern für je eine Atomsorte zusammensetzen lässt, genügt es für die Betrachtung der auftretenden Versetzungen, diese anhand eines hcp-Gitters (mit zweiatomiger Basis) abzuleiten [Kaiser2000].

Mögliche Burgersvektoren

(Siehe [Kaiser2000])

Mit Hilfe von Abbildung I.10, die einen Ausschnitt eines hcp-Gitters zeigt, lassen sich die in Wurtzit-GaN auftretenden Burgersvektoren gut veranschaulichen. Die primitiven Gittervektoren \overrightarrow{AB} , \overrightarrow{AC} , \overrightarrow{BC} sowie \overrightarrow{ST} spannen eine Dreiecksdoppelpyramide auf und stellen die im hcp-Kristall möglichen Burgersvektoren perfekter Versetzungen dar. Die Vektoren \overrightarrow{AS} , $\overrightarrow{A\sigma}$ und $\overrightarrow{\sigma S}$ entsprechen Teilversetzungen.

Die Teilversetzung mit dem Burgersvektor $\mathbf{b} = \overrightarrow{AS}$ geht mit einer einfachen Verletzung der Stapelfolge $\{ab ab \dots\} \rightarrow \{ab ab \underline{abc} bc bc \dots\}$ einher, die Teilversetzung mit $\mathbf{b} = \overrightarrow{\sigma S}$ mit einer dreifachen: $\{ab ab \dots\} \rightarrow \{ab ab \underline{ab c} ab ab \dots\}$. Bei diesen beiden Typen handelt es sich um so genannte „Frank-Teilversetzungen“ vom Typ I bzw. III. Sie entstehen z.B. während des Wachstums durch falsche Deposition einer Ebene. Dagegen ist die Shockley-Teilversetzung (Typ II) mit Burgersvektor $\mathbf{b} = \overrightarrow{A\sigma}$ nicht gewachsen, sondern verspannungsinduziert. Sie trägt zum Verspannungsabbau

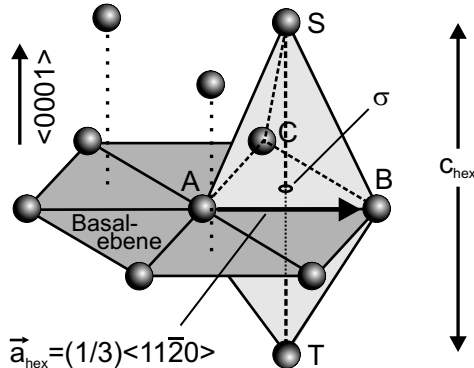


Abbildung I.10:

Dreiecksdoppelpyramide zur Veranschaulichung der möglichen Burgersvektoren in GaN.

Mit freundlicher Genehmigung entnommen aus [Kaiser2000].

Burgersvektor	Kristallogr. Notation	Rel. elast. Bildungsenergie	Versetzungstyp
$\overrightarrow{AB}, \overrightarrow{AC}, \overrightarrow{BC}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$	a^2	perfekte Stufenvers.
\overrightarrow{ST}	$\langle 0001 \rangle$	$c^2 \approx \frac{8}{3}a^2$	perfekte Schraubenvers.
$\overrightarrow{AB} + \overrightarrow{ST}$	$\frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$	$a^2 + c^2 \approx \frac{11}{3}a^2$	gemischte Vers.
$\overrightarrow{A\sigma}$	$\frac{1}{3}\langle 10\bar{1}0 \rangle$	$\frac{1}{3}a^2$	Shockley-Teilvers. (Typ II)
\overrightarrow{AS}	$\frac{1}{6}\langle 20\bar{2}3 \rangle$	a^2	Frank-Teilvers. (Typ I)
$\overrightarrow{\sigma S}$	$\frac{1}{2}\langle 0001 \rangle$	$\frac{1}{4}c^2 \approx \frac{2}{3}a^2$	Frank-Teilvers. (Typ III)

Tabelle I.3: Übersicht der möglichen Versetzungen in Wurtzit-GaN, deren Typ, Burgersvektoren, und relative elastische Bildungsenergien ($\propto |\mathbf{b}|^2$, Gl. I.2.17).

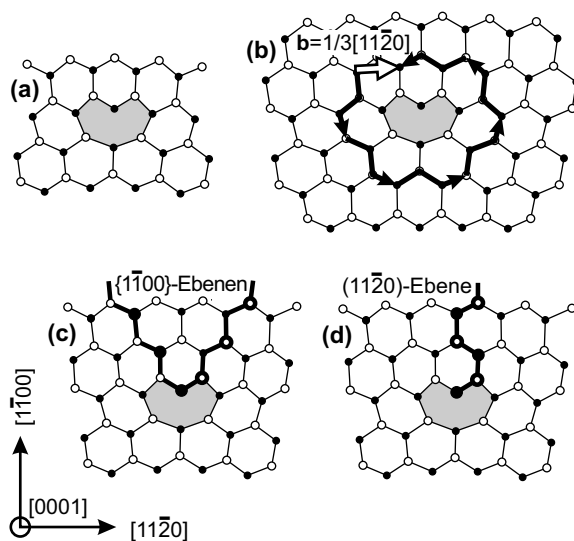


Abbildung I.11:

Schematische Darstellung eines möglichen Versetzungskerns (grau hinterlegt in Teil a) einer Stufenversetzung in GaN. Die beiden Atomsorten (N und Ga) einer $[0001]$ -Ebene sind als offene bzw. ausgefüllte Kreise gekennzeichnet. Der Burgers-Umlauf (Teil b) ergibt gerade einen $[11\bar{2}0]$ -Burgersvektor. Man kann die Stufenversetzung als eine eingeschobene $(11\bar{2}0)$ -Ebene (Teil d) oder auch als zwei eingeschobene $\{1\bar{1}00\}$ -Ebenen (Teil c) auffassen. Skizze in Anlehnung an [Jones1999].

oder zum Abbau von Gitterfehlanspassungen bei, jedoch wegen des kleineren Betrages von $|\mathbf{b}|$ weniger als eine perfekte Stufenversetzung (Siehe Gl. I.2.16). Sie stellt eine zweifache Verletzung der Stapelfolge $\{ab ab \dots\} \rightarrow \{ab ab \underline{ac} bc bc \dots\}$ dar und kann durch Abscheren einer $\{0001\}$ -Ebene um $1/3 \langle 10\bar{1}0 \rangle$ erzeugt werden. Für den Übergang von den Versetzungen in der hcp-Struktur zur Wurtzit-Struktur müssen lediglich die Positionen der beiden Basisatome in der Form $aA bB cC aA bB \dots$ berücksichtigt werden. Tabelle I.3 fasst die für Wurtzit-GaN möglichen Burgersvektoren und ihre Eigenschaften zusammen.

Struktur und Ladung von Versetzungskernen

Eine Vielzahl von Arbeiten befasst sich mit der Struktur von Versetzungskernen¹⁴, ihren Verspannungen¹⁵ und elektrischen Eigenschaften¹⁶. Die genaue Kenntnis der Bindungsverhältnisse im Versetzungskern erlaubt Rückschlüsse auf die Rekombination von Ladungsträgern an Versetzungen, den elektrischen Niveaus einer Versetzung und der Erzeugung oder Anziehung von Störstellen durch Versetzungen.

In hochauflösenden Transmissionselektronenmikroskop(HRTEM)-Aufnahmen kann man die Lage einzelner Atomsäulen zueinander bestimmen [Xin1998] und durch Anpassung einer atomistischen und elastischen Simulation der Verspannungsverhältnisse um den Versetzungskern [Béré2002] an die TEM-Aufnahmen erhält man eine mögliche Kernstruktur für den untersuchten Versetzungstyp [Kret2001]. Dabei ergeben sich verschiedene Konfigurationen der Kernstruktur, die man nach der Anzahl der beteiligten Atome, den freien Bindungen und der Füllung des Kerns (offen oder geschlossen) charakterisiert.

Für die in dieser Arbeit relevante Stufenversetzung ist in Abbildung I.11 eine mögliche Kernstruktur gezeigt. Der Versetzungskern besteht in diesem Fall aus acht

¹⁴[Béré2002, Lymparakis2004, Kret2001, Xin1998]

¹⁵[Lymparakis2004, Kret2002]

¹⁶[Lymparakis2004, Jones1999]

Atomsäulen. Abbildungsteil b zeigt einen Burgers-Umlauf um die Versetzung, der einen Burgersvektor $\mathbf{b} = 1/3[11\bar{2}0]$ ergibt. Dies ist auf den ersten Blick schwierig zu sehen, da hier eine Lage aus N- und Ga-Atomen gezeigt ist. Betrachtet man nur eine Atomsorte (also das hcp-Grundgitter), so ergibt sich tatsächlich dieser Burgersvektor.

Eine Versetzung mit Burgersvektor $\mathbf{b} = 1/3[11\bar{2}0]$ geht mit einer eingeschobenen $[11\bar{2}0]$ -Ebene einher, wie dies in Abbildung I.11d gezeigt ist. Man würde annehmen, dass diese eingeschobenen Ebenen die bevorzugten Spaltebenen sind, wie dies beim kubischen Kristall auch der Fall ist. Dennoch sind die Spaltflächen von GaN die $\{1\bar{1}00\}$ -Ebenen. In der Tat kann man eine Stufenversetzung auch als den Treffpunkt zweier $\{1\bar{1}00\}$ -Halbebenen auffassen, wie in Abbildung I.11c gezeigt.

Die Versetzungskerne selbst besitzen oftmals freie oder sehr verspannte Bindungen, die bei offenen Kernstrukturen die Anlagerung von Fremdatomen (z.B. Sauerstoff [Jones1999]) begünstigen. Die Kerne selbst können auch elektrisch geladen sein. Je nach Stärke der Dotierung des Materials können Versetzungslinien (z.B. durch ihr Spannungsfeld oder ihre Ladung) Defekte und Dotieratome anziehen, die dann — abhängig von der Art der Dotierung — zu neutralen, negativ oder positiv geladenen Versetzungen führen [Krtschil2003].

Auswirkungen von Versetzungen auf die Lumineszenz

Versetzungen oder die an sie gebundenen Punktdefekte induzieren tiefe Störstellen innerhalb der Bandlücke [Jones1999, Lymperakis2004], die die Versetzungslinie zum Zentrum nichtstrahlender Rekombination machen [Sugahara1998, Dassonneville2001, Ponce2001]. Elektronen und Löcher rekombinieren in der Nähe der Versetzung nichtstrahlend, was dazu führt, dass in sehr defektreichem GaN Leistungseinbußen von Leuchtdioden zu erwarten sind. Die Zahl der Versetzungen ist auch bei niedrigen Dichten ein limitierender Faktor für die Lebensdauer von GaN-basierten Lasern [Tomiya2001]. Hier spielen aber auch andere Mechanismen, wie die elektrische Leitfähigkeit der Versetzungen eine Rolle. In Lumineszenzexperimenten (PL oder CL) kann man die Versetzungen leicht als dunkle Linien oder — wo sie durch die Oberfläche treten — Punkte ausmachen.

Die Frage, ob und in welchem Maße verschiedene Versetzungstypen Zentren nichtstrahlender Rekombination sind, wurde in der Literatur teilweise widersprüchlich beantwortet. So schlossen Xin *et al.* aus theoretischen Betrachtungen, dass reine Stufenversetzungen keine tiefen Niveaus in der Bandlücke erzeugen können, und so auch keine Zentren nichtstrahlender Rekombination seien, während Versetzungen mit Schraubenanteil immer nichtstrahlend wären [Xin1998]. Es zeigt sich jedoch, dass schon alleine die Spannungsfelder von Versetzungen am Kern ausreichen, um tiefe elektronische Bandzustände zu erzeugen [Lymperakis2004]. Generell kann mittlerweile als gesichert angesehen werden, dass alle in dieser Arbeit relevanten Versetzungen, also Stufen, Schrauben und gemischte Versetzungen nichtstrahlenden Charakters sind.

Freie Ladungsträger können nur in unmittelbarer Umgebung des Versetzungskerns nichtstrahlend rekombinieren. Ist ihre strahlende Lebensdauer geringer als die Zeit, die sie für die Diffusion zu einer Versetzung benötigen, so hat diese keinen Einfluss

auf die Rekombination. Den Radius, in dem Ladungsträger von der Versetzung eingefangen werden können und in ihr nichtstrahlend verschwinden, also den Radius, innerhalb dessen in einem Lumineszenzexperiment die Versetzung dunkel erscheint, nennt man Einfangquerschnitt. Je nach experimenteller Methode oder theoretischem Modell und in Abhängigkeit von der jeweiligen Dotierung und Temperatur findet man in der Literatur für den Einfangquerschnitt Angaben zwischen 50 nm und 250 nm [Cherns2001b, Yamamoto2001, Sugahara1998]. Bei genauer Betrachtung ist es eigentlich nicht richtig, von einem Einfangquerschnitt zu sprechen, denn die Diffusionsprozesse und Lebensdauern ergeben in der Realität einen komplexeren Zusammenhang zwischen der Verringerung der Lumineszenz und dem Abstand vom Versetzungskern. Da der Einfangquerschnitt jedoch ohnehin klein gegenüber der für diese Arbeit relevanten Auflösung von $\geq 0,5 \mu\text{m}$ ist, soll hierauf nicht näher eingegangen werden.

Auswirkungen von Versetzungen auf andere Materialeigenschaften

Versetzungen führen vor allem in Heterostrukturen zu einer Reihe meist unerwünschter Effekte:

- Unter bestimmten Wachstumsbedingungen oder in indiumreichen InGaN Strukturen kann es zur Nukleation so genannter „V-Defekte“ an Versetzungen kommen [Liu2004]. V-Defekte sind V-förmige Krater, die mit der Schicht mitwachsen. Sie können die Materialqualität verschlechtern, bauen aber nach Hangleiter *et al.* [Hangleiter2005] in InGaN/GaN Quantentrögen auch Barrieren um Versetzungen auf, die die Elektronendiffusion zur Versetzung verhindern.
- Unabhängig von den Ladungen der Versetzungen kann es schon alleine durch die Spannungsfelder von Stufenversetzungen zur Streuung von Ladungsträgern in AlGaIn/GaN Heterostrukturen (zweidimensionalen Elektronengasen) kommen [Jena2002]. Bei Raumtemperatur wirken sich Defektdichten ab 10^{11} cm^{-2} und bei Heliumtemperatur (4,2 K) schon Dichten ab 10^8 cm^{-2} stark auf die Ladungsträgerbeweglichkeit in AlGaIn/GaN Heterostrukturen aus [Knap2005].
- Piezoelektrische Felder um Stufenversetzungen können an Grenz- und Oberflächen zu elektrischen Potentialen führen [Shi1999].
- Die Verspannungen um Stufenversetzungen führen zu Brechungsindexänderungen des Materials, die Licht streuen können [Liau1996]. Dies kann zum Beispiel in Halbleiterlasern relevant sein.

2.2.3 Übersicht über die Untersuchungsmethoden für Versetzungen

Zur Untersuchung von Versetzungen steht eine große Bandbreite von Methoden zur Verfügung. Jede beleuchtet einen eigenen Teilaspekt und ist mit spezifischen Vor- und Nachteilen behaftet.

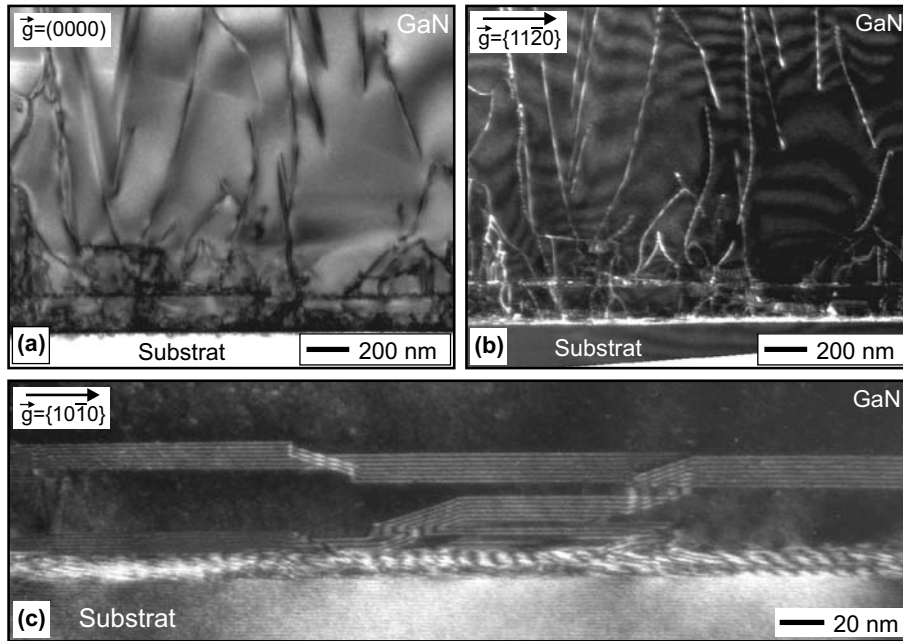


Abbildung I.12: TEM-Aufnahmen von Querpräparaten heteroepitaktischer GaN Schichten. Teil a und b zeigen eine Hellfeld- (Versetzungen dunkel) bzw. WBDF-Aufnahme (Versetzungen hell). In Abbildungsteil c sind Stapelfehler als oszillierender Streifenkontrast in einer weiteren WBDF-Aufnahme zu erkennen.
Mit freundlicher Genehmigung entnommen aus [Engl2005].

Transmissions-Elektronenmikroskop

Die große Stärke des Transmissions-Elektronenmikroskops (TEM) ist, dass jede Art von Versetzung sichtbar gemacht (vgl. Abb. I.12) und sogar deren Burgersvektoren bestimmt werden können. Dafür nimmt man eine aufwändige, zerstörende Probenpräparation und einen kleinen Beobachtungsbereich in Kauf. Eine zuvor gedünnte Probe wird mit einem hochenergetischen Elektronenstrahl durchleuchtet und — analog zu einem optischen Mikroskop — das resultierende Bild durch magnetische Linsen vergrößert. Der Kontrast einer Kristallversetzung entsteht durch die verspannungsinduzierte Auslenkung der Atome aus ihren idealen Gitterpositionen.

In so genannten „Hellfeldaufnahmen“ erscheinen alle Versetzungen als dunkle Linien (siehe Abbildung I.12a), da durch die Gitterdeformation lokal die Bragg-Bedingung für die Elektronenbeugung nicht erfüllt wird. Die Elektronen werden von der Versetzung gestreut und durch eine Blende blockiert. Bei „Dunkelfeldaufnahmen“ wird genau der umgekehrte Effekt genutzt und die Probe so gedreht, dass die Bragg-Bedingung nur lokal um die Versetzung erfüllt ist, die dann in der TEM-Aufnahme hell erscheint (Abb. I.12b).

Eine besondere Art der Aufnahme ist die „Weak Beam Dark Field“ (WBDF) Methode. Dabei ist es durch geschickte Wahl der beobachteten Bragg-Reflexe \mathbf{g} möglich den Burgersvektor \mathbf{b} einer Versetzung zu bestimmen („ $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ “-Auslöschungskriterium [Reimer1997]). Mehrere TEM-Aufnahmen werden unter verschiedenen Bedingungen angefertigt, bei denen jeweils nur bestimmte Versetzungsarten (Stufen, Schrauben, gemischte Versetzungen) zum Kontrast beitragen. Aus dem Vergleich der

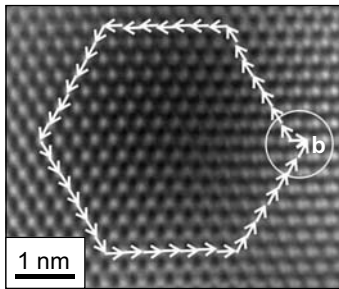


Abbildung I.13:

Burgers-Umlauf um eine einzelne Versetzung in einem HRTEM-Bild. Der Typ der Versetzung wurde mittels EPD (s.u.) als reine Stufe bestimmt. Der Burgers-Umlauf ergibt einen Burgersvektor von $1/3\langle 11\bar{2}0 \rangle$.

Mit freundlicher Genehmigung entnommen aus [Engl2005].

Aufnahmen kann dann auf die Art (den Burgersvektor) der einzelnen Versetzungen geschlossen werden [Engl2005, Kaiser2000].

Die Probenpräparation ist von besonderer Bedeutung für das TEM. Da die zu untersuchenden Schichten sehr dünn sein müssen, um für Elektronen transparent zu sein ($< 1 \mu\text{m}$; für HRTEM (s.u.) $< 40 \text{ nm}$), können nur jeweils kleine Probenbereiche (maximal einige Mikrometer) für die Untersuchung präpariert werden. Die Proben werden zuerst mechanisch und im letzten Schritt mittels Ionenätzen abgedünnt, bis ein schmaler Keil stehen bleibt, der an der Spitze durchstrahlt werden kann.

Für die vorliegende Arbeit sind vor allem sog. „Plan-View“- und Querschnittspräparate von Bedeutung. Das Querschnittspräparat zeigt eine Ebene senkrecht zur Epitaxieschicht und erlaubt so die Verfolgung von Versetzungen über das gesamte Wachstum hinweg. Die Plan-View-Präparate zeigen maximal die obersten 300 nm der Schicht in der Wachstumsebene [Engl2005].

Aus Plan-View-Präparaten kann leicht die Versetzungsdichte durch Auszählen ermittelt werden [Datta2004]. Da Versetzungen keinen TEM-Kontrast liefern wenn sie genau parallel zur Versetzungslinie durchstrahlt werden, wird die Probe leicht verkippt, so dass die Versetzungen als kurze Linienstücke sichtbar sind. Aus dem verspannungsinduzierten TEM-Kontrast kann sogar zwischen Stufen, Schrauben und gemischten Versetzungen unterschieden werden [Follstaedt2003]. Einfaches Auszählen erlaubt dann die Bestimmung der Versetzungsdichte, sofern im beschränkten Beobachtungsfeld noch genug Versetzungen sichtbar sind (problematisch bei Versetzungsdichten unter 10^7 cm^{-2}).

Auch aus Querschnittspräparaten lässt sich die Versetzungsdichte abschätzen und ihre Art bestimmen. Hier ist jedoch die nicht genau bekannte Dicke des durchstrahlten Präparates ein wichtiger Unsicherheitsfaktor.

In besonders dünnen Probenbereichen ($< 40 \text{ nm}$) ist es möglich, einzelne Atomsäulen entlang der Kristallachsen sichtbar zu machen. Man spricht dann von hochauflösendem TEM, kurz HRTEM¹⁷. Abbildung I.13 zeigt eine HRTEM-Aufnahme einer Stufenversetzung und den dazugehörigen Burgers-Umlauf.

HRTEM-Aufnahmen extrem hoher Qualität von GaN-Plan-View-Präparaten erlauben es, die Struktur von Versetzungskernen selbst durch Defokus-Serien¹⁸ zu untersuchen und durch Vergleich mit Rechnungen deren atomare Struktur zu bestimmen [Xin1998]. Die Verspannung nahe (einige zehn Nanometer) am Versetzungskern kann durch die gemessene Auslenkung der Gitterplätze um die Kernstruktur direkt

¹⁷engl.: high resolution transmission electron microscopy

¹⁸Serien von TEM-Aufnahmen, in denen auf verschiedene Ebenen fokussiert wird.

gemessen werden [Kret2001, Kret2002].

Rasterkraftmikroskopie und deren Anwendungen (EPD, SSPM)

Rasterkraftmikroskopie (AFM)¹⁹ erlaubt es, mit relativ geringem Aufwand die Oberfläche einer Probe mit hoher räumlicher Auflösung abzubilden. Zur Bestimmung von Versetzungsdichten in GaN-Schichten kann diese Methode im sog. „etch pit density“-Verfahren (EPD) herangezogen werden. Dabei wird die Probenoberfläche z.B. mittels Gasphasen-Ätzverfahren mit gasförmigem HCl [Hino2000, Habel2003] oder nasschemisch mittels heißer Phosphorsäure (H_3PO_4) [Visconti2000] angeätzt. Die Säuren greifen die ungestörten Kristallbereiche kaum an, während sie an den Durchstoßpunkten von Versetzungen weite Krater von wenigen Nanometern Tiefe in die Oberfläche ätzen. Diese Krater können mittels AFM leicht aufgelöst und ausgezählt werden (Siehe Abb. I.14). Bei geeigneter Einstellung der Ätzbedingungen lässt sich in Abhängigkeit vom Versetzungstyp eine spezifische Kratergröße herstellen [Miller2005, Engl2005, Engl2006]. Schraubenversetzungen und gemischte Versetzungen mit Schraubenanteil erzeugen dann Ätzgruben von 120 bis 200 nm Breite und 8 bis 10 nm Tiefe, während reine Stufenversetzungen ca. 1 nm tiefe Ätzgruben von etwa 50 nm Weite erzeugen. Somit ist eine Unterscheidung und selektive Dichtebestimmung für diese Defekttypen möglich.

Besonders glatte Probenoberflächen erlauben die Beobachtung von atomaren Wachstumsstufen auf der Oberfläche und es zeigt sich, dass je nach Wachstumsmethode teilweise Versetzungen auch ohne Anätzen mit (kleineren) verspannungsbedingten Kratern an der Oberfläche verbunden sind [Heying1999]. Auch auf den un-

¹⁹engl.: atomic force microscopy

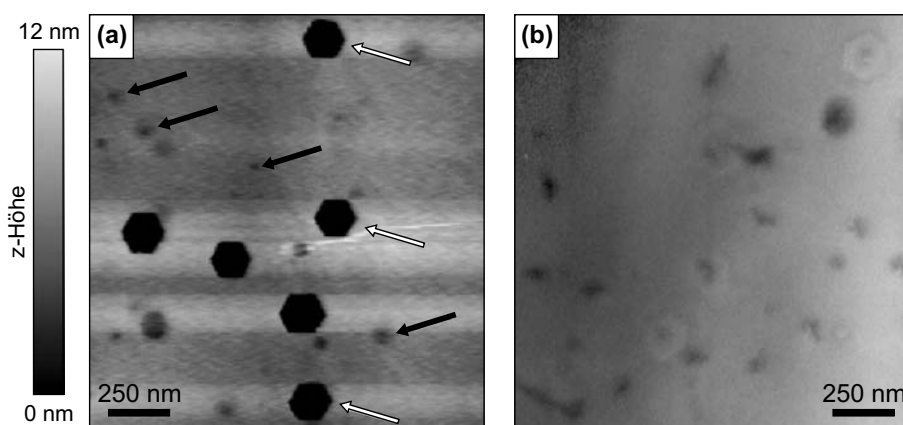


Abbildung I.14: Gegenüberstellung einer AFM- und TEM-Aufnahme einer mit Phosphorsäure angeätzten GaN-Oberfläche. Die AFM-Aufnahme (a) zeigt als große hexagonale Ätzkrater (weiße Pfeile) die Durchstoßpunkte von Schrauben oder gemischten Versetzungen, während reine Stufenversetzungen nur kleine Vertiefungen erzeugen (schwarze Pfeile). Die aus dem großflächigen AFM-Scan ermittelte totale Defektdichte von $1,7 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$ ist identisch mit der aus Plan-View-TEM-Abbildungen (b, andere Stelle) ermittelten. Mit freundlicher Genehmigung entnommen aus [Engl2005].

geätzten Oberflächenstrukturen ist eine Bestimmung der Versetzungsart möglich [Krtschil2003], jedoch mit größeren Ansprüchen an die Auflösung des AFM.

Wie in Abschnitt 2.2.2 auf Seite 31 beschrieben, können Versetzungskerne geladen sein. Um diese Ladungen sichtbar zu machen bedient man sich der sog. „scanning surface potential microscopy“ (SSPM) [Krtschil2003]. Dabei wird zeilenweise erst die Oberflächenmorphologie abgetastet und dann die AFM-Spitze in konstantem Abstand von 30 nm ein zweites Mal über die Oberfläche geführt. Dieser Abstand ist einerseits groß genug, dass die Oberflächenmorphologie keine Kräfte mehr auf die Spitze ausübt, ist aber andererseits so klein, dass elektrische Potentiale noch mit hoher räumlicher Auflösung messbar sind. Zwischen Spitze und Probe wird während des zweiten Durchgangs eine Wechselspannung V_{ac} mit der Frequenz ω angelegt, die eine periodische Kraft auf die Spitze zur Folge hat. Eine weitere Spannung V_{dc} wird über einen Rückkopplungskreis so angelegt, dass die erste harmonische Schwingung der elektrischen Kraft gerade kompensiert wird. V_{dc} ist das SSPM Signal, das dann über den Ort aufgetragen wird.

Zum SSPM Signal V_{dc} tragen das Oberflächenpotential V_S und die lokalisierten Ladungen Q_S wie folgt bei:

$$V_{dc} = V_S + \frac{Q_S C}{4\pi\epsilon_0 z^2} \cdot \frac{\partial z}{\partial C}, \quad (\text{I.2.18})$$

wobei C die der Kapazität zwischen AFM-Spitze und Oberfläche und z deren Abstand bezeichnet.

Eine zur SSPM alternative Methode zur Bestimmung der Ladung von Versetzung ist die TEM-basierte Elektronenholographie [Cai2002, Cherns2001a].

Kathodolumineszenz

Kathodolumineszenz (CL) und μ PL liefern — von der räumlichen Auflösung abgesehen — sehr ähnliche Informationen. Ein CL-Messplatz beruht im Wesentlichen auf einem Rasterelektronenmikroskop (REM). Der Elektronenstrahl des REM dringt in die Probe ein, und die deponierte Energie erzeugt letztendlich freie Elektronen und Löcher, die strahlend rekombinieren. Um die erzeugten Photonen zu detektieren, wird üblicherweise zusätzlich zum Sekundärelektronendetektor, der den REM-Bildkontrast liefert, ein Hohlspiegel knapp über der Probe angebracht, der möglichst viel Licht sammelt und einem Detektionssystem (z.B. Spektrograph) zuführt. Das Ergebnis einer CL-Messung ist ein REM-Bild mit einem Lumineszenzspektrum pro Bildpunkt.

Die Ortsauflösung des CL-Messplatzes ist nicht nur durch die Größe des Elektronenstrahlfokus, sondern auch durch dessen Energie (bestimmt Eindringtiefe und Verbreiterung des Anregungsbereiches) und Diffusionsprozesse innerhalb der Probe begrenzt, denn anders als bei einem konfokalen Mikroskop ist die Detektion nicht örtlich eingeschränkt. Man erhält immer ein Spektrum des gesamten leuchtenden Bereiches. Bei Proben mit geringer Diffusion kann eine Auflösung von 45 nm erreicht werden [Christen2001].

Anders als bei PL-Experimenten wird mittels CL immer nur die oberste Proben-schicht angeregt. Selektive Anregung tieferer Schichten ist, außer durch Diffusion, nicht möglich.

Einige Transmissions-Elektronenmikroskope sind zusätzlich mit einer CL-Apparatur ausgestattet (TEM-CL). Dadurch ist es möglich hochaufgelöste Bilder von Versetzungen zu machen und gleichzeitig deren optische Aktivität zu bestimmen [Yamamoto2001].

3 Wachstum

Kristallines Galliumnitrid ist ein schwierig herzustellendes Material. Anders als gewöhnliche Halbleiter wie Silizium lässt es sich nicht als Einkristall aus einer Schmelze ziehen und dann durch Verfahren wie dem Zonenschmelzen von Verunreinigungen befreien. Bei normalem Umgebungsdruck ist es nicht möglich GaN-Schmelzen herzustellen, da sich bei den dazu nötigen Temperaturen der Stickstoff bereits in der flüchtigen Gasphase befindet und flüssiges Gallium zurücklässt.

Eine GaN-Schmelze lässt sich nur mit hohem technischen Aufwand bei extremem Druck von 15 bis 20 kbar und Temperaturen um 1600°C herstellen [Pakula1996, Grzegory2001]. Die aus dieser Schmelze erzeugten Kristalle haben aber eine exzellente Qualität mit Versetzungsdichten von bis zu 100 cm^{-2} und sind zudem vollkommen unverspannt. Allerdings ist die Ausbeute an Kristallen gering (Wachstumsraten $\sim 1 \mu\text{m/h}$) und die Abmessungen sind weit von der Größe fertigungstauglicher Wafer entfernt.

Um im industriellen Maßstab Galliumnitrid herzustellen ist es nötig, auf andere Verfahren zurückzugreifen, die allerdings wieder mit anderen Nachteilen wie hoher Defektdichte oder Rissbildung verbunden sind. In diesem Abschnitt sollen Verfahren zur epitaktischen Abscheidung und Methoden der Defektreduzierung bis hin zur heteroepitaktischen Herstellung freitragender GaN-Schichten vorgestellt werden.

Weiterführende Literatur zu diesem Abschnitt:

- Wachstum, Charakterisierung und Eigenschaften von Galliumnitrid: [Jain2000]
- Wachstum, Eigenschaften, Photolumineszenz: [Monemar2001]
- Eigenschaften, Wachstum, Bauteile: [Ambacher1998]

3.1 Heteroepitaxie

„Heteroepitaxie“²⁰ bedeutet, dass GaN auf einem fremden Substrat-Wafer schichtweise abgeschieden wird. Als Substrate haben sich großtechnisch Saphir und Siliziumkarbid (SiC) durchgesetzt.

3.1.1 Epitaxieverfahren

Es gibt eine Reihe von Möglichkeiten GaN epitaktisch abzuscheiden. In Forschung und Industrie haben sich aber hauptsächlich drei Verfahren etabliert, die eine ausreichende Schichtqualität und wirtschaftliche Wachstumsraten bieten. Alle Verfahren sind mit großem apparativen Aufwand verbunden und unterscheiden sich hauptsächlich in Schichtqualität und Wachstumsraten.

MBE

Bei der Molekularstrahlepitaxie (MBE)²¹ werden Molekularstrahlen der Verbindungskomponenten (Ga, N, Al, In, Mg, ...) im Ultrahochvakuum (UHV) auf die

²⁰Griechisch: hetero – der andere; epi – gleich; taxis – in (militärisch) geordneter Weise.

²¹engl.: molecular beam epitaxy

Probe gerichtet. Dort scheidet sich dann atomlagenweise der gewünschte Verbindungshalbleiter (GaN, AlN, AlGaIn, . . .) ab. Dieses Verfahren bietet die höchstmögliche Qualität bezüglich Schichtaufbau und Verunreinigungen durch Fremdatome und erlaubt es, auf einfache Weise Dotierungen herzustellen. Leider sind die Wachstumsraten relativ gering, so dass dieser Ansatz hauptsächlich zu Forschungszwecken, aber für die bauteilrelevante Fertigung nur von wenigen Firmen verfolgt wird (TopGaN, Unipress, Sharp).

MOVPE

Die MOVPE (engl.: metal organic vapor phase epitaxy) ist ein chemisches Abscheidungsverfahren, bei dem hochverdünnte gasförmige metallorganische (Gruppe-III-) Verbindungen und Ammoniak (NH_3) über das Substrat geleitet werden, dort miteinander reagieren und eine Schicht aus Gruppe-III-Nitriden abscheiden. Als Trägergas für die Reaktionskomponenten dient Wasserstoff (H_2) oder Stickstoff (N_2). Quellen für die Gruppe-III-Metalle sind üblicherweise Metallorganyle wie Trimethylgallium (TMG), Trimethylaluminium (TMA) oder Trimethylindium (TMI). Dieses Verfahren benötigt kein Hochvakuum, sondern erfolgt bei Drucken von 100 mbar bis 1000 mbar. Allerdings sind relativ hohe Substrattemperaturen von mindestens 900°C nötig, damit genügend Ammoniak gespalten werden kann um hohe Wachstumsraten zu erzielen. Die MOVPE erlaubt relativ hohe Abscheidungsraten von bis zu $4 \mu\text{m}/\text{h}$ [Nakamura1997] bei guter Schichtqualität, was sie zum am meisten verwendeten, großtechnischen Prozess macht.

HVPE

Bei der HVPE (engl.: hydride vapor phase epitaxy) wird gasförmiges HCl über flüssiges Gallium geleitet, wobei Galliumchlorid entsteht. Dieses wird zusammen mit Ammoniak bei mit der MOVPE vergleichbaren Bedingungen (Druck, Temperatur) über das Substrat geleitet und reagiert dort unter Wasserstoff-Abspaltung zu GaN. Die hohen Wachstumsraten von $30 \mu\text{m}/\text{h}$ und mehr erlauben sehr große Schichtdicken mittlerer bis guter Qualität, was dieses Verfahren für die Herstellung freitragender GaN-Schichten interessant werden lässt.

3.1.2 Substratmaterialien

Nicht jedes Material ist zum Aufwachsen von Galliumnitrid geeignet. Es ist darauf zu achten, dass die Gitterkonstanten von Substrat und GaN nicht zu sehr voneinander abweichen. Die Kenngröße hierfür ist die „Gitterfehlpassung“

$$f := \frac{a_{\text{Sub}} - a_{\text{Epi}}}{a_{\text{Epi}}},$$

die den relativen Unterschied zwischen den Gitterkonstanten des Volumenmaterials von Substrat (a_{Sub}) und Epitaxieschicht (a_{Epi}) angibt. Ist $f < 0$, so wird die Epitaxieschicht durch das Substrat biaxial kompressiv und bei $f > 0$ biaxial tensil verspannt, was zum Reißen der Schicht führen kann.

Allerdings werden diese Verspannungen schon innerhalb weniger Nanometer durch

den Einbau von Versetzungen kompensiert (siehe Abschnitt I.2.2.1 auf Seite 28 und [Tanaka1996]), so dass die nachfolgenden Schichten fast unverspannt sind. In der Praxis werden zwischen Substrat und GaN Nukleations- und Zwischenschichten (z.B. AlN oder AlGaIn) gewachsen, die die Gitterfehlanspassung mildern und die Bildung von Versetzungen vermindern bzw. das Anwachsen überhaupt erst ermöglichen. Ohne weitere Maßnahmen zur Defektreduktion wie ELOG oder SiN_x Zwischenschichten (s.u.) lassen sich durch Heteroepitaxie auf Saphir oder SiC nur Proben mit Versetzungsdichten zwischen 10^9 cm^{-2} und 10^{10} cm^{-2} herstellen.

Durch die hohe Wachstumstemperatur kommt noch eine weitere, weit wichtigere Quelle für Verspannungen hinzu. Beim Abkühlen von Wachstumstemperatur ($> 900^\circ\text{C}$) auf Raumtemperatur wird der Wafer einer Temperaturdifferenz von über 600 K ausgesetzt. Durch die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_a in der Epitaxieebene von Substrat und Epitaxieschicht kommt es zu einer bleibenden biaxialen Verspannung der Epitaxieschicht durch das meist sehr viel dickere Substrat. Ist diese Verspannung tensil, so können ab einer kritischen Schichtdicke Risse entstehen. Bei der Berechnung der tatsächlichen Verspannung aufgrund der thermischen Ausdehnung muss berücksichtigt werden, dass $\alpha_a(T)$ selbst temperaturabhängig ist [Manasreh2000, Gmeinwieser2002]. Die bei der Temperaturänderung von T_1 nach T_2 hervorgerufene Verspannung ε_a in a -Richtung ist demnach

$$\varepsilon_a = \frac{\Delta a}{a} \Big|_{T_2-T_1}^{\text{Substrat}} - \frac{\Delta a}{a} \Big|_{T_2-T_1}^{\text{GaN}} = \int_{T_1}^{T_2} \alpha_a^{\text{Sub.}}(T) - \alpha_a^{\text{GaN}}(T) dT.$$

Saphir-Substrate

Saphir ist das gebräuchlichste Substratmaterial. Wie in Abbildung I.15 zu sehen, ist die Einheitszelle von Saphir eigentlich um 30° gegenüber dem aufwachsenden GaN verdreht [Jain2000]. Nur so wird eine Gitterfehlanspassung von $f = -13,9\%$ erreicht, die für die Heteroepitaxie klein genug ist. Die GaN-Elementarzellen kommen dabei auf dem Sauerstoff-Untergitter des Saphirs zu liegen. Die (hexagonale) Gitterkonstante dieses Untergitters beträgt $a_{\text{hex}} = a_{\text{rhom}}/\sqrt{3} = 0,2747 \text{ nm}$. Dabei ist $a_{\text{rhom}} = 0,4758 \text{ nm}$ die eigentliche (rhomboedrische) Gitterkonstante von Saphir. Eine Folge dieser Verdrehung der Gitter ist auch, dass GaN mit Saphir keine gemeinsame Spaltkante hat, was das definierte Brechen von prozessierten Wafern

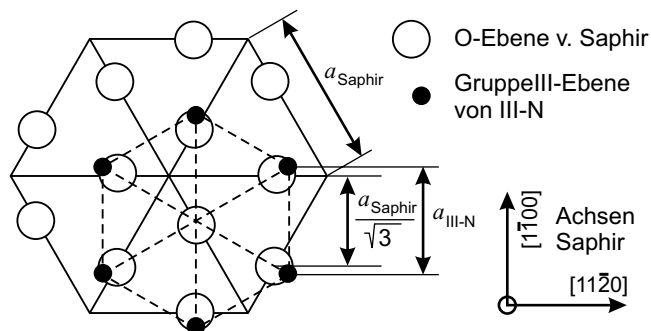


Abbildung I.15:
Kristallographische Orientierung von Gruppe-III-Nitriden auf Saphir-Substraten.
Abbildung analog zu [Jain2000].

	a [nm]	c [nm]	α_a [10^{-6}K^{-1}]	f [%]
GaN	0,3189	0,5185	5,59	-
6H-SiC	0,3080	0,1511	4,2	3,4
Saphir	0,2747	1,2991	7,5	-13,9

Tabelle I.4: Übersicht über die für die Verspannung relevanten Strukturdaten von GaN, Saphir und SiC. a und c sind die Gitterkonstanten in der Wachstumsebene bzw. entlang der $\langle 0001 \rangle$ -Richtung. Die Angaben beziehen sich auf $T = 20^\circ\text{C}$. Daten entnommen aus [Pankove1998] und [Engl2005].

nahezu unmöglich macht.

Der thermische Ausdehnungskoeffizient von Saphir in der Wachstumsebene ist größer als der von GaN. Daher zieht sich die Saphir-Schicht beim Abkühlen stärker zusammen und übt kompressiven Druck auf die GaN-Schicht aus. Dies macht — neben den relativ geringeren Kosten und der Transparenz bis ins UV — Saphir zu einem beliebten Substrat-Material, da die GaN-Schichten nicht wie bei SiC beim Abkühlen reißen können.

SiC-Substrate

SiC hat einen kleineren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als GaN. Dies führt dazu, dass GaN Schichten bei Raumtemperatur tensil verspannt sind. Ab einer Dicke von $3\ \mu\text{m}$ bis $4\ \mu\text{m}$ bilden sich in der Epitaxieschicht zunehmend Risse. Dies erlaubt keine komplizierte, dickenintensive Strukturierung der abgeschiedenen Schicht, wie sie z.B. bei ELOG (s.u.) vorliegt, da man durch die Rissbildung in der Höhe beschränkt ist. Für die meisten einfacheren Strukturen ist das jedoch vollkommen ausreichend und die Vorteile dieses Substrates kommen zum Tragen.

Für die Heteroepitaxie von GaN wird meist der hexagonale 6H-SiC Polityp (Stapel-*folge aAbBaAcCbBcC aAbB...*) verwendet. Da GaN und SiC die gleichen Spaltflächen haben ist eine einfachere Prozessierung fertiger Wafer möglich. Zudem trägt die Gitterfehlانpassung zu GaN nur $f = 3,4\ \%$. Der entscheidende Vorteil ist jedoch, dass SiC-Substrate durch Dotierung elektrisch leitfähig gemacht werden können und somit eine Kontaktierung von Bauteilen durch die Epitaxieschicht („vertikaler Strompfad“) möglich ist. Dies vereinfacht die Strukturen und spart Fläche auf dem Wafer.

In Tabelle I.4 sind die für die Verspannung relevanten Materialdaten von GaN, SiC und Saphir zusammengetragen.

3.1.3 Gezielte Steuerung des Verspannungshaushalts

Nicht nur beim Anwachsen auf dem Substrat, sondern auch während des Schichtwachstums können eingebrachte Konzentrationsgradienten (z.B. Niedertemperatur AlGaN-Gradienten) und Zwischenschichten sowie Variationen der Wachstumsparameter gezielt in den Verspannungshaushalt der Probe eingreifen. So ist es möglich, während des Wachstums Verspannungen aufzubauen, die dann beim Abkühlen der Probe den temperaturbedingten Verspannungen entgegenwirken und diese sogar überkompensieren können [Marchand2001, Able2004].

3.2 Methoden zur Defektreduzierung

Um die hohen Defektdichten von heteroepitaktisch abgeschiedenem GaN zu verringern, wurde eine Reihe von Verfahren entwickelt. Zwei Typen sollen hier vorgestellt werden. Der eine ist die Abscheidung einer SiN_x -Zwischenschicht, die die Bildung von Versetzungsschleifen fördert und so die Defektdichte reduziert, der andere Typ ist das laterale Überwachsen, das in verschiedenen Ausprägungen existiert, die aber alle auf dem gleichen Prinzip basieren. Hiervon soll ELOG exemplarisch vorgestellt werden.

3.2.1 ELOG

Beim ELOG²²-Verfahren [Beaumont2001] wird ausgenutzt, dass sich mitwachsende Versetzungslinien, die ihren Ursprung an der Substrat-GaN-Grenzfläche haben, entlang der Wachstumsrichtung des Kristalls ausbreiten müssen. Schafft man es, die Wachstumsrichtung in die Schicht-Ebene zu verlegen, so liegen auch die Versetzungen in der Ebene und erreichen die Oberfläche — wo sich Bauteilstrukturen üblicherweise befinden — nicht. ELOG wird sowohl in HVPE- als auch MOVPE-Prozessen eingesetzt.

Das ELOG-Verfahren ist in Abbildung I.16 schematisch dargestellt: Zuerst wird eine dünne GaN Schicht auf dem Substrat abgeschieden (Abbildungsteil a), wobei üblicherweise zuerst eine Pufferschicht (z.B. AlN, AlGaN oder bei niedriger Temperatur abgeschiedenes GaN) auf das Substrat aufgebracht wird, die das Anwachsen erleichtert und die Schichtqualität verbessert. Auf diese GaN-Schicht wird eine zwischen 30 und 100 nm dicke Schicht aus SiO_2 oder SiN_x abgeschieden, in die dann außerhalb des Wachstumsreaktors schmale, parallele Fenster von wenigen Mikrometern Breite (~ 2 bis $4 \mu\text{m}$) und mehreren Mikrometern Abstand (~ 4 bis $12 \mu\text{m}$) bis auf das darunter liegende GaN geätzt werden (Abbildungsteil b). Diese Struktur wird daraufhin wieder im Reaktor platziert und weiteres GaN abgeschieden.

²²engl.: epitaxial lateral overgrowth; epitaktisches laterales Überwachsen

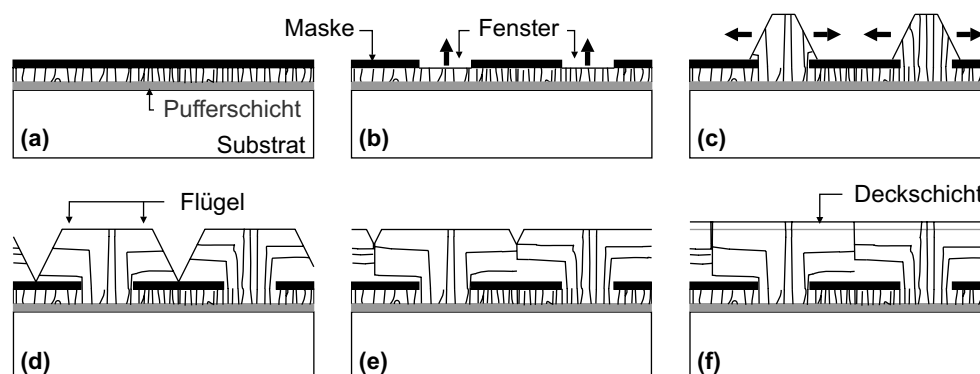


Abbildung I.16: Schematische Darstellung des ELOG-Prozesses. Die einzelnen Schritte werden im Text erläutert. Die dunklen Linien repräsentieren Versetzungslinien. Entnommen aus [Gottfriedsen2004].

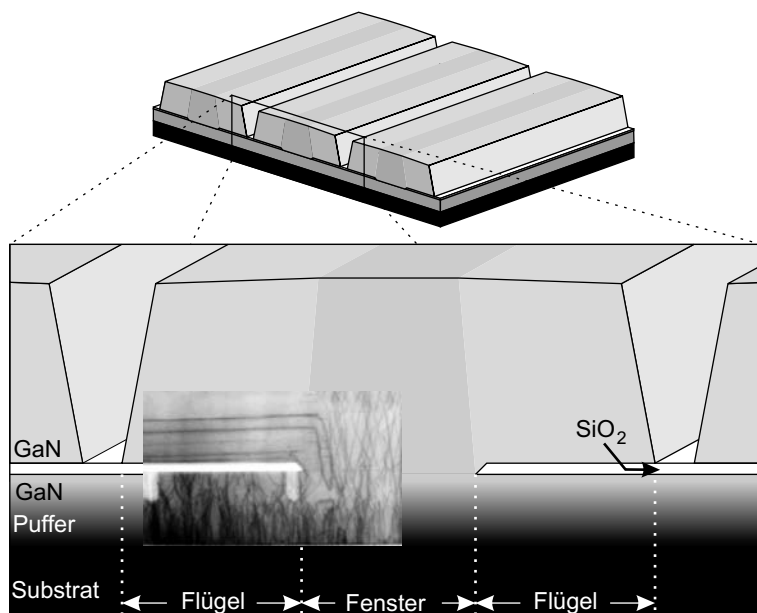


Abbildung I.17: Schemazeichnung einer ELOG-Schicht (oben), aus der ein Schnitt senkrecht zur Fensterrichtung herausvergrößert wurde. In den Schnitt ist ein TEM-Bild einer entsprechenden Probenregion eingesetzt, das die Versetzungen als dunkle Linien zeigt. TEM-Bild von Karl Engl.

Auf der Maskenoberfläche kann GaN nicht oder nur sehr schlecht anwachsen. Daher wird selektiv in den Fenstern ein dünner Steg GaN aufgebaut (Abbildungsteil c). Die Wachstumsbedingungen können nun so eingestellt werden, dass GaN bevorzugt lateral, d.h. auf den Seitenflächen der Stege anwächst. Schließlich überwächst die so entstehende Schicht die Maske. Es bilden sich sog. ELOG-Flügel aus (Abbildungsteil d), die sich schließlich berühren (Abbildungsteil e) und wieder eine geschlossene Schicht bilden („Koaleszenz“). Eine Deckschicht aus GaN schließt den Prozess ab. Die besten Schichtqualitäten wurden mit entlang der $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Richtung orientierten Fenstern erzielt.

Die Defektreduzierung wird dadurch erreicht, dass die Versetzungslinien am Maskenmaterial gestoppt werden. Nur in den Fensterbereichen können sie nach oben in die aufgewachsene Deckschicht gelangen, aber auch hier werden schon einige Defekte wegen der Wachstumsunterbrechung durch Schleifenbildung gestoppt. Da die Versetzungen der Wachstumsrichtung folgen, treten sie nur noch über der Fensterregion durch die Oberfläche. Nur wenige Versetzungen, die beim Beginn des Überwachsens an der Seitenfläche der Stege austreten, „verirren“ sich in die Flügelbereiche. Sie ändern ihre Richtung, sobald die Wachstumsbedingungen auf laterales Wachstum umgestellt werden und verlaufen dann in den Flügeln horizontal, treffen also die Oberfläche nicht. Dies ist in den Abbildungen I.16 und I.17 gut zu erkennen.

Wenn die Flügel zusammenwachsen, müssen allerdings die in Wachstumsrichtung verlaufenden Versetzungen wieder nach oben abknicken, da eine Versetzung nicht im Kristall enden kann (siehe Abschnitt I.2.2.1 auf Seite 27) und treffen so doch wieder die Oberfläche. Sind aber die Flanken der Flügel genügend steil, berühren sich die Flügel nur an der Oberkante und wachsen dort zusammen. Darunter wird ein Hohlraum gebildet, an dessen freier Oberfläche Versetzungen enden können. Oft wird beobachtet, dass die Flügel an der Grenze zum Fenster nach oben oder unten abknicken. Dieser sogenannte Wingtilt²³ ist mit einer tatsächlichen Verkippung

²³engl.: wing — Flügel; to tilt — abkippen

der Kristallstruktur verbunden, die durch Stapel von Stufenversetzungen parallel zur Fensterkante ausgeglichen wird. Es zeigte sich, dass diese Verkippung durch Interaktion mit dem Maskenmaterial begünstigt wird und durch geeignete Wahl des Materials (SiN_x statt SiO_2) stark verringert werden kann [Gmeinwieser2004, Gottfriedsen2004].

Proben, die mit dem ELOG-Verfahren hergestellt wurden, weisen in den Flügeln extrem geringe Versetzungsdichten auf. Die defektreduzierten Bereiche sind breit genug, dass dort z.B. Laserstrukturen platziert werden können.

Es gibt verschiedene Abwandlungen des ELOG-Verfahrens. Auf dem gleichen Prinzip basieren auch ELO oder LEO genannte Verfahren, die sich hauptsächlich patentrechtlich von ELOG unterscheiden. Beim „Two-step ELO“ (2S-ELO) wird eine noch geringere Defektdichte dadurch erreicht, dass der ELOG Prozess mehrmals übereinander angewandt wird, bis alle Defekte durch die Maske abgedeckt sind. Damit sind mit weiteren Prozessschritten Flügel-Versetzungsdichten im mittleren 10^5 cm^{-2} -Bereich möglich.

Das Pendeo-Verfahren ist ähnlich dem ELOG-Verfahren, nur dass ein speziell strukturiertes Substrat statt einer Wachstums-Maske die räumliche Struktur der „Fenster“ vorgibt, was zur Folge hat, dass die überwachsenen Bereiche keinen Kontakt mit dem Untergrund haben, sondern freitragend²⁴ sind [Zheleva1999, Schwarz2003]. Beim FACELO-Verfahren (facet controlled ELO, [Hiramatsu2000]) schließlich versucht man in einem ersten Wachstumsschritt die anfänglich in den Fenstern gewachsenen GaN-Streifen möglichst facettiert, also nicht trapez- sondern dreiecksförmig zu gestalten. Dadurch erreicht man ein Abknicken fast aller Versetzungen (auch derer über den Fenstern), sobald die Wachstumsbedingungen zugunsten lateralen Wachstums geändert werden. Defekte treten dann nur noch in den Koaleszenzregionen verstärkt auf. Hierbei lassen sich Gesamtversetzungsdichten in der Größenordnung von 10^6 cm^{-2} herstellen.

3.2.2 SiN_x Zwischenschichten

Die Defektreduktion mittels ELOG-Prozessen hat den Nachteil, dass mindestens ein Ätz-Schritt außerhalb des Reaktors, also *ex situ* erfolgen muss, und bei vielen Prozessvarianten nur in den Flügeln verringerte Versetzungsdichten vorliegen, während die Fenster unverändert bleiben. Dies erschwert die Bauteilpositionierung. Hier bietet die Einbringung von SiN_x -Zwischenschichten erhebliche Vorteile, da sie komplett im Wachstumsreaktor (*in situ*) erfolgen kann.

Das Funktionsprinzip beruht darauf, dass die GaN-Oberfläche partiell mit SiN_x bedeckt wird. An den Lücken dieser Schicht erfolgt eine Art „lokales ELOG“, also ein 3D-Inselwachstum, das im weiteren Wachstumsverlauf wieder zu einer vollständig koaleszierten Schicht führt [Miller2005]. Im Laufe dieses Prozesses können sich aber vermehrt Versetzungen mit entgegengesetztem Burgersvektor treffen und durch Schleifenbildung auslöschen. Allerdings funktioniert dies nur, wenn genügend Versetzungen vorhanden sind. Im konkreten Fall bedeutet das, dass pro Versetzungsart (Stufen, Schrauben) eine anfängliche Versetzungsdichte wesentlich höher als $2 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ vorhanden sein muss [Miller2005].

²⁴daher der Name „Pendeo“, lat.: Ich hänge.

3.3 Freitragende GaN-Substrate

Wie in der Einleitung dieses Abschnittes bereits beschrieben, lassen sich GaN-Volumenkristalle, also echtes „Bulk-GaN“, nur in geringer Größe und unter extremen Bedingungen herstellen. Trotzdem ist es mittlerweile verschiedenen Herstellern gelungen, freitragende 2-Zoll GaN-Wafer²⁵ (Quasi-Bulk-Substrate) sehr hoher Kristallqualität industriell zu produzieren. Typische Versetzungsdichten liegen zwischen 10^6 cm^{-2} und 10^7 cm^{-2} oder sogar darunter. Diese Wafer sind zwar noch vergleichsweise teuer, aber für bestimmte Anwendungen, wie zum Beispiel die Laserdiodenfertigung, überwiegen die Vorteile, wie der damit mögliche vertikale Strompfad, die geringe Versetzungsdichte, die hohe thermische Leitfähigkeit oder die einfache Homoepitaxie auf diesen GaN-Substraten.

Für die vorliegende Arbeit wurden hauptsächlich Testmuster oder Bruchstücke solcher Wafer von unterschiedlichen Herstellern untersucht. Alle Wafer wurden mittels HVPE auf Fremdsubstraten hergestellt und dann vom Substrat abgelöst. Eine Reduktion der Versetzungsdichten erfolgt einerseits durch die hohe Schichtdicke (Versetzungen mit passendem Burgersvektor können sich über eine lange Wachstumsstrecke mit höherer Wahrscheinlichkeit treffen und auslöschen) und kann andererseits durch aktive Maßnahmen zur Defektreduktion, z.B. mittels ELOG (oder Abwandlungen davon, s.o.) herbeigeführt werden. Im Allgemeinen unterscheiden sich daher die Unter- und Oberseite der Wafer in Qualität und Defektdichte, so dass sich meist nur die Oberseite (Ga-face) zum Weiterwachsen eignet (diese Seite wurde auch mit μPL untersucht). Manche der Wafer wurden vom Hersteller mechanisch poliert, was zu einer bis zu $2 \mu\text{m}$ dicken, von Rissen durchzogenen Schicht führt, wie sie in Abbildung I.18 zu sehen ist. Diese Schicht muss vor einer Analyse bzw. vor Wachstumsschritten mittels Ionenätzen entfernt werden.

Die genauen Prozessdetails zur Herstellung von freitragenden GaN-Schichten sind Firmengeheimnisse der jeweiligen Hersteller. Daher kann in diesem Abschnitt nicht der tatsächliche Herstellungsprozess der untersuchten Proben beschrieben werden. Stattdessen sollen verschiedene Verfahren zur Herstellung freitragender GaN-Schichten vorgestellt werden, die bereits veröffentlicht wurden und von denen das eine oder andere mit hoher Wahrscheinlichkeit bei den hier vorgestellten Substraten umgesetzt wurde.

²⁵engl.: free standing GaN

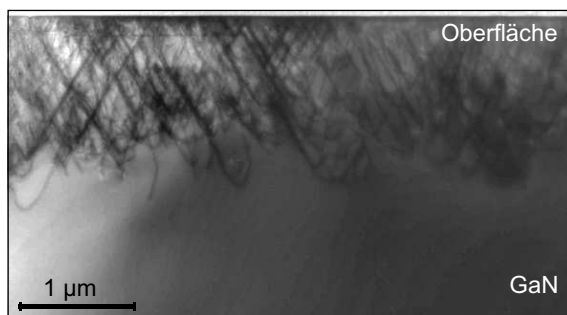


Abbildung I.18:

Hellfeld TEM-Aufnahme der Probenoberfläche eines GaN-Substrates, wie vom Hersteller erhalten. Die defektreiche Schicht nahe der Oberfläche ist eine Folge des Polierprozesses.

TEM Bild: Karl Engl.

3.3.1 Mehrschritt–ELO

Die Firma Nichia [Nagahama2000] hat einen Mehrschicht–ELO–Prozess entwickelt, bei dem zuerst eine normale ELO–Schicht mittels MOVPE abgeschieden wird, auf die mittels HVPE weitere 200 nm abgeschieden werden. Das Saphir–Substrat wird daraufhin durch Polieren entfernt, bis eine 150 nm freitragende GaN–Schicht übrig bleibt. Auf diese Schicht wird eine weitere ELOG–Schicht abgeschieden, die dann zu einer Defektdichte von $5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ in den ELOG Fenstern und $7 \cdot 10^5 \text{ cm}^{-2}$ in den Flügeln führt. Auf solchen Substraten wurden Laserdioden mit Lebensdauern von über 15.000 h bei 30 mW Leistung erreicht [Nagahama2000].

3.3.2 Gezielte Rissbildung im Substrat

Bei diesem Verfahren wird versucht, das Substrat frühzeitig von der GaN–Schicht abzulösen und dann weiter zu wachsen, bis eine genügend dicke, freitragende Schicht entsteht.

Kim *et al.* [Kim1998] stellen zum Beispiel ein Verfahren vor, bei dem ein dünnes Saphir–Substrat ($350 \mu\text{m}$) zunächst von einer $100 \mu\text{m}$ HVPE–GaN–Schicht überwachsen wird. Durch Abkühlen der Probe auf 200°C im Reaktor werden gezielt Risse im Substrat (das wegen der thermischen Ausdehnungskoeffizienten gegenüber GaN tensil verspannt ist) erzeugt und die Verspannung kann zum großen Teil relaxieren. Anschließend wird der Reaktor wieder auf Wachstumstemperatur gefahren und weitere $400 \mu\text{m}$ bis $500 \mu\text{m}$ GaN abgeschieden. Nach dem Wachstum wird die GaN–Schicht durch Polieren auf eine Dicke von $350 \mu\text{m}$ vollständig vom Substrat befreit. Kim *et al.* konnten so $10 \times 10 \text{ mm}^2$ große freitragende und nahezu unverspannte GaN–Stücke herstellen.

3.3.3 Selbstablösende GaN–Schichten

Dieses relativ aufwändige Verfahren basiert auf einer streifigen Strukturierung einer in einem ersten Schritt auf einem Substrat aufgewachsenen GaN–Schicht. In einem zweiten Wachstumsschritt werden Defekte durch eine Art laterales Überwachsen reduziert und die so entstandene GaN–Schicht durch Verspannungen vom Untergrund gelöst.

Von Tomita *et al.* [Tomita2002] wurde ein Verfahren entwickelt, das auf einer MOVPE–Abscheidung von GaN auf einem Saphir–Substrat (mit AlN–Pufferschicht) basiert, die durch reaktives Ionenätzen bis in das Substrat hinein wieder abgetragen wird. Nur schmale Stege der aufgewachsenen GaN–Schicht werden stehen gelassen. Sie dienen in einem zweiten HVPE–Wachstumsschritt als Nukleationskeime (entsprechend den Fenstern einer ELOG–Schicht). Die GaN–Schicht wird wieder zur Koaleszenz gebracht, wobei eine Defektreduktion durch seitliches Überwachsen stattfindet. Noch während des Wachstums trennt sich die GaN–Schicht durch auftretende Verspannungen vom Substrat, da die schmalen Stege wie Sollbruchstellen wirken. Auf diese Weise wurden freitragende GaN–Schichten von $20 \times 20 \text{ mm}^2$ und $100 \mu\text{m}$ bis $500 \mu\text{m}$ Dicke hergestellt. Typische Defektdichten liegen zwischen 10^6 cm^{-2} und 10^7 cm^{-2} .

3.3.4 Laser–Lift–Off

Dieses sehr vielversprechende Verfahren basiert auf der laserinduzierten Ablösung von GaN–Schichten von Saphir–Substraten.

C. Miskys, M. Stutzmann *et al.* stellen in ihrem Übersichtsartikel [Miskys2003] ein Verfahren vor, bei dem eine HVPE–GaN–Schicht komplett mittels Laserpulsen von ihrem Saphir–Substrat getrennt werden kann. Intensive Pulse der dritten Harmonischen eines Nd:YAG–Lasers ($\lambda = 355$ nm) werden von der Saphir–Seite auf die GaN–Schicht gerichtet (Saphir ist bei dieser Wellenlänge transparent) und von der untersten GaN–Schicht absorbiert. Dies führt kurzzeitig zu einer extremen Aufheizung des GaN, das dabei zu gasförmigem Stickstoff und flüssigem Gallium zersetzt wird. Auf diese Weise kann innerhalb weniger Sekunden ein ganzer Wafer abgelöst werden.

Nach einigen Oberflächenbehandlungsschritten kann auf einer so gewonnenen freitragenden Schicht weiteres GaN abgeschieden werden. Dabei wurden Defektdichten von $2 \cdot 10^7$ cm⁻² erreicht.

Kapitel II

Experimentelle Methoden

Dieses Kapitel soll die für die vorliegende Arbeit relevanten experimentellen Methoden und Apparaturen sowie die verwendeten Softwarepakete und Algorithmen zur Auswertung vorstellen. Ein besonderes Augenmerk liegt dabei auf dem konfokalen Messplatz als dem hauptsächlich verwendeten Messinstrument, seinen Funktionsprinzipien, Leistungsdaten und Möglichkeiten. Der Messaufbau wurde größtenteils in der dieser Arbeit vorangegangenen Diplomarbeit [Gmeinwieser2002] aufgebaut, aber im Laufe der Zeit stetig verfeinert und erweitert. Einen großen Beitrag dazu hat Peter Gottfriedsen im Rahmen seiner Diplomarbeit geleistet [Gottfriedsen2004].

1 Konfokale Mikroskopie

Das Prinzip der konfokalen Mikroskopie wurde bereits 1957 von einem jungen Wissenschaftler namens Marvin Minsky zum Patent angemeldet, dem schon 1955 die Fertigstellung des ersten konfokalen Mikroskops gelang [Minsky1988]¹. Den Durchbruch schaffte dieses Konzept aber erst durch die Einführung von Computern zur Auswertung der gewonnenen Daten und Lasern als effektive, leicht zu fokussierende Anregungsquelle. Seither ist das konfokale Mikroskop aus vielen Bereichen der Biologie und der Materialwissenschaften nicht mehr wegzudenken und wird stetig weiter entwickelt.

Weiterführende Literatur zu diesem Abschnitt:

- Konfokale Mikroskopie: [Gu1996, Sheppard1997, Corle1999]
- Arbeiten über Messungen an konfokalen Mikroskopen: [Gmeinwieser2002, Gottfriedsen2004, Schuster2005]

1.1 Prinzip

Das konfokale Mikroskop beruht im Wesentlichen darauf, dass nicht — wie in konventioneller Mikroskopie — die ganze Probe diffus beleuchtet und über eine vergrößernde Optik abgebildet wird, sondern dass nur ein einziger Lichtfokus über die Probe geführt wird, der mit dem Fokus eines Detektors zusammenfällt (daher die Bezeichnung „konfokal“). Das „Mikroskopbild“ entsteht erst aus der Zusammensetzung der einzelnen Bildpunkte. Diese Abrasterung („Scan“²) kann auf verschiedene Weisen realisiert werden. Bei kommerziell erhältlichen Mikroskopen ist es üblich, durch schnelle Bewegungen einer optischen Anordnung den Fokus über die ortsfeste Probe zu bewegen. Dies erlaubt zum Beispiel die spektrale Beobachtung von (eventuell speziell angefärbten) biologischen Zellen. Die Bildwiederholrate ist durch die hohe Fokus-Geschwindigkeit ausreichend, um Zellbewegungen und sogar Vorgänge innerhalb von lebenden Zellen zeitlich aufzulösen.

Da Halbleiterproben sich nicht unter dem Mikroskop bewegen oder verformen, und es so nicht in erster Linie auf Bildwiederholraten ankommt, ist es für den Eigenbau eines konfokalen Mikroskops, wie er für diese Arbeit verwendet wurde, jedoch zweckmäßiger, die Optik fest zu lassen und die Proben zu verfahren. Dies bietet neben einer mechanisch einfacheren und flexibleren Konstruktion auch bessere Abbildungseigenschaften und weniger Fehlerquellen im optischen Strahlengang.

Abbildung II.1 zeigt ein Prinzipschaubild des in dieser Arbeit verwendeten Aufbaus. Ein Laser wird durch ein Mikroskopobjektiv auf die zu untersuchende Probe gebündelt und ein kleiner, dreidimensionaler Fokus erzeugt (vergrößerte Teilabbildung). Das von der Probe emittierte Licht wird durch einen Strahlteiler aus dem Laserstrahl ausgekoppelt und eine Linse erzeugt ein reelles Abbild der fokussierten

¹Andere Quellen geben 1968 als Geburtsstunde des konfokalen Mikroskops an und Petran *et al.* als Erbauer des ersten Mikroskops.

²Engl.: Abrasterung. „Scan“ soll hier als *terminus technicus* für das Ergebnis der Abrasterung einer Probe z.B. mit dem konfokalen Mikroskop gebraucht werden. Als Verb wird „scannen“ verwendet.

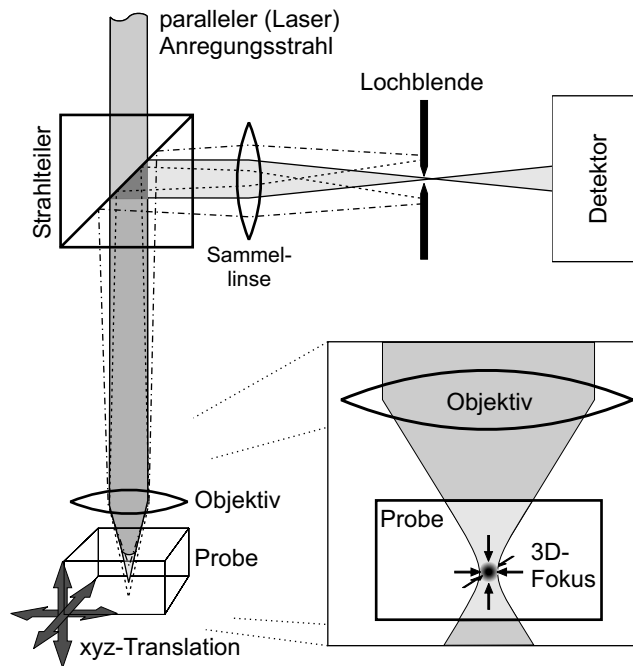


Abbildung II.1:
Schematische Darstellung des für diese Arbeit verwendeten konfokalen Mikroskops. Als Anregungsquelle dient ein Laser. Man erkennt die geringe Tiefenschärfe des Aufbaus: Licht, das seinen Ursprung nicht im Fokus hat (gestrichelte Linien) wird an der Lochblende blockiert. Die vergrößerte Abbildung zeigt den dreidimensional eingegrenzten Anregungs- und Beobachtungsfokus, der auch innerhalb einer (transparenten) Probe liegen kann.

Probenschicht auf der nachgeschalteten Lochblende. Diese selektiert in diesem Bild einen kleinen Bereich, den sie zum Detektor passieren lässt. Dies ist genau der Bereich, auf den die Anregungslichtquelle fokussiert wurde.

Man erkennt hier eine weitere Eigenschaft des konfokalen Mikroskops: seine kleine Tiefenschärfe. Die räumliche Selektion durch die Blende funktioniert nicht nur lateral innerhalb der Abbildungsebene, sie wirkt auch entlang des Lichtbündels. Wie an den gestrichelten Linien in Abb. II.1 erkennbar, kann auch Licht aus höheren oder tieferen Probenschichten als der gerade fokussierten die Lochblende nicht (oder höchstens zu einem sehr geringen Teil) passieren.

Diesen Effekt nutzt man bei transparenten (zum Beispiel biologischen) Proben aus, indem man nicht nur lateral, sondern auch tiefenaufgelöste Scans erzeugt, die dann zu einem dreidimensionalen Bild, z.B. einer Zelle zusammengesetzt werden. Für materialwissenschaftliche Untersuchungen kann diese Eigenschaft allerdings auch nachteilig sein, da man es häufig mit stark absorbierenden Proben zu tun hat. In so einem Fall, wie er z.B. auch bei der Anregung von GaN-Proben über der Bandkante vorliegt, ist es nur möglich die Oberfläche zu untersuchen. Wenn diese nicht eben oder auch nur etwas verkippt ist, muss der Mikroskopfokus der Oberfläche möglichst genau nachgeführt werden, da ansonsten auch die laterale Auflösung leidet.

1.2 Theoretische Auflösungsgrenzen

Die theoretische Obergrenze für die erreichbare räumliche Auflösung eines konfokalen Mikroskops wird hauptsächlich durch das verwendete Objektiv vorgegeben. Die entscheidende Kenngröße hierbei ist die Numerische Apertur (NA). Sie ist definiert als

$$NA = n \sin \vartheta, \quad (\text{II.1.1})$$

mit dem Brechungsindex n des Mediums zwischen Probe und Objektiv und ϑ , dem halben Öffnungswinkel, unter dem Licht in das Objektiv tritt. Die NA kann auf geometrischem Wege nicht größer als 1 werden, dennoch ist es möglich durch Verwendung von optischen Medien mit hohem Brechungsindex n zwischen Objekt und Objektiv (z.B. bei Ölimmersions-Mikroskopobjektiven) eine $NA > 1$ zu erreichen. Eine Numerische Apertur wird oft auch als Kenngröße für den Akzeptanzwinkel von optischen Elementen und Geräten (Glasfasern, Linsen, Monochromatoren,...) angegeben.

Je höher die NA eines Objektivs, desto größer ist die theoretisch maximal erreichbare laterale Auflösung R des Mikroskops

$$R = a \frac{\lambda}{NA},$$

mit der Wellenlänge λ des verwendeten Lichts. Die Literaturangaben für den Vorfaktor a weichen je nach dem verwendeten Kriterium für „Auflösung“ leicht voneinander ab.

Eine inkohärent strahlende Punktquelle erzeugt durch Beugung an der beschränkten Eintrittsöffnung des Objektivs im beobachteten Bild ein Beugungsscheibchen (Airy Disk). Zwei Punktquellen sind erst dann voneinander unterscheidbar, wenn das erste Minimum der einen Airy Disk mit dem Maximum der anderen zusammenfällt (Rayleigh-Kriterium, [Bergmann1987, Born1999]). Nach diesem Kriterium ergibt sich $a = 0,61$. Ein vom Objektiv fokussiertes, kohärentes Gauß-Lichtbündel (Laser) erzeugt andererseits im Fokus eine Intensitätsverteilung, die, nimmt man einen radialen $1/e^2$ -Intensitätsabfall als Kriterium für die Auflösung, ein $a = 0,64$ zur Folge hat [O'Shea1985].

Die Werte für a liegen sehr nahe beieinander, und da es sich hierbei nur um eine Abschätzung der Auflösung handelt, soll $a = 0,64$ verwendet werden, also

$$R = 0,64 \frac{\lambda}{NA}. \quad (\text{II.1.2})$$

Für die in dieser Arbeit zur Anregung hauptsächlich genutzte Wellenlänge ($\lambda_{\text{ex}} = 334 \text{ nm}$) und das verwendete (Spiegel-)Objektiv mit $NA = 0,65$ bedeutet das beispielsweise $R = 0,33 \text{ }\mu\text{m}$.

Auch die Tiefenschärfe (Auflösung R_z entlang der optischen (z -)Achse) kann aufgrund der NA des Objektivs abgeschätzt werden: Ein Lichtbündel wird durch eine Blende auf den Durchmesser $2r$ eingengt und passiert eine Linse der Brennweite f . Um den Fokuspunkt (maximale Intensität) ergibt sich ein um die optische Achse radial- und an der Ebene senkrecht dazu spiegelsymmetrisches Beugungsmuster. In der Fokalebene entspricht dieses Beugungsmuster der Airy-Disk. Das Muster entlang der optischen Achse weist (bei $n = 1$ im Vakuum) sein erstes Minimum in einer Entfernung von

$$\Delta z = 2\lambda \left(\frac{f}{r} \right)^2$$

auf [Born1999]. Mit Gleichung II.1.1 erhält man ($n = 1$)

$$\arcsin(NA) = \vartheta = \arctan \left(\frac{r}{f} \right).$$

Der Fokusbereich und damit die Auflösung R_z ist dann gegeben durch

$$R_z = 2 \Delta z = 4\lambda \{\tan(\arcsin(\text{NA}))\}^{-2}.$$

Mit Werten für Wellenlänge und NA analog zum Beispiel für die räumliche Auflösung ergibt sich

$$R_z = 1,8 \mu\text{m}.$$

Wie schon angedeutet sind diese Abschätzungen untere Grenzen. In der Realität verhindern Linsenfehler und Justiergenauigkeit das Erreichen der maximal möglichen optischen Auflösung. Die Hauptfehlerquellen sind sphärische Aberrationen³ an den optischen Komponenten. Bei polychromatischem Licht, das einen großen Wellenlängenbereich überstreicht (wie es von GaN bei Anregung über die Bandkante emittiert wird), kommt zum Teil noch erhebliche chromatische Aberration⁴ hinzu.

2 Mikro-Photolumineszenz-Messungen

Dieser Abschnitt widmet sich dem Messplatz, der den in dieser Arbeit vorgestellten Ergebnissen zugrunde liegt. Die konkrete Umsetzung des konfokalen Prinzips sowie die erreichten Leistungsdaten werden vorgestellt. Auf die verwendeten optischen Komponenten und Geräte wird nur soweit eingegangen, wie es das Verständnis des Messaufbaus erfordert. Eine vollständige und detaillierte Auflistung aller optischen Komponenten, die technischen Daten der Geräte sowie Beschreibungen der technischen Details finden sich im Anhang B.

2.1 Messaufbau

Abbildung II.2 zeigt eine Schemazeichnung des konfokalen Mikroskops. Die zu untersuchende Probe wird entweder auf einem geeigneten Raumtemperaturprobenhalter (z.B. Vakuumsaugung, hier nicht gezeigt) oder für Tieftemperaturmessungen in einem Mikroskopkryostaten montiert. Zur Abrasterung wird die Probe samt Halter bzw. Kryostat unter dem Mikroskop von einem Nanopositioniertisch computergesteuert verfahren. Als Anregungslichtquelle dient ein (durch die Linsen L1 und L2 aufgeweiteter) Argon-Ionen-Laser, der Licht einer Wellenlänge von $\lambda_{\text{ex}} \approx 334 \text{ nm}$ emittiert, das GaN über die Bandkante anregen kann (siehe Abschnitt I.1.3). Durch Filter wird die Laserleistung angepasst und störende Plasmalinen⁵ aus dem Laserlicht entfernt. Der Laserstrahl wird auf der Probe vom Mikroskopobjektiv zu einem Fokus von weniger als $1 \mu\text{m}$ Durchmesser gebündelt und das emittierte Licht vom

³Linsen bündeln verschiedene Lichtstrahlen nicht am selben Fokus.

⁴Die Brechkraft von Linsen ist für kurzwelliges Licht größer als für langwelliges Licht. In komplizierteren Optiken (Mikroskopobjektive) kann die Brechkraft sehr stark mit der Wellenlänge variieren.

⁵Ein Argon-Ionen-Laser hat, wie alle Gaslaser eine Vielzahl von Spektrallinien, auf denen er emittieren kann. Auch wenn er, wie in diesem Fall auf eine feste Linie eingestellt wurde, emittiert er (zwar um Größenordnungen schwächer, aber für die PL-Auswertung störend) auch auf allen anderen Linien unkohärentes Licht, die sog. „Plasmalinen“.

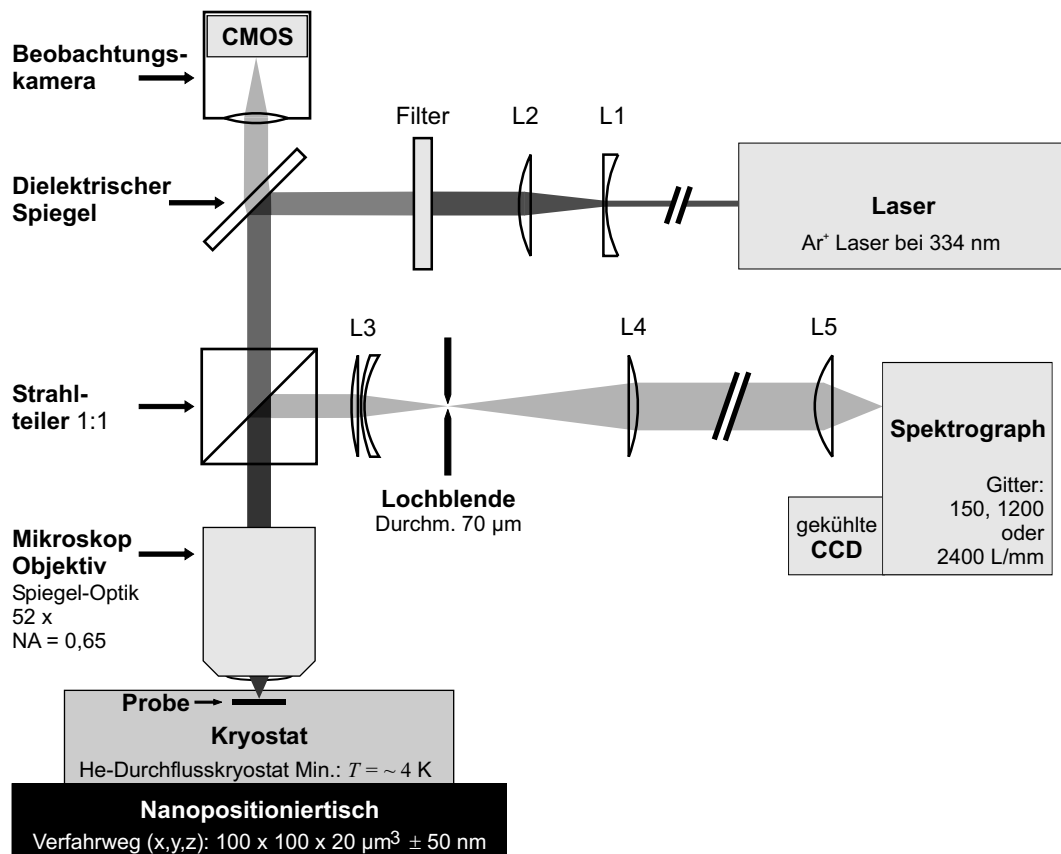


Abbildung II.2: Schematische Darstellung des Mikro-Photolumineszenz-Messplatzes.

Objektiv wieder gesammelt. Um das von der Probe kommende Licht aus dem Strahlengang auszukoppeln wird ein 1:1 Strahlteiler verwendet. Der Strahlteiler führt einerseits dazu, dass die Hälfte des Anregungslichtes verloren geht (hier nicht eingezeichnet), was aber keinen großen Nachteil darstellt, da ausreichend Laserleistung vorhanden ist, andererseits teilt er aber auch das Probenlicht in zwei Strahlengänge auf.

Der (hier nach rechts) ausgekoppelte Anteil wird von einer Linse (L3) auf eine Lochblende⁶ gebündelt. In der Ebene der Lochblende entsteht ein reelles Bild der Probe. Die Blende selektiert daraus das Licht, das vom Anregungsfleck des Lasers stammt und lässt nur dieses passieren. Über zwei Linsen (L4 und L5) wird es unter dem passenden Öffnungswinkel (durch die NA des Spektrographen vorgegeben, siehe Gl. II.1.1) auf den Eintrittsspalt des Spektrographen fokussiert. Das Probenlicht wird mittels eines Beugungsgitters in seine spektralen Komponenten aufgespalten und von einer stickstoffgekühlten CCD-Kamera detektiert.

Das den Strahlteiler unabgelenkt passierende Probenlicht wird von einem, das Laserlicht selektiv reflektierenden, dielektrischen Spiegel vom Laserstrahlengang separiert, passiert diesen Spiegel also unabgelenkt und wird einer einfachen CMOS-Kamera zugeführt. Diese Kamera eignet sich hervorragend als Justierhilfe und kann auch während einer Messung als Beobachtungskamera eingesetzt werden.

⁶engl.: Pinhole

3 Erreichbare Auflösung

Was letztendlich für die Bewertung der präsentierten Ergebnisse wichtig ist und die Leistungsfähigkeit des μ PL-Messplatzes ausmacht, ist seine hohe räumliche und spektrale Auflösung. Um diese zu charakterisieren, wurden Testmessungen durchgeführt, die eine quantitative Aussage über die Leistungsdaten ermöglichen.

3.1 Räumliches Auflösungsvermögen

Zur Bestimmung des räumlichen Auflösungsvermögens wurden xz -Scans an einer Pendeo-Probe (siehe Abschnitt I.3.2), wie in Abbildung II.3a gezeigt, sowohl mit dem Spiegelobjektiv, als auch mit dem Linsenobjektiv durchgeführt. Wenn die Flügel solcher Proben, wie in diesem Fall, noch nicht zusammen gewachsen sind, weisen sie sehr scharfe, fast senkrechte Kanten auf, die einen guten Kontrast in der μ PL liefern.

Die integrierten, bandkantennahen PL-Intensitäten beider Scans sind in Abb. II.3b und c dargestellt. Da die Eindringtiefe des Laserlichtes nur wenige 100 nm beträgt, kann man davon ausgehen, dass unabhängig vom Messverfahren nur die oberste Probenschicht leuchtet, die gegenüber der Auflösung des Mikroskops als vernachlässigbar klein angenommen werden kann. Wie man hier schon gut erkennen kann, ist die Schärfentiefe des Spiegelobjektivs wesentlich geringer als die des Linsenobjektivs. In Abbildung II.3d und e ist dies nochmals durch vertikale Schnitte an verschiedenen Stellen quantifiziert. Die Halbwertsbreite dieser Schnitte ist ein Maß für die Auflösung der Mikroskopobjektive in z -Richtung:

$$R_z(\text{Spiegelobjektiv}) = 2,4 \pm 0,3 \mu\text{m} \quad \text{und} \quad R_z(\text{Linsenobjektiv}) = 7,4 \pm 0,4 \mu\text{m}.$$

Diese Werte sind deutlich größer als die theoretisch erwarteten von $R_z = 1,8 \mu\text{m}$ (Spiegelobjektiv) bzw. $R_z = 2,4 \mu\text{m}$ (Linsenobjektiv). Dies lässt sich aber durch die sphärischen Aberrationen der Objektive und vor allem der verwendeten Linsen erklären. Die Tatsache, dass trotz ähnlicher NA das Spiegelobjektiv eine um einen Faktor 3 geringere Schärfentiefe als das Linsenobjektiv hat, ist schon durch rein geometrische Überlegungen zu erklären. Bei der Abbildung des Spiegelobjektivs fehlt das zentrale Lichtbündel, das durch den Fangspiegel herausgeschnitten wird. Der „Fokusanteil“, den dieses Lichtbündel erzeugt, weist die größte Unabhängigkeit von der Tiefe auf. Das Licht aus dem Spiegelobjektiv besitzt also keine Anteile, die annähernd senkrecht auf die Probe treffen, sondern alle Lichtstrahlen vereinigen sich zwar im Brennpunkt, aber unter einem so großen Winkel, dass eine starke Tiefensensitivität entsteht.

Die laterale Auflösung lässt sich ebenfalls aus den Scans herauslesen. Abbildungen II.3f und g zeigen an ausgewählten Stellen horizontale Schnitte in den (z -)Höhen größten Bildkontrastes durch die Scans. Es wurden jeweils die schärfsten Hell-Dunkel-Übergänge an den äußeren Kanten der Pendeo-Flügel im Scan ausgewählt. Für die Bestimmung der maximalen Auflösung ist es legitim, die besten Stellen auszuwählen, da z.B. manche Kanten schärfer sein können als andere oder die Fokushöhe jeweils nicht genau passend sein kann.

Für die konkrete Berechnung gibt es verschiedene Möglichkeiten. Hier soll das so

genannte 90/10-Kriterium angewandt werden. Das bedeutet, dass die Auflösung definiert ist als die Distanz, in der der Signalabfall zwischen Minimum und Maximum gerade die Werte 90% und 10 % durchschreitet. Aus Abbildungen II.3f und g lässt sich für die Objektive eine laterale Auflösung von

$$R(\text{Spiegelobjektiv}) \approx 0,4 \mu\text{m} \quad \text{und} \quad R(\text{Linsenobjektiv}) \approx 0,5 \mu\text{m}$$

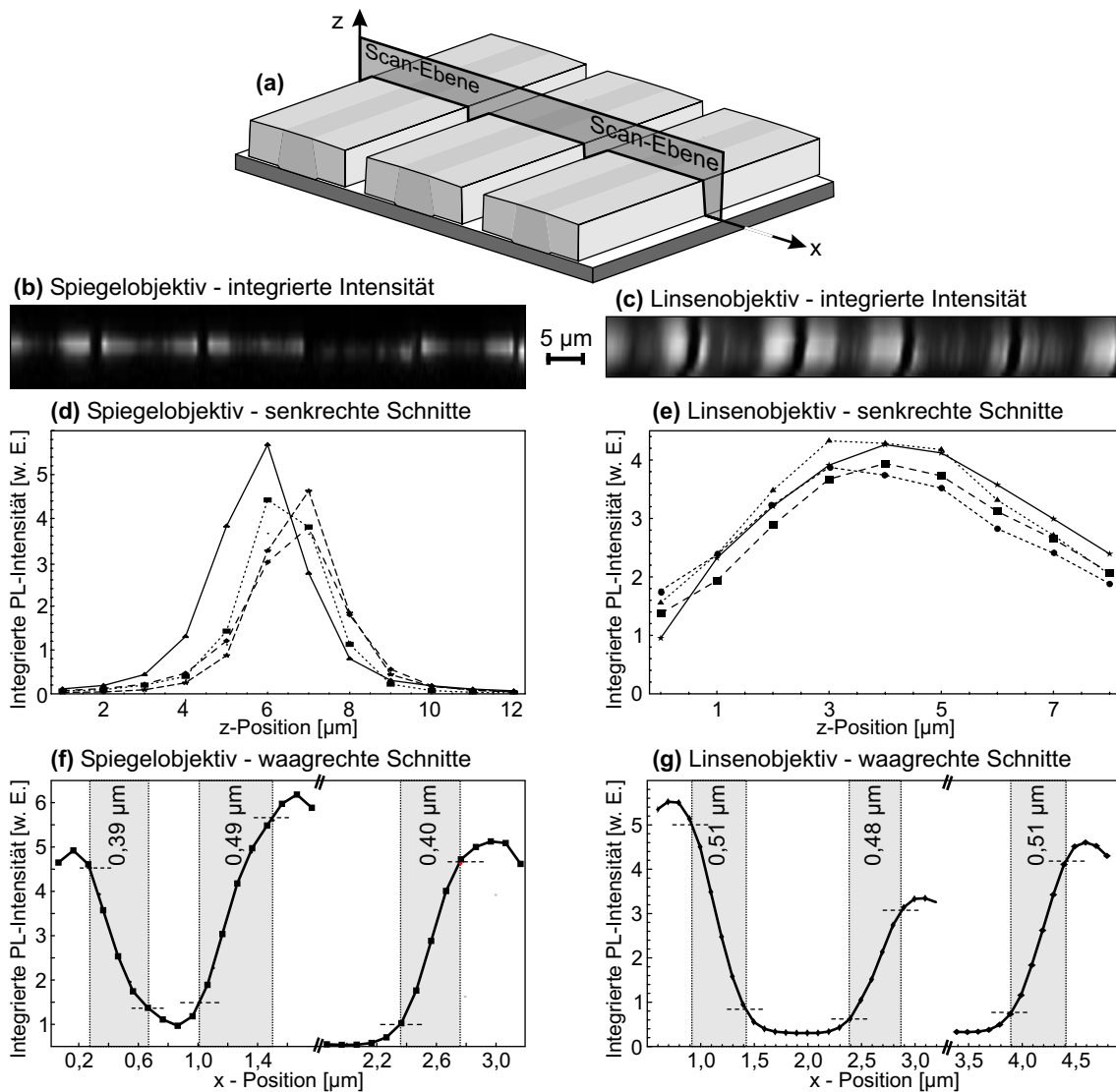
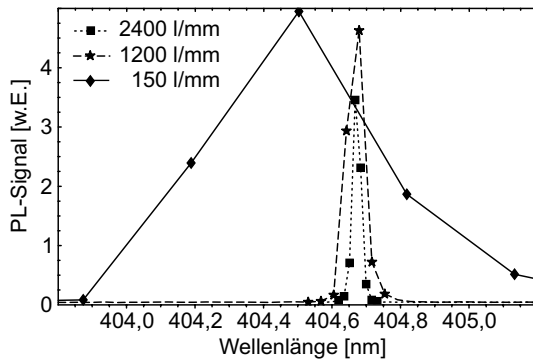


Abbildung II.3: Teil a ist eine schematische Darstellung einer Pendeco-Probe, in die die der Auflösungsbestimmung zugrunde gelegte Scan-Ebene eingezeichnet ist. Die in b und c gezeigten Graustufenbilder stellen die integrierte bandkantennahe Intensität dar (Graustufen auf „Bildminimum = schwarz“ und „Bildmaximum = weiß“ normiert), wie sie mit dem Spiegelobjektiv (b) und dem Linsenobjektiv (c) gemessen wurden ($\lambda_{\text{ex}} = 334 \text{ nm}$). Darunter sind für die beiden Objektive jeweils verschiedene vertikale Schnitte an verschiedenen Stellen (f, g) und horizontale Schnitte entlang der Linien höchsten Kontrastes (d, e) eingezeichnet. In Abbildungsteil d und e sind die Schwellen des 90/10-Kriteriums als horizontale gestrichelte Linien dargestellt und der resultierende, die Auflösung bestimmende Bereich grau hinterlegt. Die Zahlenwerte geben die jeweilige Breite an.

**Abbildung II.4:**

404,66 nm-Linie einer Quecksilberdampf-Lampe, aufgenommen mit dem im μ PL-Messplatz integrierten Spektrometer. Die drei gezeigten Spektrellinien wurden mit dem 150, 1200 bzw. 2400 Linien/mm-Gitter aufgenommen. Die Verbindungslinien der Messpunkte dienen nur der Übersicht.

ablesen. Auch diese Werte sind leicht höher als die für die Laserwellenlänge (334 nm) erwarteten $0,33 \mu\text{m}$ bzw. $0,36 \mu\text{m}$. Hier stimmen die Werte jedoch wesentlich besser überein als für die Auflösung entlang der optischen Achse.

3.2 Spektrales Auflösungsvermögen

Die spektrale Auflösung des Messaufbaus ist nicht nur durch die Auflösung des Spektrometers selbst bestimmt, sondern auch durch die Linsenordnungen davor. Falls z.B. der Akzeptanzwinkel (NA) des Spektrometers nicht voll ausgenutzt wird, leidet die Auflösung, weil dann nicht alle Linien des Beugungsgitters ausgeleuchtet werden. Daher wurde das Licht einer Quecksilberdampf-Lampe durch die Lochblende (Pinhole) des Aufbaus und die nachfolgenden Linsen (L4 und L5) auf den Eintrittsspalt des Spektrometers gebündelt. Die Breite der emittierten Spektrellinien ist so gering, dass sie im Vergleich zur Auflösung des Spektrometers nicht ins Gewicht fällt und als infinitesimal schmal angesehen werden kann. Was man (abhängig vom verwendeten Gitter und bei kleinstmöglichem Eintrittsspalt) an der CCD-Kamera des Spektrometers beobachtet, ist also die durch die Geräteauflösung gegebene Linienbreite.

Abbildung II.4 zeigt für die drei Gitter (150, 1200 und 2400 Linien/mm, siehe Anhang B) des im μ PL-Messplatz integrierten Spektrometers eine solche Spektrallinie. Man erkennt, dass für das feinste Gitter auch die Auflösung der CCD-Kamera ein limitierender Faktor ist. Die Linie besteht nur noch aus wenigen Messpunkten. Dieses Gitter wurde für die vorliegende Arbeit verwendet. Wie man Tabelle II.1

Gitter [Linien/mm]	spektr. Breite [nm]	spektrale Auflösung	
		[nm]	[meV]
150	300	6,3	47
1200	40	0,074	0,56
2400	20	0,032	0,24

Tabelle II.1: Für die drei zur Verfügung stehenden Beugungsgitter wurde der auf einmal erfassbare Spektralbereich sowie das jeweilige Auflösungsvermögen (Halbwertsbreite der gemessenen Spektrellinien) zusammengefasst. Die Auflösung bezieht sich auf die Testwellenlänge von 404,66 nm.

entnehmen kann, ist die erreichte spektrale Auflösung von 0,24 meV (Halbwertsbreite der gemessenen Linie) bei diesem Gitter noch wesentlich größer als die in Abschnitt III.1.1 detektierten Energieverschiebungen der PL-Spektren ($<0,1$ meV). Hier wird die Auflösung durch die Anpassung (Fit) einzelner Linien in ein relativ breites Spektrum erreicht. Die so gebildete „Summe“ vieler spektraler Messpunkte ergibt insgesamt einen genaueren Wert.

4 Benutzte Software

Die in dieser Arbeit benutzte Messsoftware geht hauptsächlich auf das in der vorangegangenen Diplomarbeit [Gmeinwieser2002] entwickelte Paket in der graphischen Programmiersprache Delphi zurück. Im Laufe der Zeit wurden hauptsächlich kleine Fehler behoben und benutzerfreundlichere Erweiterungen hinzugefügt, sowie neue Messmethoden implementiert, wie die automatische oder halbautomatische Messung in Abhängigkeit von externen Parametern (Spannung, Temperatur) [Braun2005]. Mittlerweile wurde das Paket von Jörg Eehalt größtenteils überarbeitet, weiterentwickelt oder neu programmiert, um eine größere Benutzerfreundlichkeit zu erzielen und ein noch größeres Anwendungsspektrum abzudecken. Hierbei wurde auch eine leistungsfähige Auswertesoftware mitentwickelt, die die von Harald Hajak geschriebene LabView-Routine ersetzt [Hajak2003].

Zur Auswertung sowie zur Erstellung von Grafiken wurde fast ausschließlich das Softwarepaket Mathematica^(R) von Wolfram Research, Inc. benutzt. Dieses Paket bietet eine große Vielfalt an Möglichkeiten, die es erlauben die Auswerterroutinen schnell und flexibel an neue Fragestellungen anzupassen. Im Laufe der Zeit wurde ein solider Grundstock an Routinen aufgebaut, der die weitgehend automatisierte Auswertung der Messdaten ermöglicht. Auch kleinere Simulationen und numerische Berechnungen wurden mit Mathematica durchgeführt.

Kapitel III

Untersuchungen an Versetzungen mittels konfokaler Spektroskopie

Die Untersuchung einzelner Versetzungen in Galliumnitrid war bis vor wenigen Jahren eine Domäne höchstauflösender Methoden wie Transmissions-Elektronenmikroskopie, Rasterkraftmikroskopie oder Kathodolumineszenz. Durch Epitaxie auf Fremdsubstraten (siehe Kapitel I.3.1) erhält man typische Defektdichten von 10^9 cm^{-2} bis 10^{10} cm^{-2} , was einem mittleren Abstand von 10 nm bis 100 nm entspricht. Dies liegt weit unter der Auflösung eines konfokalen Mikroskops ($0,5 \mu\text{m}$ bis $1 \mu\text{m}$, siehe Abschnitt II.3). Die Defekte verschmieren in der Mikro-Photolumineszenz (μPL) zu einem körnigen Untergrund. Die mittlerweile verfügbaren freitragenden GaN-Substrate für Homoepitaxie mit Defektdichten von 10^6 bis 10^7 cm^{-2} bieten nun die Möglichkeit, einzelne Defekte auch mittels μPL zu untersuchen, was einen Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit darstellt.

1 Einzelne Versetzungen in Bulk-GaN

Die konfokale Mikroskopie kann bei der Untersuchung von freistehenden GaN-Substraten (im Folgenden auch als Bulk-GaN bezeichnet) einige Vorteile ausspielen, die sie gegenüber den etablierten Methoden zur Untersuchung einzelner Defekte interessant werden lassen. Der relativ unkomplizierte und im Vergleich zu anderen Methoden auch preisgünstige Aufbau ermöglicht es, ganze Wafer großflächig, einfach und vor allem zerstörungsfrei bereits bei Raumtemperatur zu charakterisieren. Dabei büßen die Substrate nichts von ihren Eigenschaften ein und können sofort weiter epitaxiert werden. Die Tieftemperatur-Analyse von Waferbruchstücken erlaubt zudem Aussagen über die Dotierung (Abschnitt I.1.3), Verspannung (Abschnitt I.2.1.3), Versetzungsdichte und sogar den Burgersvektor von Versetzungen (Abschnitt III.2).

Für die Untersuchungen in dieser Arbeit werden verschiedene freistehende GaN-Substrate (siehe I.3.3), nummeriert von 1 bis 5, genutzt (Nomenklatur: Bulk 1, ..., Bulk 5). Details zu den Proben sind auf Seite 112 zusammengefasst.

1.1 Spektroskopie an Versetzungen

Versetzungen sind Zentren nichtstrahlender Rekombination (siehe Abschnitt I.2.2.2, Seite 32) und somit in einem PL-Experiment sichtbar. Abbildung III.1a demonstriert, dass bereits bei Raumtemperatur die Versetzungen deutlich als Bereiche

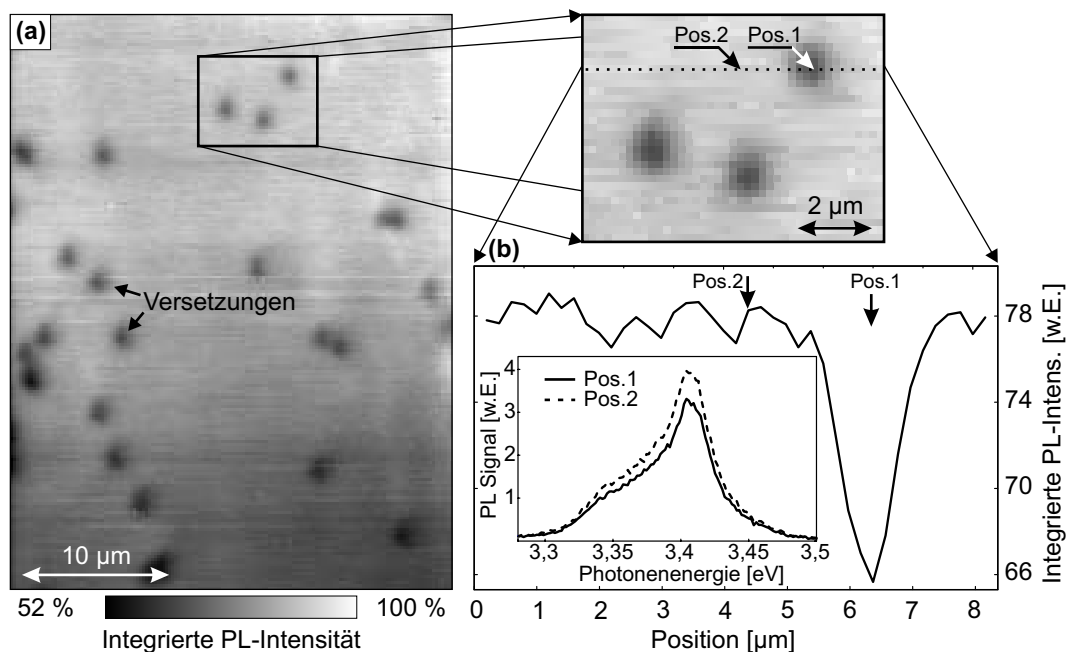
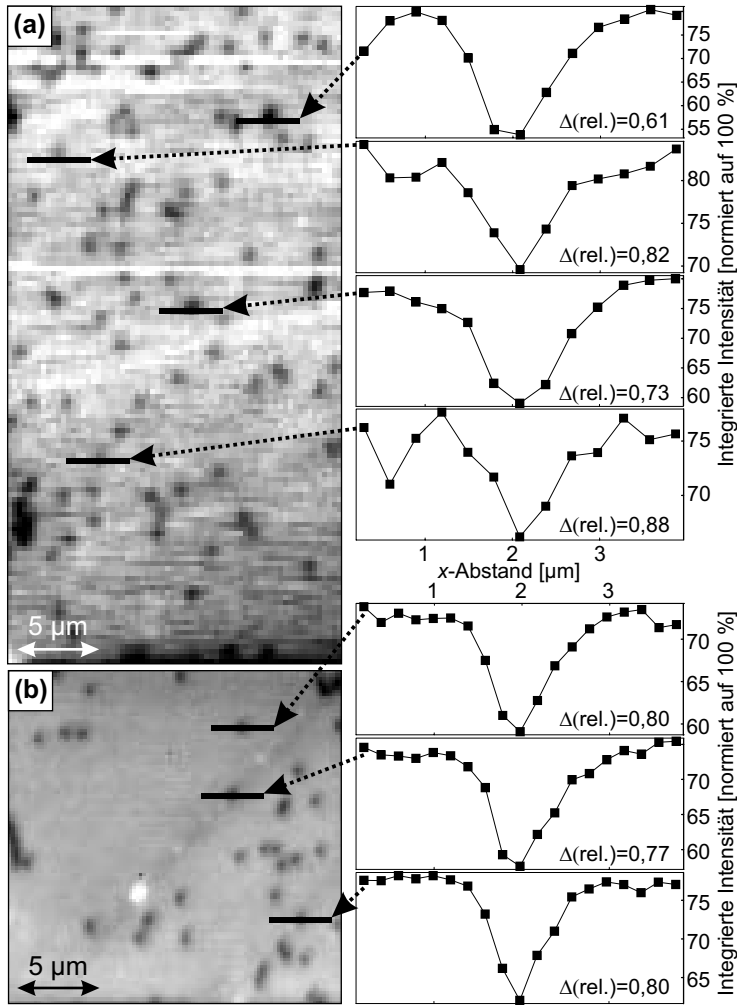


Abbildung III.1: Bildteil a zeigt einen Raumtemperatur-Oberflächenscan an Probe Bulk 1 mit $\lambda_{ex} = 334$ nm. Die integrierte bandkantennahe Intensität ist in Graustufen kodiert. In b wird ein Schnitt durch das Intensitätsprofil entlang der gestrichelten Linie gezeigt. Für zwei ausgezeichnete Punkte (Pos.1, Zentrum einer Versetzung, und Pos.2, Bereich ohne Versetzung) ist das zugehörige Spektrum im eingesetzten Teilgraph aufgetragen.

**Abbildung III.2:**

Oberflächen-scan an Probe Bulk 2 mit $\lambda_{ex} = 334$ nm bei (a) Tieftemperatur (6 K) und Raumtemperatur (b). In Graustufen ist die integrierte bandkantennahe Intensität kodiert. Die Graphen rechts zeigen exemplarisch Profil-Schnitte durch einzelne Defekte. 100% entsprechen dabei der hellsten Stelle im jeweiligen Bild, 0% dem Dunkelrauschen. Zu den einzelnen Graphen wurde der relative Intensitätsabfall $\Delta(\text{rel.})$ zwischen Zentrum und Rand des Defektes angegeben. Die horizontalen Streifen im Tieftemperaturbild a sind Artefakte der Messung, die auch in Abbildungsteil b auftreten, hier jedoch durch Abziehen des Dunkelrauschens eliminiert werden konnten.

reduzierter bandkantennaher Emission zu erkennen sind. Ihre Dichte kann leicht durch Auszählen ermittelt werden. Zum Beispiel befinden sich in Abb. III.1a ca. 24 Flecken auf einer Fläche von $30 \times 40 \mu\text{m}^2$. Die sich ergebende Defektdichte von $(2,0 + 0,2) \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$ passt zu den Spezifikationen des Herstellers ($< 10^7 \text{ cm}^{-2}$). Die Größe der dunklen Bereiche ist dabei nicht durch den Einfangquerschnitt der Versetzung von — je nach Quelle — weniger als 50 bis 250 nm (Kapitel I.2.2.2, Seite 32) bestimmt, sondern spiegelt in erster Linie die Auflösung des Mikroskops wider (siehe Kapitel II.3). Insgesamt ergibt sich für die dunklen Bereiche eine Halbwertsbreite¹ von ca. $1 \mu\text{m}$ (siehe exemplarisch Schnitt durch Pos. 1 in Abbildung III.1b). Daher kommt auch die Ungenauigkeit der ermittelten Defektdichte, die im ausgezählten Bereich aufgrund von Form und Intensitätsabnahme der dunklen Bereiche mit zwei eventuell zusammenfallenden Versetzungen geschätzt wurde ($(2,0 + 0,2) \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$). Hier könnte eine genauere Auswertung der Intensitätsabnahme eine Erhöhung der Zählgenauigkeit bringen, da zwei zusammenfallende Versetzungen — integriert über die Fläche — dunkler als eine einzelne sein sollten. Die Intensitätsabnahme der PL im Zentrum einer Versetzung ist mit keiner erkennbaren Änderung der — wie bei Raumtemperatur üblich — sehr breiten Linienform verbunden, wie man anhand der Spektren an Pos. 1 und Pos. 2 erkennen kann.

¹FWHM; engl.: full width at half maximum

In Abbildung III.2 werden Raumtemperatur- (a) und Tieftemperaturscan (b) von Probe Bulk 2 einander gegenüber gestellt. In beiden Fällen treten die Defekte als dunkle Stellen hervor. Die Defektdichte ist im Rahmen der Messgenauigkeit identisch $[(1, 1 + 0, 2) \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ in Abb. III.2a und $(1, 0 + 0, 1) \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ in III.2b]. Auch hier stimmt der Wert gut mit den Herstellerangaben für die Versetzungsdichte (mittlerer 10^7 cm^{-2} -Bereich) überein, unterscheidet sich jedoch deutlich von Probe Bulk 1.

Im rechten Teil der Abbildung sind Schnitte durch einzelne Defekte dargestellt. Die Defekte haben sowohl bei Raumtemperatur als auch bei Tieftemperatur in etwa die gleiche Ausdehnung von ca. $1 \mu\text{m}$, wie sie auch in Abb. III.1b zu sehen ist. Im direkten Vergleich scheinen allerdings die Defekte bei Tieftemperatur leicht größer zu sein als die bei Raumtemperatur, was wegen der erhöhten Ladungsträgerdiffusionslänge im Tieftemperaturfall auch zu erwarten ist. Da die Auflösung des Mikroskops aber auch stark von der jeweiligen Justierung auf die Probe abhängt, die jedes Mal erneut durchgeführt werden muss, kann dazu keine definitive Aussage gemacht werden.

Im Zentrum eines Defektes ist die bandkantennahe PL gegenüber der Umgebung nicht komplett verschwunden, sondern – auflösungsbedingt verschmiert (s.o.) – nur um Werte zwischen 10 % und 50 % reduziert. Typische Werte liegen zwischen 20 % und 30 %.

In Abbildung III.3a ist ein direkter Vergleich zwischen typischen bandkantennahen Raum- und Tieftemperaturspektren von Probe Bulk 2 zu sehen. Bei tiefer Temperatur treten deutlich die an Donatoren (D^0X) und Akzeptoren (A^0X) gebundenen Exzitonen als dominierende, intensive Linien hervor. Bei Raumtemperatur sieht man das übliche, ins Rote verschobene, breite Spektrum des Elektron–Loch–Gases (siehe Kapitel I.1.3). Die Spektren sind zwar unter im Prinzip identischen Bedingungen aufgenommen worden, durch die empfindliche Justierung jedoch nicht direkt miteinander vergleichbar. Dennoch geben sie die Intensitätsverhältnisse in etwa wieder.

Abbildung III.3b zeigt das Tieftemperaturspektrum vergrößert. Die D^0X -Linie ist mit 2 meV FWHM auch für eine undotierte GaN-Probe außerordentlich schmal.

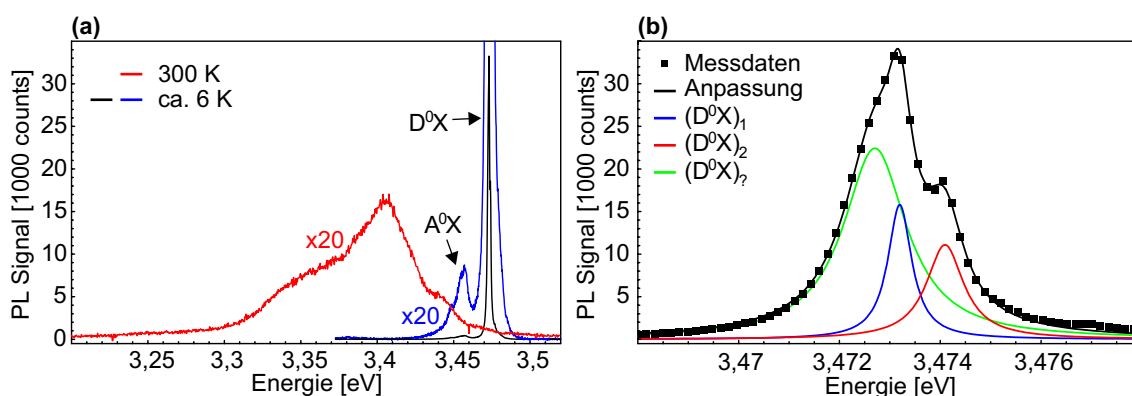


Abbildung III.3: In Bildteil a sind die Tief- und Raumtemperaturspektren von Probe Bulk 2 einander qualitativ gegenübergestellt ($\lambda_{ex} = 334 \text{ nm}$). Die Intensitäten sind nicht direkt miteinander vergleichbar, geben aber in etwa die Intensitätsverhältnisse wieder. In Teil b ist die D^0X -Emission aus a vergrößert dargestellt und es wurden drei Lorentz-Linien $[(D^0X)_1, (D^0X)_2 \text{ und } (D^0X)_3]$ an das Spektrum angepasst.

Sie kann durch eine Kombination aus drei Lorentz-Linien sehr gut angenähert werden. Führt man diesen Fit für jeden Punkt des Scans in Abbildung III.3a durch, so erhält man im Mittel die folgenden Linienpositionen: 3472,70 meV, 3473,24 meV und 3474,14 meV. Durch die vor allem bei Heteroepitaxie üblichen, aber auch beim Wachstum von Bulk-GaN in abgeschwächter Form vorhandenen, unterschiedlichen Grundverspannungen des Materials ist es nicht möglich, absolute Energien für einzelne exzitonische Spektrallinien festzulegen. Man kann sich aber der Relativposition der Linien zueinander bedienen, wobei die absolute Position natürlich Hinweise für die Einordnung liefern kann. Peter Gottfriedsen hat dieses Verfahren in seiner Diplomarbeit ([Gottfriedsen2004], Kapitel IV.2, Seite 62ff) bereits auf GaN-Bulk Proben angewendet und mit verschiedenen Literaturangaben abgeglichen. Aufgrund dieser Ergebnisse können die letzten beiden Linien anhand ihres Abstandes von 0,9 meV dem $(D^0X)_1$ bzw. $(D^0X)_2$ zugeordnet werden (Originalzitate hierzu in [Mayer1997, Thonke2000]). Für die Linie bei 3472,72 meV findet sich in der Literatur keine gute Entsprechung, aufgrund ihrer energetischen Lage ist sie aber auch einer D^0X -Emission zuzuordnen [$(D^0X)_?$].

Eine Übersicht aller durch die Anpassung von Lorentz-Linien in einem Bereich der Probenoberfläche von Probe Bulk 2 gewonnenen Informationen ist in Abb. III.4 zusammengestellt. Die Auftragung bezieht sich zur besseren Vergleichbarkeit größtenteils auf Relativwerte. Einige Absolutwerte sind, gemittelt über die einzelnen Ausschnitte, gesondert in Tabelle III.1 aufgeführt. Abbildung III.5 zeigt den linken oberen Defekt aus Abb.III.4 (genauer s.u.) als Ausschnittsvergrößerung. Dass der Fit größtenteils sehr verlässliche Ergebnisse liefert, sieht man schon daran, dass sich bei einem direkten Vergleich der integrierten bandkantennahen Intensität (jeweils 1. Spalte 2. Grafik von links) mit der Summe der Integrale über die drei einzelnen Spektrallinien (jeweils 1. Grafik von links) fast identische Intensitätsverteilungen ergeben, bis hin zur identischen Variationsbreite (100 % bis 66 % in Abb. III.4 bzw. 77 % in Abb. III.5). Sehr gut kann man in den Intensitäts-Grafiken die durch die Oberfläche tretenden Versetzungslinien als dunkle Flecken ausmachen. Dieses Muster findet sich nahezu identisch in der Peakhöhe der einzelnen Versetzungen wieder. Vergleicht man die Peakhöhe der einzelnen Spektrallinien (2. bis 4. Zeile, 2. Spalte) mit den Linienbreiten (3. Spalte), so zeigt sich eine eindeutige Übereinstimmung. Am Ort jeder Versetzung nimmt die Linienbreite zu. Aus Peakhöhe und Linienbreite errechnet sich die Intensität pro Lorentz-Linie (1. Spalte). Für $(D^0X)_2$ und $(D^0X)_?$ ist auch hier eine eindeutige Intensitätsabnahme bei jeder Versetzung zu erkennen. Für $(D^0X)_1$ stimmt das nicht. Die Intensitätsabnahme dieser Linie wird durch eine starke Verbreiterung an manchen Stellen sogar überkompensiert, so dass Defekte hell erscheinen können. Da die $(D^0X)_1$ -Linie sehr schmal ist und zudem energetisch

	Intensität [w.E.]	Höhe [w.E.]	FWHM	Position
Erstes Moment				3473,26 meV
$(D^0X)_1$	14	15	0,32 meV	3473,22 meV
$(D^0X)_2$	12	9	0,43 meV	3474,12 meV
$(D^0X)_?$	39	18	0,75 meV	3472,68 meV

Tabelle III.1: Durchschnittswerte der einzelnen Graphen in Abbildung III.4

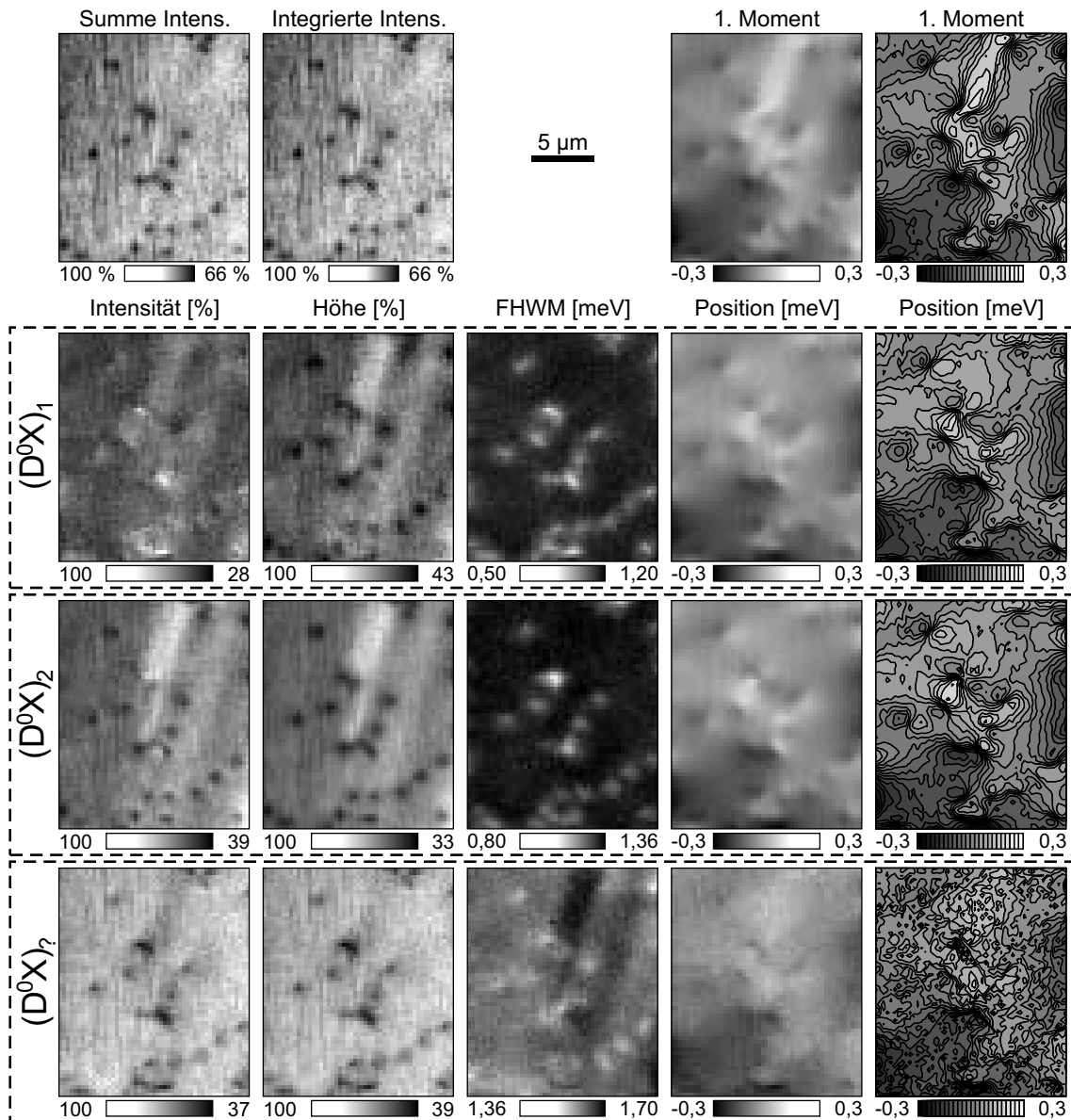


Abbildung III.4: Alle Abbildungsteile zeigen den selben Ausschnitt der Oberfläche von Probe Bulk 2. Der gezeigte Scan wurde bei $T \approx 6$ K und $\lambda_{ex} = 334$ nm durchgeführt. In der ersten Zeile sind die Summe der (integrierten) Intensitäten der drei an jedem Punkt gefitteten Spektrallinien (aus Abb. III.3), die integrierte Intensität über das gesamte bandkanten nahe Spektrum (gleiche relative Skalierung) und das erste Moment des bandkanten nahe Spektrums aufgetragen. In den folgenden Zeilen ist für die drei Spektrallinien $(D^0X)_1$, $(D^0X)_2$ und $(D^0X)_3$ jeweils einzeln die Intensität, Peakhöhe, Linienbreite (FWHM) und -position aufgetragen. Dabei sind zur besseren Vergleichbarkeit Intensität und Peakhöhe pro Grafik auf einen Maximalwert normiert, die Linienbreite auf einen Minimalwert. Die Peakposition ist relativ zum Mittelwert über den gezeigten Ausschnitt angegeben und im Bereich von $\pm 0,3$ meV in Graustufen kodiert. Die Höhenliniengraphen dienen der Übersichtlichkeit, wobei jede Höhenlinie 0,025 meV entspricht. Die jeweiligen Mittelwerte über die gezeigten Ausschnitte sind gesondert in Tabelle III.1 zusammengestellt.

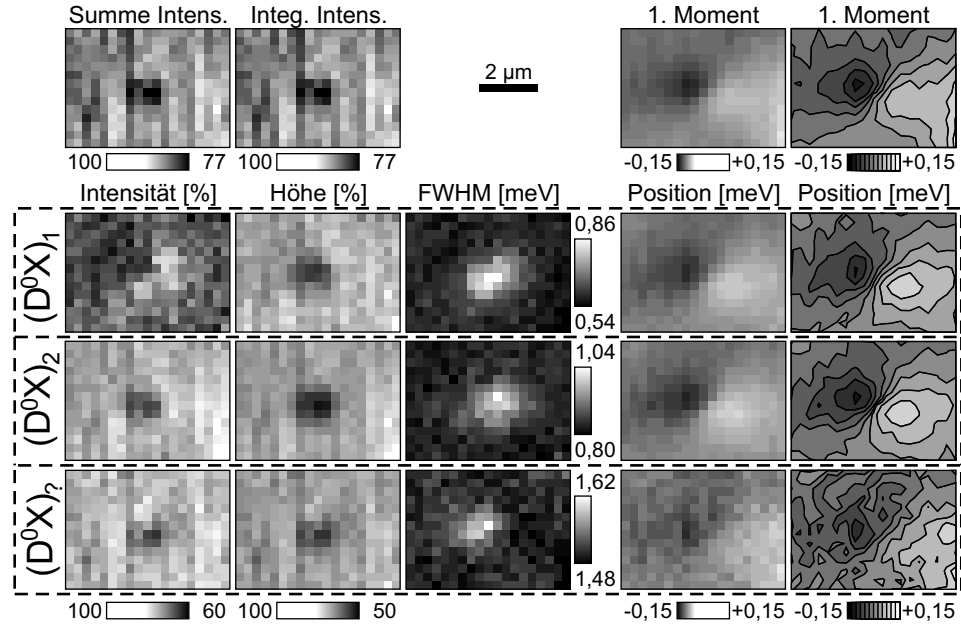


Abbildung III.5: Ausschnittsvergrößerung des linken oberen Defektes aus Abb. III.4. Die Darstellung ist analog zu dieser Abbildung.

zwischen den anderen beiden Linien liegt, kommt es zu Überlagerungen beim Fit, die einen Teil der Intensität der $(D^0X)_1$ den anderen Linien aufschlagen. Diese Ungenauigkeit ist jedoch für das Folgende unerheblich, da es hier vor allem auf die energetische Linienposition ankommt.

Die energetische Lage der drei D^0X -Linien aus Abbildung III.4 zeigt in der Nähe jeder Versetzung eine dipolartige, über mehrere Mikrometer beobachtbare Schwankung. Auf einer Seite der Versetzung sind die Spektrallinien gegenüber der Umgebung ins Rote verschoben, auf der anderen Seite blauverschoben. Dabei können sich die Verschiebungen bei benachbarten Versetzungen überlagern und gegenseitig verstärken oder auslöschen. Besonders gut ist dieser Dipol an der relativ frei stehenden — und daher ungestörten — Versetzung zu erkennen, die in Abb. III.5 dargestellt ist.

In Abbildung III.6 sind die Spektren und Energieverschiebungen entlang der Hauptachse des Dipols aufgetragen. Teil a zeigt sehr anschaulich, wie die Spektren — und damit auch die ermittelten Linienpositionen — einer leichten Schwankung um das Defektzentrum unterworfen sind. In Teil b sind die Änderungen für die drei D^0X -Linien zusammen mit dem ersten Moment (= Schwerpunkt, siehe Kapitel I.2.1.3) des bandkantennahen Spektrums aufgetragen. Man sieht, dass alle Linien im Rahmen der Messgenauigkeit den gleichen Kurvenverlauf haben und die gleiche Schwankungsbreite von ca. $\pm 0,1$ meV aufweisen. Dies gilt sowohl für das erste Moment als auch für die, wegen ihrer Breite stark verrauschte $(D^0X)_7$ -Linie (Abb. III.4 und III.5, jeweils Bilder rechts unten). Beim Vergleich der Energieverschiebungsmuster für das erste Moment und die D^0X -Linien in den Abbildungen III.4 und III.5 zeigt sich durchweg eine sehr gute, auch quantitative Übereinstimmung für alle Defekte (die Abbildungen sind in Bezug auf den Mittelwert jeweils identisch skaliert).

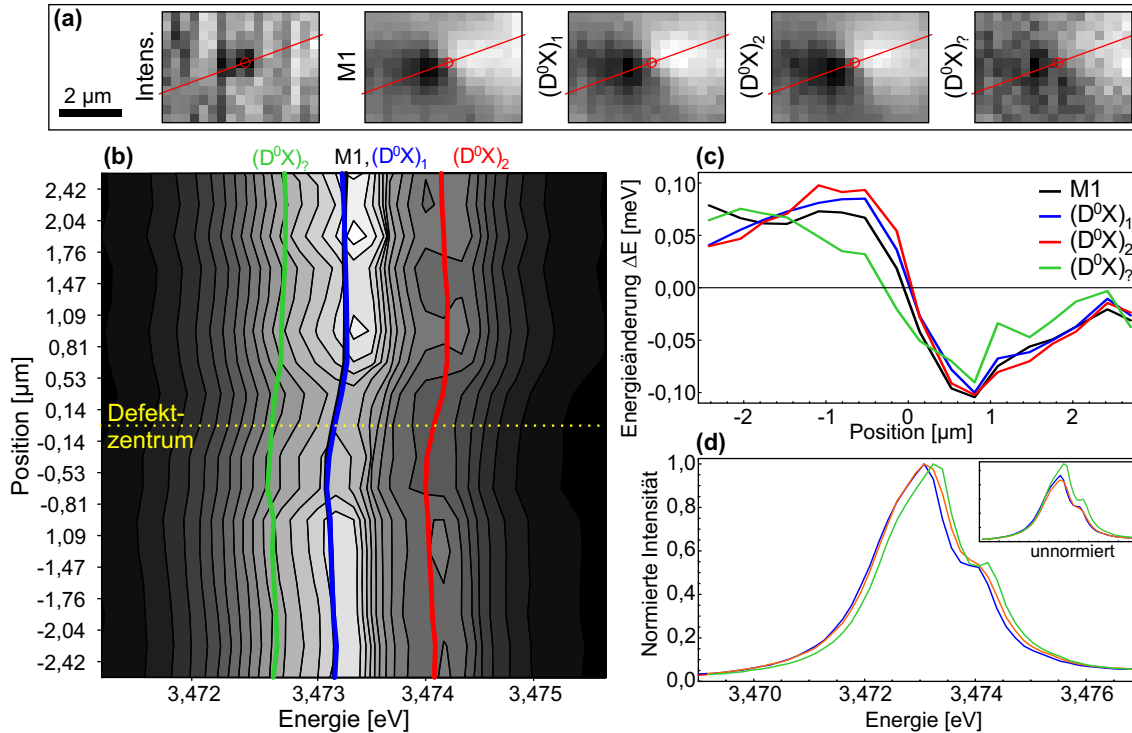


Abbildung III.6: In Teil a ist die integrierte Intensität, sowie die Änderung des ersten Moments (M_1) und der drei D^0X Linien des Defektes aus Abb. III.5 nochmals dargestellt. Die rote Linie markiert die Hauptachse des Energieverschiebungsdipols. Entlang dieser Achse wurden die bandkantennahen Spektren extrahiert und in Teil b als Höhenliniendiagramm dargestellt. Dabei sind die Spektren gemäß ihres Abstands vom Versetzungskern (rote Kreise in a) entlang der vertikalen Achse aufgetragen, entlang der horizontalen Achse läuft die Photonenenergie. Die farbigen Linien in b folgen dem energetischen Verlauf der einzelnen, gefitteten D^0X Linien [blau: $(D^0X)_1$; rot: $(D^0X)_2$ und grün: $(D^0X)_?$] bzw. dem ersten Moment M_1 (Schwerpunkt) der Spektren (schwarz, größtenteils von $(D^0X)_1$ -Linie verdeckt). Die Variationen ΔE der Linien ist in c nochmals aufgetragen. Teil d zeigt die tatsächliche Änderung der Spektren exemplarisch an den Punkten der stärksten Energieänderung (hellblau bzw. grün) und im Zentrum des Defektes (orange) auf gleiche Intensität normiert. Der Einsatzgraph gibt die tatsächlichen Intensitätsverhältnisse wieder.

Eine kleine Abweichung von der Uniformität zeigt sich in Abbildung III.4: Im gezeigten Ausschnitt zieht sich von der Mitte oben bis ins Zentrum des Bildes ein schmaler, ca. 3 μm breiter Streifen, in dem sowohl das erste Moment, die Linienbreite von $(D^0X)_?$ als auch die Intensitäten von $(D^0X)_1$ und $(D^0X)_2$ eine Abweichung gegenüber der Umgebung zeigen. Dies scheint aber kein Fehler in der Fitroutine zu sein, sondern eine reale Ursache zu haben, da derartiges schon auf mehreren Proben beobachtet wurde und diese Gebiete zusammenhängende, meist streifenförmige Muster bilden. Es könnte sich hierbei um lokale Änderungen der Dotierung handeln, die eine andere Gewichtung der verschiedenen D^0X -Linien zur Folge hätten (Siehe Kap.1.3).

Wie Abbildung III.6c schon demonstriert, lässt sich abschließend feststellen, dass in Bezug auf relative Änderungen der energetischen Position der bandkantennahen PL kaum ein Unterschied zwischen jeweils den einzelnen D^0X -Linien und dem

ersten Moment besteht. Daher wird im Folgenden für genaue Betrachtungen der Linienposition entweder exemplarisch die $(D^0X)_2$ -Linie oder das erste Moment M_1 herangezogen.

1.2 Korrelation von μ PL-Ergebnissen mit der Verspannung um Versetzungen

Ein Vergleich der Energieverschiebungsdipole aus den μ PL-Experimenten, wie sie in Abbildung III.5 exemplarisch gezeigt sind, mit der in Abbildung A.1 dargestellten hydrostatischen Verspannung $\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}$ um eine Stufenversetzung (Abb. A.1) deutet schon auf Verspannungen als Ursache der gemessenen Energieverschiebungen hin. Um die Verspannungen um Stufenversetzungen (oder gemischte Versetzungen mit Stufenanteil) eindeutig als Ursache der gemessenen Energieverschiebungsdipole zu identifizieren, sind jedoch noch weitere Überlegungen notwendig.

1.2.1 Räumliche Mittelung

Im Anhang A werden die Gitterverzerrungen hergeleitet, wie sie von einer perfekten Stufenversetzung ($\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$, $b = 0,3189$ nm) entlang der $\langle 0001 \rangle$ -Richtung in GaN erzeugt werden. Nach den so erhaltenen Gleichungen A.7 für ε_{ij} kann man mittels der bekannten Elastizitätskonstanten für GaN (Gl. I.2.7) und Gleichung I.2.13 mit den zugehörigen Deformationspotentialen (Gl. I.2.14) leicht die sich daraus ergebenden Bandlückenänderungen $\Delta E_g(x, y)$ für jeden Punkt um die Versetzungslinie berechnen. Es zeigt sich, dass die ΔE_g nur von $\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}$ — also der hydrostatischen Verspannung senkrecht zur Versetzung — abhängig sind.

Somit ist es möglich die energetische Verschiebung ΔE ($\approx \Delta E_g$ nach Kapitel I.2.1.3, Seite 21) der bandkantennahen Spektrallinien (hier D^0X) zu berechnen. Abbildung III.7 stellt die Energieverschiebung, wie sie an drei realen, freistehenden (und damit von ihrer Umgebung relativ ungestörten) Defekten gemessen wurde, der berechneten, verspannungsinduzierten Verschiebung der Bandlücke gegenüber. Die drei experimentell ermittelten Energieverschiebungen stimmen im Rahmen der Messgenauigkeit sehr gut untereinander überein (Abbildung III.7b), was die Universalität der Messergebnisse nochmals verdeutlicht. Es zeigt sich jedoch eine große Diskrepanz zwischen experimentellen und theoretischen Werten (Abb. III.7a vs. c). Die Theoriekurve ist nicht falsch, wie man schon daran sieht, dass sich die berechneten Werte für ΔE bei Entfernungen $> 2 \mu\text{m}$ wieder den experimentellen annähern (siehe Abb. III.7b). Nur wird die beschränkte Auflösung des Mikroskops nicht berücksichtigt, die bei kleinräumigen Schwankungen eine glättende Wirkung auf die gemessene räumliche ΔE -Landschaft hat.

Dieser Tatsache wird durch eine nachträgliche Glättung der berechneten Energieverschiebungslandschaft Rechnung getragen. Der Mikroskopfokus kann durch eine zweidimensionale, normierte Gauß-Glocke mit einem Durchmesser (FWHM) von $1 \mu\text{m}$ gut beschrieben werden. Die berechnete ΔE -Landschaft wird mit dieser Gauß-

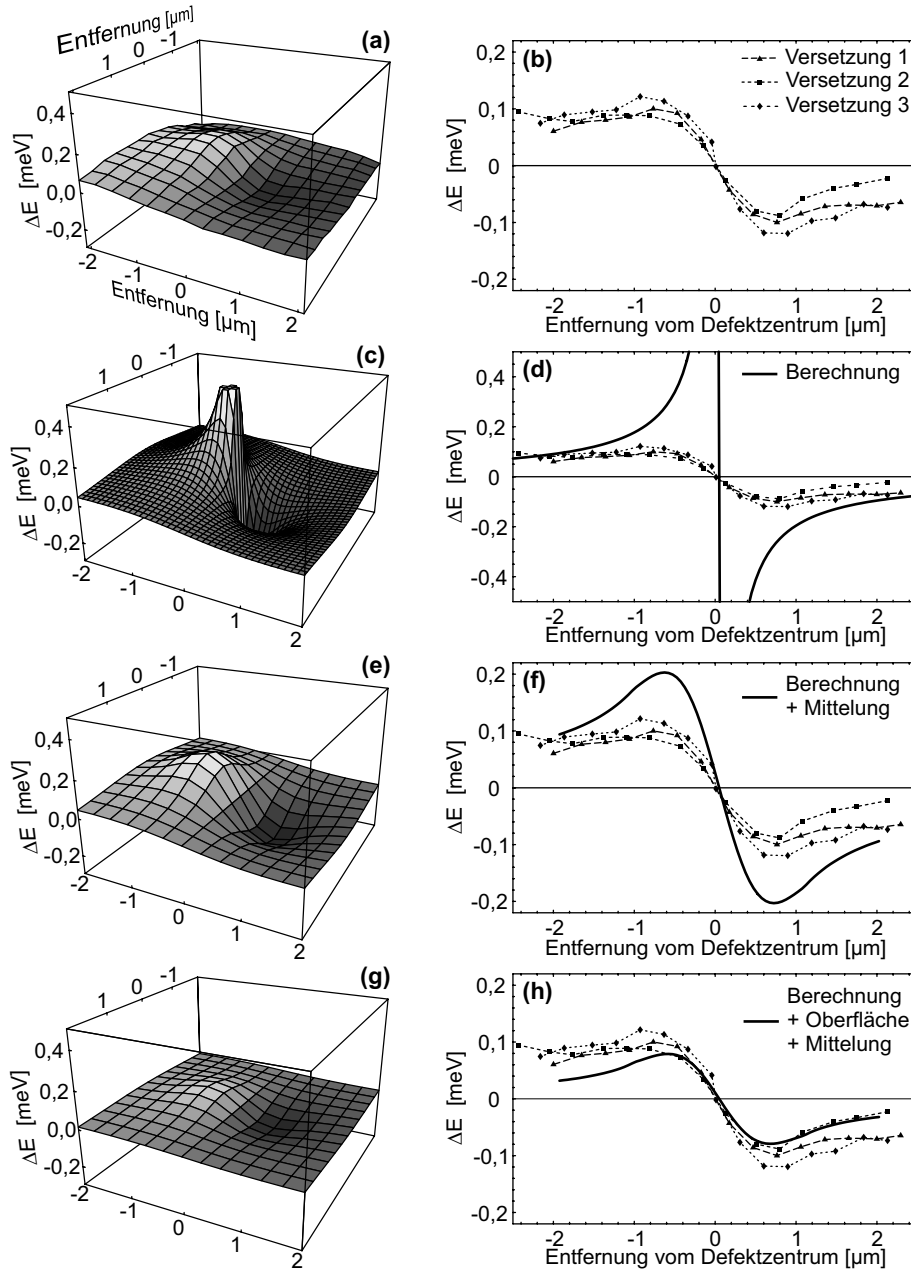


Abbildung III.7: Abbildungsteil a zeigt die gemessene Energieverschiebung ΔE der bandkantennahen PL-Linien (am Beispiel $(D^0X)_2$) um eine repräsentative Versetzung (Versetzung 1) in Probe Bulk 2. In Teil b ist ΔE für Versetzung 1 und zwei weitere Versetzungen (Versetzung 2 und 3) entlang der Achse des Energieverschiebungsdipols aufgetragen. Die Abbildungsteile c, e und g sind wie a skaliert und zeigen — Teil c: die berechnete Energieverschiebung nach Gleichung I.2.13 (nach oben und unten hin abgeschnitten); Teil e: diese Energieverschiebung nach räumlicher Mittelung zur Berücksichtigung der Auflösung des Mikroskops und Teil g: die unter Hinzunahme der Oberflächeneigenschaften berechnete Energieverschiebung nach identischer räumlicher Mittelung. Die den Abbildungsteilen c, e und g gegenübergestellten Graphen d, f und h stellen jeweils die Schnitte aus Teil b einem entsprechenden Schnitt durch den jeweiligen berechneten Dipol (dicke Linie) gegenüber.

Funktion zweidimensional gefaltet². Das Resultat ist in Abbildung III.7e aufgetragen und ähnelt im Verlauf schon sehr stark dem gemessenen Energieverschiebungsdipol (Abb. III.7a). Ein quantitativer Vergleich der gemessenen mit der berechneten und anschließend geglätteten Energieverschiebung (Abb. III.7f) zeigt jedoch, dass auch diese Berechnungsmethode Werte liefert, die gegenüber dem Experiment um einen Faktor 2 bis 3 zu hoch sind.

1.2.2 Einbeziehung von Oberflächeneffekten

Die Oberfläche eines Festkörpers ist kräftefrei. Das heißt, alle Kräfte, die senkrecht zur Oberfläche (dies sei hier die xy -Ebene) wirken, verschwinden:

$$\sigma_{zz} = \sigma_{xz} = \sigma_{yz} = 0.$$

Das bedeutet aber auch, dass an Stellen, wo Versetzungslinien durch die Oberfläche treten, ein weiterer Freiheitsgrad zur Relaxation der versetzungsinduzierten Verspannungen zur Verfügung steht. Dies gilt vor allem für Schrauben- und gemischte Versetzungen, die Verspannungskomponenten in z -Richtung besitzen, aber auch für Stufenversetzungen, deren hydrostatische Verspannung an der Oberfläche relaxieren kann. Da in den vorliegenden PL-Experimenten das zur Anregung benutzte Licht ($\lambda_{\text{ex}} = 334 \text{ nm}$) in Galliumnitrid nur eine endliche Eindringtiefe (wenige 100 nm) besitzt, trägt die teilweise relaxierte Oberflächenschicht überproportional stark zum Lumineszenzsignal bei.

Mathematisch behandelt man diese Oberflächeneffekte ähnlich wie influenzierte Ladungen auf einer Metallplatte mit Spiegelladungen beschrieben werden. Virtuelle Spiegelversetzungen jenseits der Oberfläche bzw. deren Verspannungsfelder³ werden den Versetzungsfeldern superponiert und sorgen dafür, dass die z -Komponenten der Verspannung an der Oberfläche gerade Null sind [Yoffe1961].

Diese analytische Berechnung der Verspannungen ist aufwändig, und wurde an der Universität Magdeburg von Prof. Rainer Clos durchgeführt. Er berechnete für eine perfekte Stufenversetzung ($\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$, $b = 0,3189 \text{ nm}$) entlang der z -Achse ($\langle 0001 \rangle$) analytisch einen gewichteten Mittelwert der Bandlückenänderung ΔE_g in „Volumensäulen“ parallel zur Versetzungslinie. Die Säulen sind in einem $0,05 \mu\text{m}$ Raster in der xy -Ebene um den Durchstoßpunkt der Versetzung angeordnet. Innerhalb einer Säule wurden im Material liegende Schichten mit einem exponentiell mit der Tiefe abfallenden Faktor gewichtet, der einem $1/e$ -Abfall in 100 nm Entfernung von der Oberfläche entspricht. Diese Gewichtung trägt der exponentiellen Abnahme der optischen Anregungsleistung mit der Tiefe Rechnung. Die Verspannungen ε_{xx} , ε_{yy} und ε_{zz} wurden dabei unter der Annahme elastisch isotropen Materials [Hirth1968] mit den Ergebnissen von E.H. Yoffe [Yoffe1961] für die Spiegelverspannungen berechnet. Dabei wurde ein Poisson-Verhältnis von $\nu = 0,23$ zugrunde gelegt. Die Verschiebungen der Bandlücke wurden nach Gleichung I.2.13 und I.2.14 berechnet. Die so erhaltenen Mittelwerte über einzelne „Volumensäulen“ wurden analog zu den

²Die Faltung wurde diskret auf einem zweidimensionalen Gitter mit $0,05 \mu\text{m}$ Rasterweite berechnet.

³engl.: image field

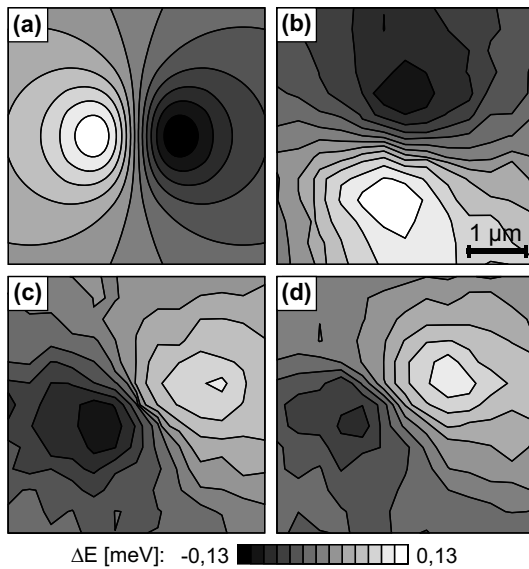


Abbildung III.8:

Analog zu Abbildung III.7h ist hier eine Gegenüberstellung von (a), dem von Prof. Clos berechneten Energieverschiebungsdipol unter Berücksichtigung von Oberflächeneffekten und Auflösung des Mikroskops (analog zu Abb. III.7g), und den Linienpositionen aus den μ PL-Messungen an den drei freistehenden Versetzungen 1, 2 und 3 (Teil b, c und d) auf Probe Bulk 2 gezeigt. Die drei Höhenliniendiagramme haben sowohl räumlich als auch in der Energieverschiebung ΔE (jede Konturlinie entspricht 0,02 meV Energiedifferenz) bezüglich des jeweiligen Bildmittelpunktes die gleiche Skalierung.

vorherigen Berechnungen mit der Gauß-Funktion des Mikroskopfokusses gefaltet. Das Resultat dieser Berechnungen ist in Abbildung III.7g gezeigt und als Schnitt in Abb. III.7h den tatsächlichen Defekten gegenübergestellt. Das Ergebnis stimmt nicht nur qualitativ, sondern auch — im Rahmen der Streuung der Messwerte — quantitativ mit den gemessenen Defekten sehr gut überein. Eine Gegenüberstellung der zweidimensionalen Energieverschiebungsdipole von Theorie und Experiment ist in Abbildung III.8 zu sehen.

Trotz der sehr guten Übereinstimmung von theoretischer Berechnung und experimentellen Messungen sollen die Ungenauigkeiten dieser Berechnungsmethode nicht unerwähnt bleiben. Bei den vorgestellten Methoden zur räumlichen Mittelung und Tiefenmittelung werden nur die *Energieverschiebungen* ΔE_g berücksichtigt. Eine exakte Rechnung müsste der Tatsache Rechnung tragen, dass das PL-Signal nahe des Kerns an Intensität verliert bzw. am Kern verschwindet, und so auch die jeweils herrschende Energieverschiebung um so weniger zum Mittelwert beiträgt, je näher der Versetzungskern ist.

Außerdem kann die Mittelung der Energieverschiebungen selbst in Frage gestellt werden. In der Realität emittiert jedes angeregte, infinitesimal kleine Volumenelement sein eigenes, schmalbandiges Spektrum aus einzelnen Lorentz-Linien. Der relative Mittelwert aus den Bandlücken E_g der Volumenelemente im Fokus des Mikroskops muss nicht notwendigerweise der mittleren Linienposition in dieser Region entsprechen, die in der μ PL gemessen wird. Dass das gemessene Spektrum in der Tat aus einer Vielzahl solcher Einzellinien besteht, sieht man schon daran, dass in der Nähe des Versetzungskerns — also an den Stellen größter Diversität bezüglich E_g im Fokusbereich — die PL-Linien breiter werden (siehe Abb. III.4). Dies ist eine direkte Folge der Addition vieler schmaler Einzellinien bei unterschiedlichen Wellenlängen. Eine exakte Rechnung müsste in einem dreidimensionalen Gitter die Spektrallinien jedes zum jeweiligen Beobachtungsfokus beitragenden Volumenelementes zu einem Gesamtspektrum aufaddieren und dieses dann einem Fit unterziehen. Dabei hängt das Spektrum jedes Volumenelementes von seiner Tiefe unter der Oberfläche (\rightarrow In-

tensität), seinem Abstand (\rightarrow Intensität) und der relativen Position bezüglich des Versetzungskerns (\rightarrow spektrale Position) ab. Erst das Ergebnis des Fits repräsentiert das tatsächlich gemessene Spektrum.

Eine derartige Rechnung ist allerdings bei vernünftiger räumlicher Auflösung mit sehr hohem Rechenaufwand verbunden. Daher wurde sie nicht flächig für eine ganze Region durchgeführt, sondern nur an ausgewählten Punkten, wie z.B. dem Maximum der Energieverschiebung, um die Verlässlichkeit der ΔE_g -Mittelungsmethode zu überprüfen. Dabei wurde eine Lorentz-Linie zugrunde gelegt, deren Intensität I mit dem Abstand r vom Versetzungskern wie $I \sim 1 - e^{-r^2/l^2}$ abnimmt, mit $l = 100$ nm [Gmeinwieser2005]. Die Ergebnisse dieser Rechnung zeigten nur Abweichungen von ca. $\pm 0,01$ meV vom energiemittelten Wert, was im Vergleich zu 0,1 meV Gesamt-Energieverschiebung durchaus vertretbar ist und die Ergebnisse der Energiemittelung nicht in Frage stellt.

1.2.3 Vergleich mit anderen Messmethoden

Mikro-Raman

Eine weitere Möglichkeit, ortsaufgelöst Materialverspannungen zu messen, ist Mikro-Raman-Spektroskopie. Aus der Verschiebung der E_2 -Phonon-Linie lässt sich die Verspannung ermitteln (siehe Abschnitt I.2.1.4). An Probe Bulk 2 wurden Raumtemperatur-Raman Messungen am von Klaus Wagenhuber aufgebauten μ -Raman Messplatz am Lehrstuhl Wegscheider durchgeführt. Es konnten weder Signaturen von Versetzungen (Intensitätsabnahme oder Verbreiterung einzelner Linien) noch deren Verspannungen (Positionsänderung der E_2 -Linie) beobachtet werden. Berechnungen ergaben, dass die E_2 -Linie selbst um etwa zwei Größenordnungen breiter als die zu erwarteten Energieverschiebungen ist, was eine Beobachtung nahezu unmöglich macht.

SSPM

Eine alternative, wenn auch wenig wahrscheinliche Möglichkeit, die beobachteten PL-Energieverschiebungen um Versetzungen zu erklären, ist die Lokalisierung von Ladungsträgern um eine Versetzung. Sehr große Ladungsträgerkonzentrationen können die Bandlücke verschieben und zu einer Variation der PL-Energie führen. Andererseits können die durch die Verspannung induzierten piezoelektrischen Felder auch dazu führen, dass man an der Oberfläche induzierte Ladungen beobachten kann.

Um diesen Fragestellungen nachzugehen, wurde ein Galliumnitrid-Substrat, Bulk 4 (ähnlich Bulk 2, aber mit $3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ n -dotiert), an der Universität Magdeburg von André Krtschil mittels SSPM untersucht [Gmeinwieser2005]. Durch das Ionenätzen zur Entfernung der durch das Polieren gestörten Oberflächenschicht wurden auch sämtliche defektinduzierte Oberflächenstrukturen entfernt. Trotzdem war die Identifikation der einzelnen Versetzungen durch ihr typisches Oberflächenpotential möglich [Krtschil2003].

Es zeigte sich auf dieser Probe, wie auch auf allen anderen Proben, keinerlei Dipolmuster im Oberflächenpotential, wie Abbildung III.9 illustriert. Die detektierten Potentialschwankungen sind radialsymmetrisch und haben eine Halbwertsbreite

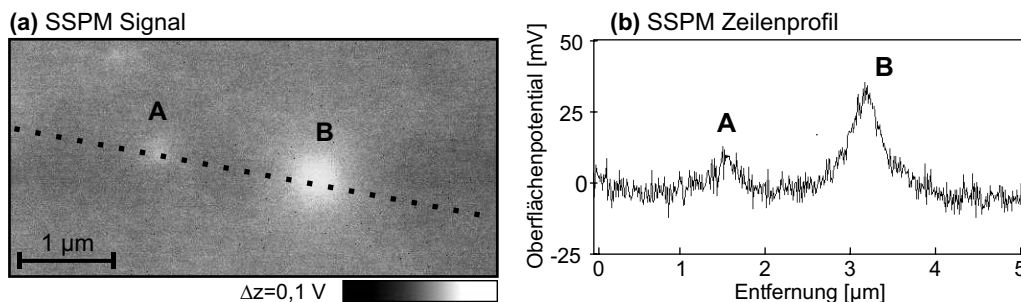


Abbildung III.9: SSPM Messung an Probe Bulk 4. Teil a zeigt das Oberflächenpotential V_{dc} . Zwei Defekte sind als helle Stellen zu erkennen. Ein Schnitt durch die beiden Defektzentren (gestrichelte Linie) ist in Teil b aufgetragen.

von 0,5 bis 1 μm , was einen viel schnelleren radialen Abfall bedeutet, als ihn die Energieverschiebungsdipole in der μPL zeigen (mehrere Mikrometer). Elektrische Potentiale oder Ladungen können daher als Ursache der Energieverschiebungsdipole ausgeschlossen werden. Der Effekt der piezoelektrisch induzierten Ladungsträger ist wahrscheinlich zu klein, um vom SSPM noch aufgelöst zu werden.

Umgekehrt kann man aber aus den PL-Ergebnissen Rückschlüsse auf die Quelle des SSPM-Signals ziehen: Die Bandkantenänderungen ΔE_g , die in der μPL detektiert wurden, sind — bis auf Regionen sehr nahe ($<0,5 \mu\text{m}$) am Kern, die der μPL Auflösungsbedingt verschlossen bleiben — in der Größenordnung von 0,1 meV. Die erwarteten Potential-Signale lägen also in der Größenordnung von 0,1 mV. Dies ist um einen Faktor 20 niedriger als die Auflösung des SSPM ($\pm 2 \text{ mV}$). Nur in unmittelbarer Nähe des Kerns könnten die Verspannungen groß genug sein, um eine messbare Potentialverschiebung hervorzurufen. Diese wäre dann aber dipolförmig und entspricht somit nicht den SSPM-Messungen.

Also ist es nach Gleichung I.2.18 nicht das Oberflächenpotential V_S , das sich analog zur Bandlücke ändern sollte, das den SSPM-Kontrast dieser Versetzungen erzeugt, sondern es sind die lokalisierten Ladungen Q_S , was aufgrund der Dotierung der Probe auch zu erwarten war. Eigentlich erwartet man sogar eine konzentrische Struktur im SSPM-Signal: Die Ladung des Versetzungskerns in der Mitte wird durch eine Wolke aus angelagerten Dotierstoffen oder Volumenladungsträgern abgeschirmt. Wegen der Hintergrunddotierung ist aber diese Struktur unter der räumlichen Auflösungsgrenze.

1.2.4 Schlussfolgerungen

Nach diesen Ergebnissen liegt die Zuordnung der untersuchten Versetzungen auf Probe Bulk 2 zum Typ Stufenversetzung auf der Hand. Allerdings kann aus den Ergebnissen der μPL -Messungen nicht zwischen den Verspannungsfeldern perfekter Stufenversetzungen ($\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$) und gemischter Versetzungen mit Stufenanteil ($\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}3 \rangle$) unterschieden werden, da der Schraubenanteil der gemischten Versetzung keine zusätzliche hydrostatische Verspannung erzeugt, die sich als Verschiebung der Bandlücke messen lässt.

Fast alle aufgrund verringerter PL-Intensität identifizierbaren Versetzungen auf den

untersuchten (auswertbaren) freitragenden GaN-Schichten weisen in ihrer Umgebung eine dipolartige Energieverschiebung des bandkantennahen PL-Signals auf. Daher ist davon auszugehen, dass die bei weitem überwiegende Anzahl der Versetzungen auf diesen Substraten perfekte Stufen oder gemischten Typs sind. Diese Ergebnisse werden auch von TEM- und EPD-Analysen gestützt.

Die Ergebnisse an Probe Bulk 2 wurden an Probe Bulk 3, Probe Bulk 5 und weiteren Proben, zum Teil von verschiedenen Herstellern, bestätigt. Dabei wurde sowohl die Anwesenheit und Dominanz der Energieverschiebungsdipole selbst nachgewiesen, als auch deren Form und Höhe gut reproduziert.

2 Ausrichtung der Burgersvektoren von Stufenversetzungen am Kristallgitter

Nachdem gezeigt wurde, dass es sich bei den dipolartigen Strukturen in den μPL -Scans um Verspannungsdipole von perfekten oder gemischten Stufenversetzungen handelt, kann man aufgrund der hexagonalen Kristallsymmetrie auch eine Ausrichtung der Dipole an Hochsymmetrierichtungen des Kristallgitters erwarten. In diesem Abschnitt soll der Aspekt der räumlichen Orientierung von Verspannungsdipolen und der Burgersvektoren der zugehörigen Versetzungen untersucht werden.

Um die Nomenklatur zu vereinfachen, soll — wegen der Ununterscheidbarkeit von perfekten Stufenversetzungen und gemischten Versetzungen mit Stufenanteil — im Folgenden die Bezeichnung „Stufenversetzung“ auch die Möglichkeit einer gemischten Versetzung mit einschließen. Da es bei den Betrachtungen dieses Abschnitts nur auf die Richtung der gemessenen Verspannungs–(Energieverschiebungs–)Dipole ankommt, reicht es, statt einzelner gefitteter Spektrallinien für die Auswertung das numerisch einfachere erste Moment als Maß für die Verschiebung der bandkantennahen PL-Emissionsenergie heranzuziehen.

2.1 Kristallsymmetrie und Ausrichtung der Burgersvektoren

Wie schon aus einfachen geometrischen Betrachtungen hervorgeht, kann der Burgersvektor einer perfekten Stufenversetzungen mit $\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ sechs Richtungen haben: $[11\bar{2}0]$, $[1\bar{2}10]$, $[\bar{2}110]$, $[\bar{1}\bar{1}20]$, $[1\bar{2}\bar{1}0]$ und $[2\bar{1}\bar{1}0]$. Dies kann man auch leicht

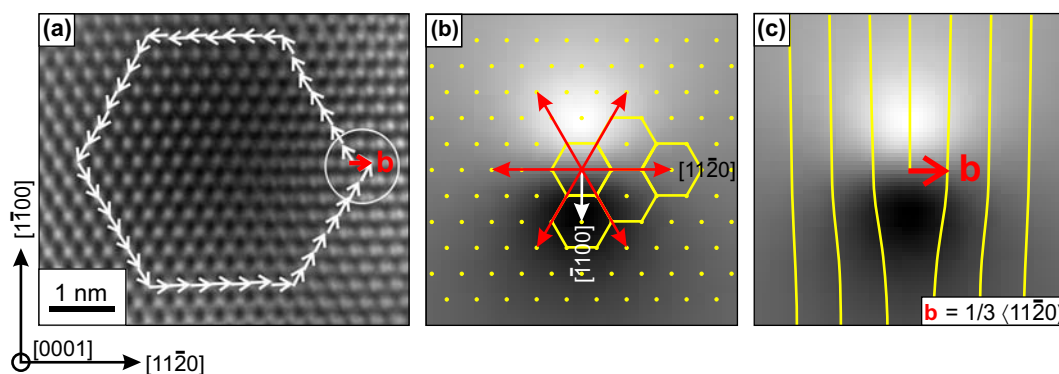


Abbildung III.10: Das HRTEM-Bild mit dem eingezeichneten Burgers-Umlauf in a ist eine Wiederholung von Abbildung I.13. In b ist das hexagonale Kristallgitter schematisch dargestellt (gelb). Vom Zentrum aus sind alle möglichen Burgersvektoren mit $\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ eingezeichnet (rot). Der zum Burgersvektor in $[11\bar{2}0]$ -Richtung gehörige Verspannungsdipol (in μPL als Energieverschiebungsdipol gemessen) in $[\bar{1}100]$ -Richtung (weißer Pfeil) ist exemplarisch im Bildhintergrund als Graustufenbild eingezeichnet (Verspannungsdipol und Gitter sind unterschiedlich skaliert). In Teil c ist gezeigt, dass aufgrund der Lage der eingeschobenen Gitterebenen (Gitterebenen gelb) der Verspannungsdipol (unterschiedliche Skalierung) jeweils senkrecht zum Burgersvektor stehen muss.

bei der Betrachtung eines Burgers-Umlaufs um eine derartige Versetzung einsehen, wie er in Abbildung III.10a gezeigt ist: Die Atomsäulen weit entfernt vom Versetzungskern haben sechs nächste Nachbarn. Daher kann die Differenz beim Burgers-Umlauf um eine perfekte Versetzung nur auf einem dieser Nachbarn landen. Dieser Sachverhalt ist auch nochmals in Abbildung III.10b verdeutlicht (Burgersvektoren rot eingezeichnet).

Anhand von Abbildung III.10c lässt sich zeigen, dass der Spannungsdipol um eine Stufenversetzung entlang einer der $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Richtungen ausgerichtet sein sollte: Die zusätzliche, eingeschobene Gitterebene verursacht kompressive Verspannung auf der einen Seite der Versetzungslinie und ihr Fehlen tensile Verspannung auf der anderen. Der vom konfokalen Mikroskop erfasste Energieverschiebungsdipol (Spannungsdipol) ist also der Theorie nach so orientiert, wie in Abb. III.10c eingezeichnet und steht damit senkrecht auf dem Burgersvektor. Die auf $\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ senkrechten Richtungen sind die $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Richtungen. In Abb. III.10b ist ein solches Paar aus Burgersvektor und Spannungsdipol dargestellt.

2.2 Experimentelle Bestimmung der Richtung der Spannungsdipole

Um die räumliche Ausrichtung der Burgersvektoren in μPL -Scans auszuwerten, muss die Orientierung der Spannungsdipole ermittelt werden. Dies geschieht nach der im nächsten Unterabschnitt beschriebenen Faltungsmethode. Es stellt

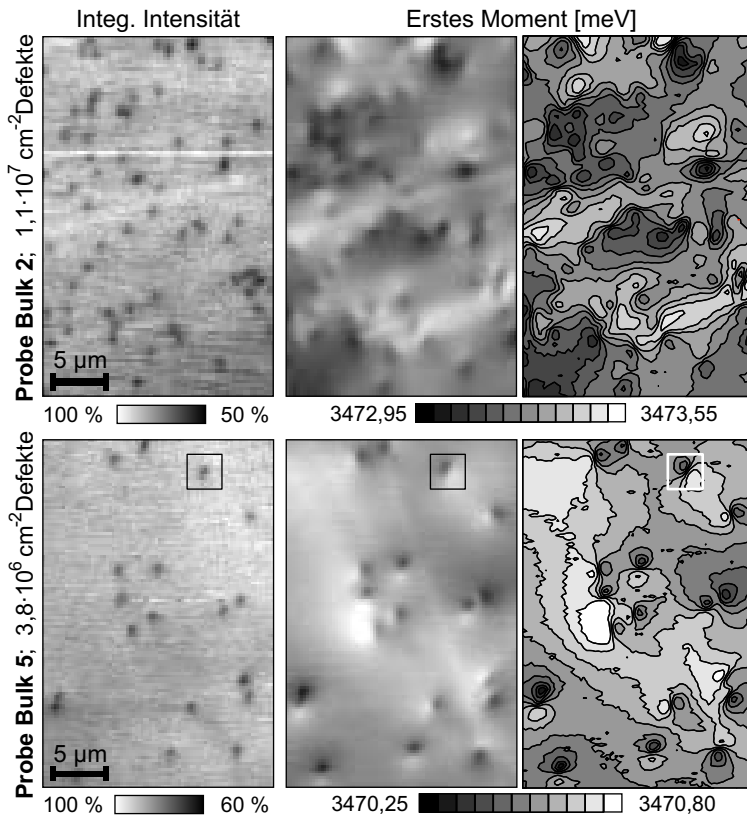


Abbildung III.11:

Gegenüberstellung eines μPL -Scans von Probe Bulk 2 (oben) mit einer Defektdichte von ca. $1 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ und der defektärmeren Probe Bulk 5 (unten, $\sim 4 \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$). Dabei ist die integrierte Intensität (linke Spalte) und das erste Moment M_1 (rechte und mittlere Spalte) des bandkantennahen PL-Spektrums dargestellt ($T \approx 6 \text{ K}$, $\lambda_{\text{ex}} = 334 \text{ nm}$). Die Skalierung des Höhenliniendiagrammes ist so gewählt, dass eine Konturlinie $0,05 \text{ meV}$ Energieänderung entspricht. Die räumliche Skalierung ist in allen Teilen identisch. Der auf Probe Bulk 5 mit dem Kasten markierte Defekt wurde in Abb. III.12 als Beispiel verwendet.

sich heraus, dass dazu besonders versetzungsarme Proben notwendig sind, da sonst die Überlagerung der Verspannungsdipole benachbarter Versetzungen das Ergebnis verfälscht.

Die Verspannungen um eine einzelne Versetzung sind, wie in den vorherigen Abschnitten gezeigt wurde, sehr langreichweitig. Sie sind noch jenseits zwei Mikrometer Abstand vom Versetzungskern messbar (siehe z.B. Abbildung III.6c). Auf einem GaN-Substrat wie z.B. Bulk 2 mit einer Versetzungsdichte von ca. 10^7 cm^{-2} liegen die Defekte gerade so weit auseinander, dass sie auch in dichteren Regionen gut mit dem konfokalen Mikroskop aufgelöst werden können (siehe Abb.III.11 oben). Im Mittel befindet sich ein Defekt in $10 \mu\text{m}^2$. Dies bedeutet einen mittleren Abstand von ca. $3 \mu\text{m}$ zwischen zwei Defekten. Innerhalb dieser Distanz überlagern sich aber die Verspannungen benachbarter Versetzungen noch. Durch statistische Dichteschwankungen gibt es fast keine Versetzung, die von ihren nächsten Nachbarn so weit entfernt ist, dass sie als ungestört betrachtet werden kann. Eine statistisch aussagekräftige Auswertung der Dipolrichtungen ist hier unmöglich.

Einen Ausweg bot die systematische Untersuchung der versetzungsärmeren Probe Bulk 5. Wie man in Abbildung III.11 (unten) gut sehen kann, haben die Versetzungen auf Bulk 5 mit ca. $4 \cdot 10^6$ Versetzungen pro cm^2 einen fast doppelt so großen Abstand zueinander (im Mittel ca. $5 \mu\text{m}$). Sehr viele Versetzungen stehen frei, und deren Verspannungsdipole können ungestört von ihren Nachbarn gemessen werden.

2.2.1 Faltungsmethode zur Bestimmung der Dipolrichtung

Um ein einfaches, schnell numerisch zu realisierendes und genaues Werkzeug zur Bestimmung der Dipolausrichtung zu erhalten, wurde die hier vorgestellte „Faltungs-“ bzw. „Korrelationsmethode“ entwickelt. Ausgangspunkt ist jeweils ein Tieftemperatur- μPL -Scan, aus dem die verspannungsinduzierte, energetische Verschiebung der PL-Linien für jeden Punkt des Scans ermittelt wurde. Der rechte untere Teil von Abbildung III.11 stellt so einen Datensatz dar.

Für die hier vorgestellte Methode ist eine Vorselektion passender Probenregionen um einzelne Energieverschiebungsdipole notwendig. Jede ausgewählte Region umschließt genau einen Dipol (also eine Versetzung), und benachbarte Dipole dürfen sich nicht oder höchstens minimal auf diese Region auswirken. Bei einer typischen Punkt-zu-Punkt-Auflösung von $0,25 \mu\text{m}$ in den μPL -Scans hat sich eine Größe von 13×13 Messpunkten (Pixeln) pro Versetzung als ideal erwiesen. Es ist nicht notwendig, dass die Dipole genau zentriert in den ausgewählten Bereichen liegen. Abweichungen von ± 2 Pixeln werden noch toleriert.

Jede ausgewählte Region stellt also eine zufällig orientierte, grob in der Mitte zentrierte Dipolstruktur dar. Am eingängigsten ist es, diese Energieverschiebungsdipole als Graustufenbild zu visualisieren. Weiß entspricht positiver, schwarz negativer Energieverschiebung. Ein Beispiel für einen typischen Dipol ist in Abbildung III.12 ganz links zu sehen. Das Ziel ist es nun, die Mitte des Dipols zu bestimmen, und seine Ausrichtung gegenüber den Koordinatenachsen möglichst genau anzugeben.

Die naheliegendste Möglichkeit dafür ist, einfach eine Verbindungslinie zwischen dem Bildpunkt minimaler und maximaler Energieverschiebung zu ziehen (Minimum-Maximum-Methode). Die Mitte der Linie entspricht in etwa dem Zentrum und der

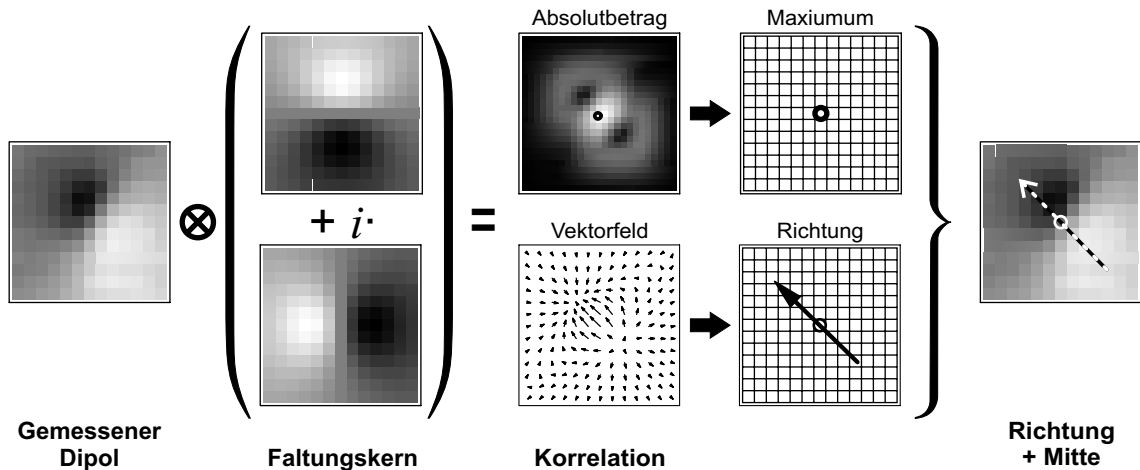


Abbildung III.12: Ein gemessener Energieverschiebungsdipol (ganz links, Beispiel entnommen aus Abb. III.11) wird mit einem komplexwertigen Faltungskern punktweise korreliert. Der Faltungskern wird aus einem idealen Energieverschiebungsdipol (Prototyp) gebildet, wobei Real- und Imaginärteil jeweils den um 90° gedrehten Dipol darstellen. Die Prototypen sind der Auflösung der Messung angepasst (Pixelabstand und Auflösung des Mikroskops berücksichtigt). Die Korrelation liefert ein komplexwertiges Ergebnis. Der pixelweise, komplexe Absolutbetrag liefert dabei das Zentrum des gemessenen Energieverschiebungsdipols, das komplexe Argument (Winkel in der komplexen Ebene) an dieser Stelle ist der Winkel, den der Dipol mit dem Scan-Koordinatensystem einschließt.

Winkel gegenüber den Koordinatenachsen der Ausrichtung des Dipols. Leider ist diese Methode, bedingt durch die geringe Auflösung der Scans sehr ungenau, wie Abbildung III.13a illustriert. Das liegt daran, dass man nur die Position zweier Pixel für die Winkelbestimmung heranzieht. Ein viel besseres Ergebnis würde man erzielen, wenn jeweils die ganze Abbildung zum Ergebnis beitrüge.

Eine Möglichkeit dies zu realisieren ist eine zweidimensionale Korrelation⁴ zwischen dem gemessenen Dipol, und einem Dipol-Prototypen. Als Grundlage für diesen idealen Prototypen dient dabei ein berechneter Energieverschiebungsdipol, wie er in Abbildung III.7e (Seite 68 in Abschnitt III.1.2) gezeigt wird. Das berechnete Muster stimmt zwar nicht quantitativ, aber *qualitativ* sehr gut mit den Messungen überein

⁴Eine 2D-Korrelation (Faltung) zweier Bilder (im allgemeinen Fall zweier Matrizen) liefert als Ergebnis wieder ein Bild (Matrix). Jeder Bildpunkt (Pixel, Eintrag) des Ergebnisses entsteht durch Übereinanderlegen der beiden zu korrelierenden Bilder (Matrizen), eine pixelweise Multiplikation der Einträge und die Bildung der Summe aller Multiplikationsergebnisse. Der benachbarte Pixel des Ergebnisses entsteht durch die Verschiebung eines Bildes in die entsprechende Richtung und Wiederholung der Prozedur. Letztendlich wird dies für alle möglichen Verschiebungen der beiden Bilder zueinander wiederholt, wobei sich jeweils ein Bildpunkt im Ergebnis ergibt. Durch Anwendung diskreter Fouriertransformationen kann dieses Verfahren numerisch beschleunigt werden. Ein Problem stellen die Randbedingungen dar, wenn zwei gleichgroße Bilder (wie in diesem Fall) nicht genau übereinanderliegen oder zwei unterschiedlich große Bilder so übereinander zu liegen kommen, dass eines übersteht. Im vorliegenden Fall werden dann die nicht definierten Pixel mit Nullen aufgefüllt, was dem Abklingen der verspannungsbedingten Energieverschiebungen auf $\Delta E = 0$ für große Entfernungen zum Versetzungskern Rechnung trägt. Eine andere Möglichkeit sind periodische Randbedingungen oder die Beschränkung des berechneten Ausschnitts der Korrelation auf Fälle, in denen nichts übersteht.

(siehe Abb. III.7f) und es ist leicht zu berechnen. Eine quantitative Übereinstimmung des Prototypen mit dem gemessenen Dipol ist für die Richtungsbestimmung nicht nötig, da konstante Skalierungsfaktoren keinen Einfluss auf die Auswertung des Faltungsergebnisses haben, wie später klar werden wird.

Um sich die Funktionsweise der Faltungsmethode zu veranschaulichen, sei der experimentelle Dipol zunächst genau so orientiert wie der Prototyp, aber etwas aus dem Zentrum verschoben. Eine zweidimensionale Korrelation dieses Dipols mit dem Prototypen liefert genau dort ein Maximum, wo die beiden Dipole sich decken, also im Zentrum des experimentellen Dipoles. Wie man sich leicht überlegen kann, liefert die Korrelation für einen um 90° gedrehten Dipol kein eindeutiges Maximum, sondern (bei den gewählten Randbedingungen) nur zwei schwache, gleich hohe Nebenmaxima. Eine Drehung um 180° hat wieder ein eindeutiges Maximum zur Folge, hier aber mit umgedrehtem Vorzeichen.

Der Trick besteht nun darin, zur Richtungsbestimmung zwei um 90° zueinander gedrehte Prototypen zu verwenden und jeden mit dem experimentellen Dipol zu falten. Die beiden Ergebnisse werden zusammengefasst, indem pixelweise die Absolutbeträge (wegen der möglichen negativen Vorzeichen) addiert werden. Das daraus resultierende Bild weist genau ein Maximum auf, das für alle möglichen Orientierungen des vorgegebenen Dipols dessen Zentrum markiert. Der Beitrag der beiden einzelnen Faltungen zu diesem Zentrumspixel variiert mit der tatsächlichen Orientierung des Dipols. Liegt er mehr in Richtung des einen Prototypen, so liefert dieser den Hauptbeitrag zum Maximum, ist der experimentelle Dipol mehr in Richtung des anderen Prototypen orientiert, so trägt dessen Faltung mehr zum Maximum bei. Berücksichtigt man dabei wieder die Vorzeichen der beiden Faltungen am Zentrum, so kann man die Richtung des Dipoles durch Interpolation auf dem vollen 360° -Kreis interpolieren. Damit ist die gesuchte Methode zur Winkelbestimmung gefunden.

Um den rechnerischen Aufwand bei den Korrelationen zu verringern, wird für die tatsächliche Bestimmung der Dipolwinkel ein abgewandeltes Verfahren benutzt, wie es in Abbildung III.12 schematisch dargestellt ist. Der experimentell gemessene Dipol (ganz links) wird nicht jeweils mit zwei um 90° zueinander gedrehten Dipol-Prototypen gefaltet, sondern nur einmal mit einem komplexwertigen Faltungskern, der als Real- und Imaginärteil die einzelnen Prototypen enthält. Bildet man vom (nun komplexwertigen) Ergebnis den pixelweisen (komplexen) Absolutbetrag, so erhält man wieder ein Maximum am Zentrum des Energieverschiebungsdipols. Da jede komplexe Zahl als Vektor in der komplexen Ebene aufgefasst werden kann, liefert die Korrelation ein komplexes Vektorfeld. Der Vektor im durch den größten Absolutbetrag bestimmten Zentrum des Dipoles entspricht genau der oben beschriebenen Interpolation zwischen den beiden Faltungen und zeigt entlang der gesuchten Dipolrichtung. Anders ausgedrückt: Die zugehörige komplexe Zahl $a + i \cdot b$ entspricht genau der Interpolation zwischen der Faltung des Realteils a und des Imaginärteils b . Der Winkel des Dipols ist identisch dem Winkel φ in der komplexen Ebene ($a + i \cdot b = r \cdot e^{i\varphi}$).

Allerdings ist nicht im Voraus gesagt, dass diese Interpolation linear mit dem tatsächlichen Winkel des Dipoles geht. Die Werte der Korrelationsfunktion müssen ihr Verhältnis zueinander nicht proportional zum Dipolwinkel ändern, und es sind auch

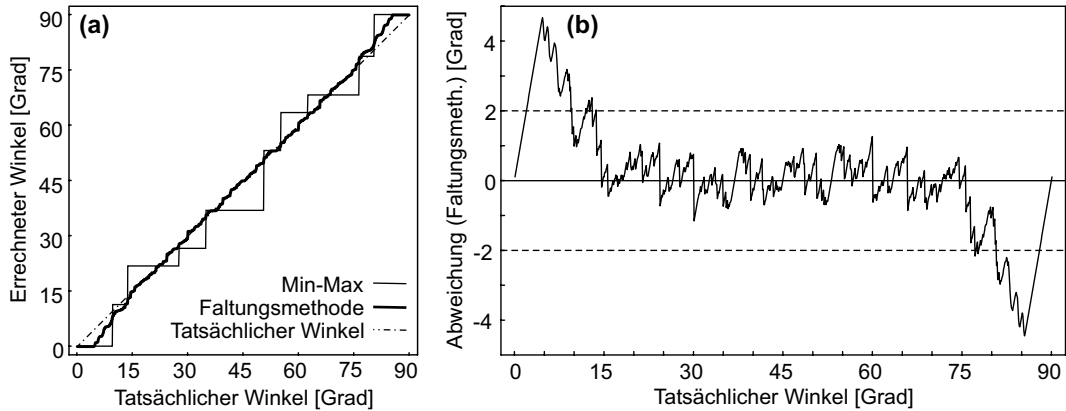


Abbildung III.13: *Abbildungsteil a vergleicht anhand um definierte Winkel gedrehter, berechneter Energieverschiebungsdipole die Ergebnisse der Faltungsmethode und der Minimum–Maximum–Methode mit den tatsächlich vorliegenden Drehwinkeln. Teil b gibt die Abweichung vom tatsächlichen Wert für die Faltungsmethode an. Die berechneten Dipole wurden analog zu dem in Abb. III.7e dargestellten berechnet (siehe Abschnitt III.1.2, Seite 68). Die Rechnungen wurden in $0,1^\circ$ Schritten zwischen einem Drehwinkel von 0° und 90° durchgeführt. Für Winkel $> 90^\circ$ wiederholt sich das Muster und kann stetig fortgesetzt werden.*

dipolartige Muster denkbar, bei denen ein derartiges Korrelationsverfahren versagen muss. Daher wurde das hier beschriebene Verfahren einem Test unterzogen. Anhand des Dipol–Prototypen wurden um einen definierten Winkel gedrehte Dipolmuster in derselben Größe und Auflösung wie die experimentellen erzeugt. Dem Augenschein nach sind diese Muster identisch zu denen, die aus den experimentellen Daten gewonnen wurden. Jedes dieser Muster wurde nach der Korrelationsmethode ausgewertet und der so ermittelte Winkel gegen den tatsächlichen Drehwinkel aufgetragen. Das Ergebnis ist in Abbildung III.13a dargestellt und wird mit den Ergebnissen verglichen, die die Minimum–Maximum–Methode liefert. Das Resultat fällt eindeutig zugunsten der Faltungsmethode aus. Abbildung III.13b stellt die Abweichung der Faltungsmethode vom tatsächlichen Winkel dar. Es zeigt sich eine hervorragende Übereinstimmung von weniger als $\pm 2^\circ$ fast für den ganzen Winkelbereich. Lediglich wenn der tatsächliche Winkel näher als 10° einem Vielfachen von 90° kommt, tendiert die Faltungsmethode dazu auf diese Richtungen einzurasten (in Abb. III.13a gut zu sehen) und die Genauigkeit sinkt in diesem Bereich auf $< \pm 5^\circ$. Dieses Einrastverhalten resultiert aus der beschränkten Scan–Auflösung. Für kleine Winkel nahe den Koordinatenachsen unterscheiden sich die Dipol–Muster zu wenig. Es ist schwer zu sagen, ob die Fehler hier am Korrelationsverfahren liegen oder rein auflösungsbedingt sind.

Trotzdem erstaunt es, dass die Interpolation zwischen den Faltungen zweier im rechten Winkel zueinander stehenden Prototypen für den ganzen Winkelbereich zuverlässige Ergebnisse liefert. Eine physikalische Erklärung hierfür ist in der Gestalt der hydrostatischen Verspannung um eine Stufenversetzung zu finden. In Polarkoordinaten hat der winkelabhängige (θ) Anteil an der hydrostatischen Verspannung einen sinusförmigen Verlauf, wie man anhand der Airy–Stress–Funktion (Gl. A.6) erkennen kann (siehe Anhang A). Dieser radiale Sinus wird bei der Berechnung des

experimentell erwarteten Energieverschiebungsdipols (z.B. räumliche Mittelung zur Berücksichtigung des Mikroskopfokusses) bzw. durch die Messung mit dem konfokalen Mikroskop nur minimal verfälscht. Die Interpolation zwischen den beiden Faltungen liefert für beliebige Dipolwinkel eine Art Winkel-Interpolation zwischen dem Wert einer Sinusfunktion und einer Kosinusfunktion (um 90° phasenverschobener Sinus):

$$\arctan\left(\frac{\sin\varphi}{\sin(\varphi + 90^\circ)}\right) = \varphi,$$

also wieder den Dipolwinkel φ . Somit liefert diese Methode nur aufgrund der speziellen Form der Dipole zuverlässige Ergebnisse. Eine Störung der Form der Dipole, wie z.B. Astigmatismus des Mikroskopfokuses, kann zu Fehlern in der Winkelauswertung führen.

Das hier beschriebene Verfahren zur Winkelbestimmung findet Analoga in anderen Bereichen der Physik und Mathematik. So ist die doppelte zweidimensionale Faltung verwandt mit der Phasenbestimmung eines zweiphasigen Lock-In-Verstärkers. Der JPEG-Algorithmus zur Bildkomprimierung beruht auf der Zerlegung von 8×8 Pixel großen Bildsegmenten in ihre Fourier-Komponenten. Nimmt man nur die horizontale und vertikale Komponente erster Ordnung (eine Hälfte schwarz, die andere weiß), und interpoliert zwischen beiden, hat man wieder eine Annäherung an das Korrelationsverfahren.

2.2.2 Ergebnis der Richtungsauswertung

Zur statistisch aussagekräftigen Auswertung von Probe Bulk 5 wurden an einem größeren Probenstück (siehe Abb. III.15) wiederholt Tieftemperatur- μ PL-Scans ($T \approx 6$ K) durchgeführt, so dass aus 13 Einzelmessungen insgesamt ein Datensatz zur Verfügung stand, der eine Fläche von $14.632 \mu\text{m}^2$ abdeckte. Innerhalb dieser Scan-Fläche wurden von Hand 126 Versetzungen ausgewählt, die von ihren Nachbarn relativ ungestört waren. Dabei wurde unterschieden zwischen komplett freistehenden Versetzungen (84) und solchen, bei denen eine leichte Beeinflussung durch ihre Nachbarn möglich ist (42). Die Orientierungen aller zugehöriger Verspannungsdipole wurde nach der Faltungsmethode bestimmt. Das Ergebnis dieser Berechnungen ist in Abbildung III.14 als Winkelhistogramm zusammengefasst.

2.3 Ausrichtungen der Versetzungen im Experiment

Wie in Abbildung III.14 zu sehen, zeigen die Ausrichtungen der Verspannungsdipole der einzelnen Versetzungen eine starke Präferenz für sechs, in 60° -Symmetrie angeordnete Richtungen. Die getrennten Rechnungen für freistehende (rot) und durch ihre Nachbarschaft leicht gestörte Versetzungen (orange) liefern nahezu identische Ergebnisse. Dies zeigt die Robustheit der Faltungsmethode gegenüber Störungen.

Um nun die Vorzugsrichtungen für die Versetzungen mit den Kristallrichtungen zu korrelieren, wurde das Kreishistogramm unter Berücksichtigung des lokalen Scan-Koordinatensystems richtungserhaltend auf die Probe übertragen. Abbildung III.15

2. Ausrichtung der Burgersvektoren von Stufenversetzungen am Kristallgitter

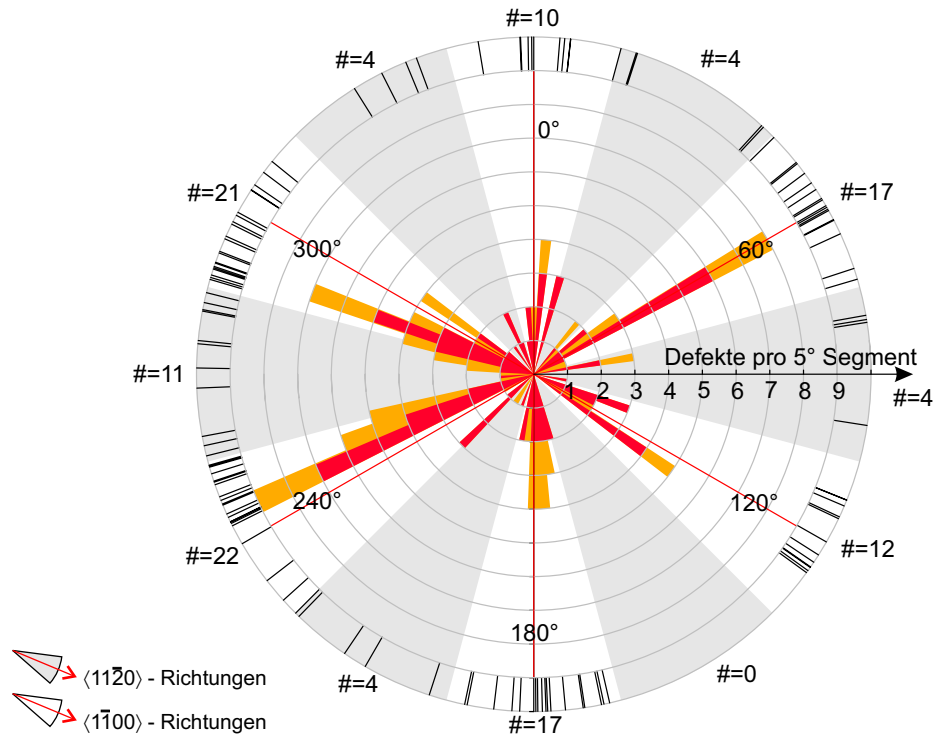


Abbildung III.14: Die Verteilung der 126 nach der Faltungsmethode bestimmten Winkel der Verspannungsdipole auf Probe Bulk 5 ist als Kreishistogramm aufgetragen. Dabei steht der rote Teil des Histogramms für die 84 komplett freistehenden und der orange Teil für die 42 nahezu freistehenden Versetzungen. Als Winkelauflösung der Histogramme wurde 5° gewählt. Die radialen Striche am äußeren Kreis zeigen die exakte Ausrichtung der einzelnen Dipole an. Das Kreisdiagramm ist zur Verdeutlichung der Ausrichtungen in 30°-Sektoren unterteilt. Die grauen Sektoren sind entlang der $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ -Richtungen zentriert und die weißen Sektoren zeigen entlang den $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Richtungen (als rote Linien gekennzeichnet), in denen man Versetzungsdipole erwartet. Die jeweilige Versetzungsanzahl je Sektor ist am Rand angegeben (# = ...)

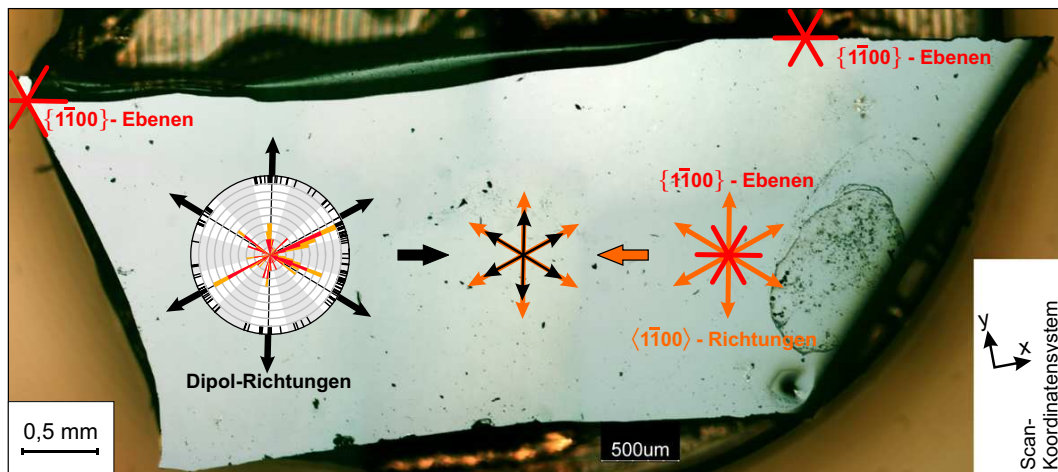


Abbildung III.15: Zusammengesetztes Mikroskopfoto des untersuchten Stückes von Bulk 5. Die $\{1\bar{1}00\}$ -Spaltkanten konnten an mindestens zwei Stellen eindeutig identifiziert werden (rote Sterne). Die daraus ermittelten $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Richtungen (orange Pfeile) decken sich bis auf weniger als zwei Grad mit den Richtungen der Verspannungsdipole (schwarze Pfeile), die aus dem — am Scan-Koordinatensystem exakt zum Foto ausgerichteten — Winkelhistogramm aus Abbildung III.14 gewonnen wurden

zeigt das vermessene Stück von Bulk 5 und das passend orientierte Winkelhistogramm. Ein Vergleich mit den $\{1\bar{1}00\}$ -Spaltkanten liefert eine exakte Übereinstimmung der Richtungen der Verspannungsdipole mit den $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Richtungen des Kristalls. Die Abweichung ist dabei geringer als die erreichbare Winkelauflösung der Korrelationsmethode zur Winkelbestimmung.

Damit ist ein eindeutiger Zusammenhang zwischen den Burgersvektoren $\mathbf{b} = \frac{1}{3}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ von Stufenversetzungen (bzw. Stufenanteilen von gemischten Versetzungen) und den Verspannungsdipolen, die entlang der um 90° gedrehten $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Richtungen verlaufen, gezeigt. Mit Hilfe der μ PL ist es somit erstmals möglich die Richtungen von Burgersvektoren (von Stufenversetzungen) auf nicht-destruktivem Wege (im Vergleich zu TEM) zu bestimmen.

3 Wechselwirkungseffekte zwischen Versetzungen

Wie in Abschnitt I.2.2.1 erläutert, treten Versetzungen miteinander in Wechselwirkung. In einem Kristall können sich Versetzungen anziehen, abstoßen oder sich vereinigen [Hirth1968]. Während des Kristallwachstums versucht man gezielt Versetzungen dazu zu bringen, sich durch Verschmelzung oder Schleifenbildung gegenseitig auszulöschen (siehe SiN_x -Zwischenschichten in Abschn. I.3.2.2). Im Allgemeinen wirken diese Prinzipien nur auf kleinen Längenskalen im Sub-Mikrometer-Bereich. Zum Beispiel funktioniert die Defektreduktion durch SiN_x -Zwischenschichten nur bis zu Defektdichten $> 2 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ (mittlerer Abstand $0,7 \mu\text{m}$). Bei geringeren Dichten haben passende Versetzungen einen zu hohen Abstand voneinander und können sich nicht mehr treffen [Miller2005].

Aber auch in Material mit geringen Defektdichten, wenn Versetzungen also einen zu großen Abstand für eine direkte Interaktion wie z.B. die Schleifenbildung haben, gibt es Wechselwirkungseffekte. In diesem Abschnitt soll anhand experimenteller Daten gezeigt und mittels Berechnungen belegt werden, dass sich auch Versetzungen mit Abständen im Mikrometerbereich über ihre Verspannungsfelder noch gegenseitig beeinflussen können.

3.1 Versetzungsreihungen im Experiment

Abbildung III.16 zeigt lineare Anordnungen von Defekten, wie sie in den großflächigen Scans an Probe Bulk 5 gefunden wurden. Diese Strukturen treten in Scans von verschiedenen Probenstellen auf, bilden aber kein erkennbares Muster. Insgesamt wurden zehn solcher Strukturen mit einer (aufaddierten) Gesamtlänge von ca. $78 \mu\text{m}$ gefunden, was einer Flächendichte von $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-2}$ und einer Liniendichte von ca. 50 cm^{-1} entspricht. Alle Linien sind entlang der $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Richtungen ausgerichtet. Die Defekte sind innerhalb einer Linie in etwa äquidistant mit einem durchschnittlichen Abstand von etwa einem Mikrometer verteilt, wenn auch kleine Unterbrechungen innerhalb einer Linie (Abb. III.16h) oder ein leichter seitlicher Versatz eines Teilstücks senkrecht zur Linie (Abb. III.16d) vorkommen können. Das zugehörige Energieverschiebungsbild zeigt, dass sich an den Enden dieser Ketten eine hohe kompressive (Blauverschiebung der PL) bzw. tensile (Rotverschiebung) Verspannung aufbaut.

3.2 Berechnungen von Versetzungsensembles

Verspannungen um Versetzungen lassen sich sehr gut mittels des elastischen Deformationsmodells berechnen (Abschnitt III.1.2). Da es hier nur auf relative Bindungsenergien im Volumenkristall bzw. auf relative räumliche Verspannungsänderungen (und keine gemessenen Absolutwerte an der Probenoberfläche) ankommt, muss die freie Oberfläche nicht besonders berücksichtigt werden und der in Anhang A hergeleitete Verzerrungstensor für Stufenversetzungen (Gl. A.7) kann ohne Einschränkungen als Grundlage der folgenden Berechnungen dienen.

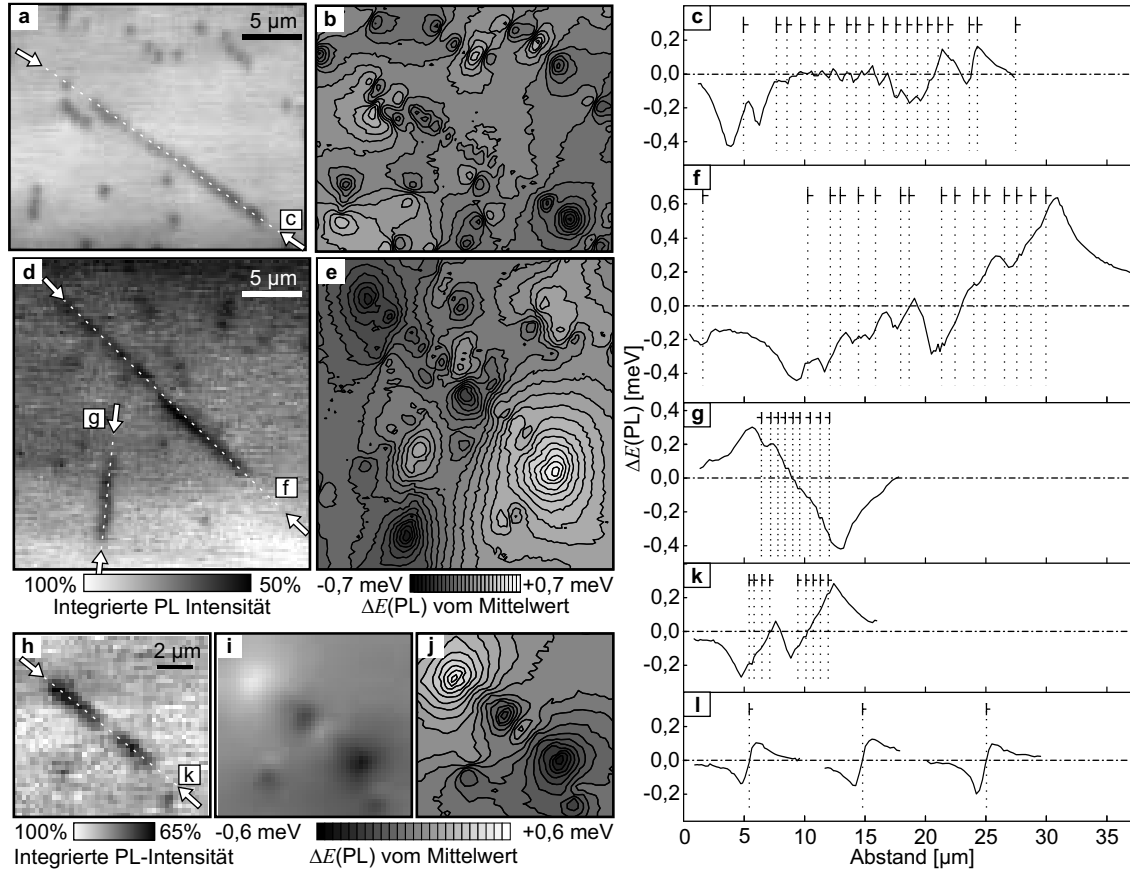


Abbildung III.16: Die Teilabbildungen a, d und h zeigen die integrierte bandkantennahe PL-Intensität, wie sie in Scan-Ausschnitten von Probe Bulk 5 gemessen wurde ($T \approx 6$ K und $\lambda_{\text{ex}} = 334$ nm). Deutlich sind dunkle Linien zu erkennen, die Aneinanderreihungen von durch die Oberfläche tretenden Versetzungen sind. Die rechts von den Intensitäts-Bildern platzierten Energieverschiebungsdiagramme b, e, i und j stellen jeweils den gleichen Probenausschnitt dar. Die Energieskalen aller Bilder sind so gewählt, dass eine Höhenlinie gerade einer Energieänderung der PL-Linienposition von $\Delta E = 0,05$ meV entspricht. Abbildungen c, f, g und k zeigen Schnitte durch die Energieverschiebungslandschaft entlang der in a, d und h gezeichneten Versetzungsreihen. Die einzelnen Versetzungen sind durch senkrechte, gestrichelte Linien in den Schnittbildern gekennzeichnet. Abbildung l zeigt zu Vergleichszwecken ΔE -Schnitte durch freistehende Defekte auf derselben Probe.

3.2.1 Verspannung von Versetzungsensembles

Versetzungsensembles können mittels der elastischen Deformationstheorie sehr einfach durch Superposition der Verspannungsfelder — also einfaches Aufaddieren der passenden Komponenten der Verzerrungstensenoren (Gln. A.7) aller beteiligten Versetzungen — berechnet werden (Gl. I.2.13). Abbildung III.17 veranschaulicht schematisch die Addition der hydrostatischen Verspannung ($\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}$) zweier Stufenversetzungen. Solche Berechnungen werden am einfachsten auf einem zweidimensionalen Gitter durchgeführt, wobei darauf zu achten ist, dass die Versetzungskerne zwischen den Gitterpunkten zu liegen kommen, um mathematische Singularitäten zu vermeiden. Für die nachfolgenden Berechnungen wurde jeweils eine Gitterweite von 25 nm gewählt. Um die Berechnungen mit den gemessenen Strukturen zu ver-

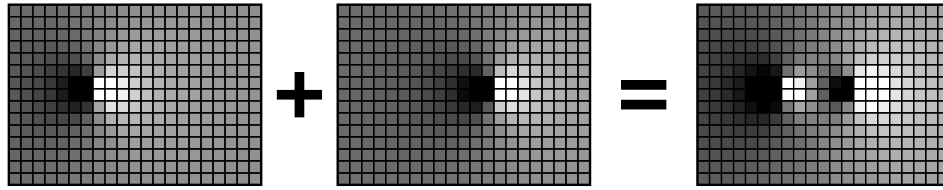


Abbildung III.17: Die hydrostatische Verspannung ($\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}$) zweier benachbarter Stufenversetzungen kann einfach durch Aufaddieren der Verspannungen der einzelnen Versetzungen errechnet werden.

gleichem, ist zusätzlich analog zu Abschnitt III.1.2.1 eine Faltung des Ergebnisses mit einer 2D-Gauß-Funktion von $1 \mu\text{m}$ Halbwertsbreite nötig.

Für zwei der in Abbildung III.16 dargestellten Versetzungsreihen (Teil g und k) wurde so eine Berechnung durchgeführt. Aus dem Intensitäts- und ΔE -Schnitt entlang der Reihen-Achse kann die Position der einzelnen Versetzungen entlang der Linie in guter Näherung angegeben werden (senkrechte gestrichelte Linien in den Schnittbildern von Abb. III.16). Diese Positionen wurden den Rechnungen zugrunde gelegt. Es wurde angenommen, dass die Burgersvektoren alle senkrecht zur Versetzungslinien stehen und gleich orientiert sind. Dies ist ausgehend von den Energieverschiebungsdipolen der gemessenen Defektreihen die wahrscheinlichste Ausrichtung.

Die berechneten und die gemessenen Energieverschiebungsdipole werden einander in Abbildung III.18 gegenüber gestellt. Da die freie Oberfläche bei der Berechnung nicht berücksichtigt wurde, sind, wie im Vorfeld schon besprochen (vgl. Abschn. I.1.2.1), die berechneten Absolutwerte der Bandlückenänderung um einen Faktor 2 bis 3 zu hoch. Analog zu den Ergebnissen für eine einzelne Versetzungen ergibt sich aber eine sehr gute qualitative Übereinstimmung des Energieverlaufs. Damit ist einerseits die Zuverlässigkeit der Berechnungsmethode gezeigt, und andererseits nachgewiesen, dass die Burgersvektoren in den betrachteten Versetzungsreihen tatsächlich alle die gleiche Orientierung senkrecht zur Reihe haben.

3.2.2 Verspannungsinduzierte Bindungsenergie zwischen Versetzungen

Ähnliche lineare Aufreihungen von Defekten gleichen Burgersvektors findet man zum Beispiel an Korngrenzen, wenn zwei benachbarte Kristallite einen kleinen Winkel miteinander einschließen (vgl. Abb. I.9). Allerdings gibt es auf den untersuchten freitragenden GaN-Schichten keine großräumigen Korngrenzen. Die Versetzungsreihen enden abrupt und es ist kein Muster oder eine geschlossene Linie (um einen verkippten Kristallteil) zu erkennen.

Die untersuchte Probe ist ca. $0,35 \text{ mm}$ dick. Das ist um einen Faktor > 300 mehr als der Abstand zweier Versetzungen in einer Kette. Nimmt man selbst kleinste Winkel an, in denen sich die Versetzungen lateral bewegen können, so müsste ein derartiges Muster bei so dickem Wachstum zerfallen. Dass diese Strukturen dennoch an der Probenoberfläche beobachtet werden können, erklärt sich dadurch, dass sie energetisch stabile Gebilde darstellen, was im Folgenden genauer erläutert werden soll.

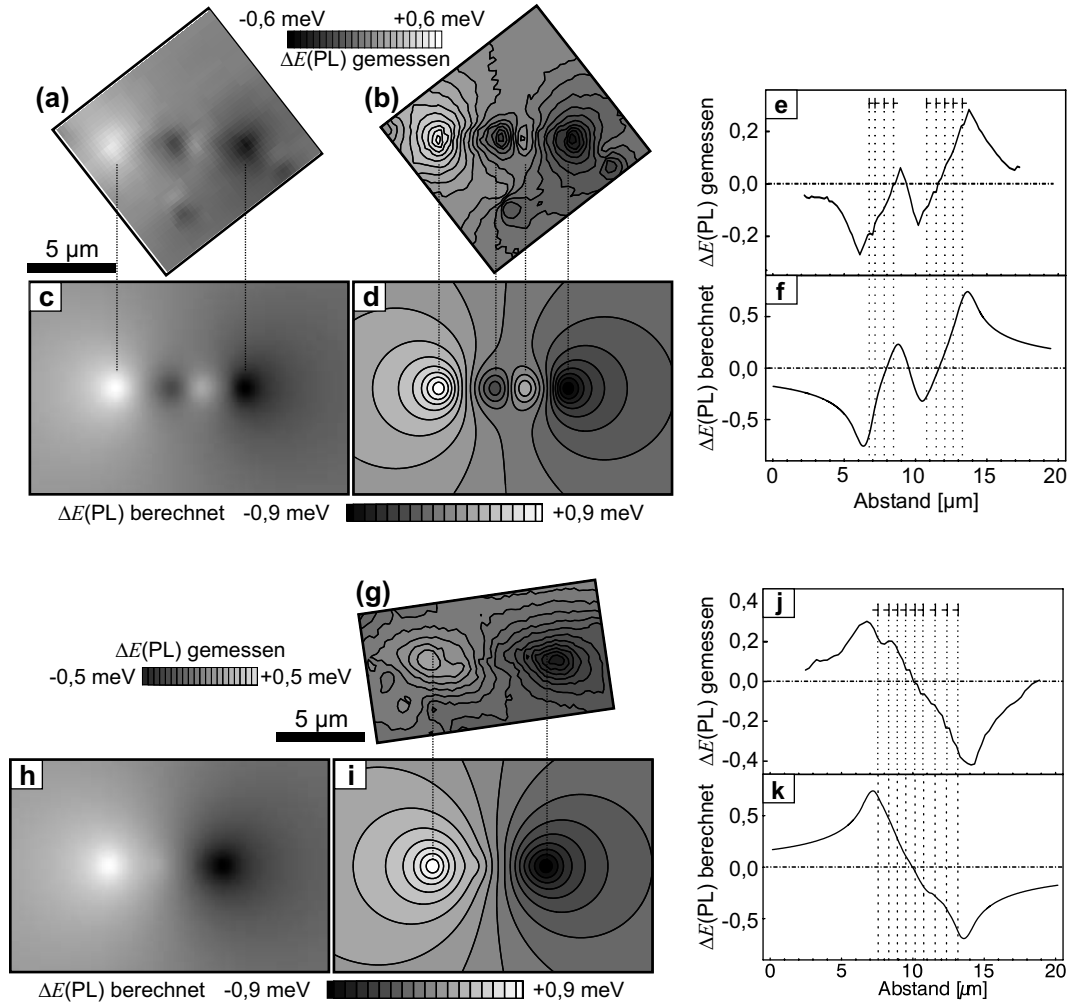


Abbildung III.18: Gegenüberstellung von gemessenen Energieverschiebungsdipolen (Teile a, b und e entsprechen Abb. III.18i, j und k; Teile g und j entsprechen Abb. III.18e und g) mit Berechnungen derselben Versetzungs-Anordnung wie im Text beschrieben. Die Längenskalen korrespondierender Bilder sind identisch.

Betrachten wir zunächst zwei parallele Stufenversetzungen entlang der $\langle 0001 \rangle$ -Richtung mit entgegengesetztem Burgersvektor. Abbildung III.19a stellt das Verspannungsdiagramm einer solchen Anordnung dar. Die Verzerrungstensoren können an jedem Punkt in der Ebene (abgesehen vom Versetzungskern) analytisch bestimmt werden. Die Gesamt-Verspannungsenergie (genauer gesagt die Energie pro Einheitslänge der Versetzung) dieser Anordnung kann damit nach Gleichung I.2.10 durch Integration über die Fläche berechnet werden. Da alle Verzerrungen außerhalb der Ebene senkrecht zu den Versetzungen Null sind, vereinfacht sich diese noch zu

$$F = c_{11}(\varepsilon_{11}^2 + 2\varepsilon_{12}^2 + \varepsilon_{22}^2) + 2c_{12}(\varepsilon_{11}\varepsilon_{22} - \varepsilon_{12}^2). \quad (\text{III.3.1})$$

Wie in Abbildung III.19a angedeutet, wird nun eine Versetzung gegenüber der anderen, festen Versetzung verschoben und für alle Relativpositionen die Energie berechnet.

Die konkrete Berechnung solch einer Anordnung wurde wieder auf einem Gitter der

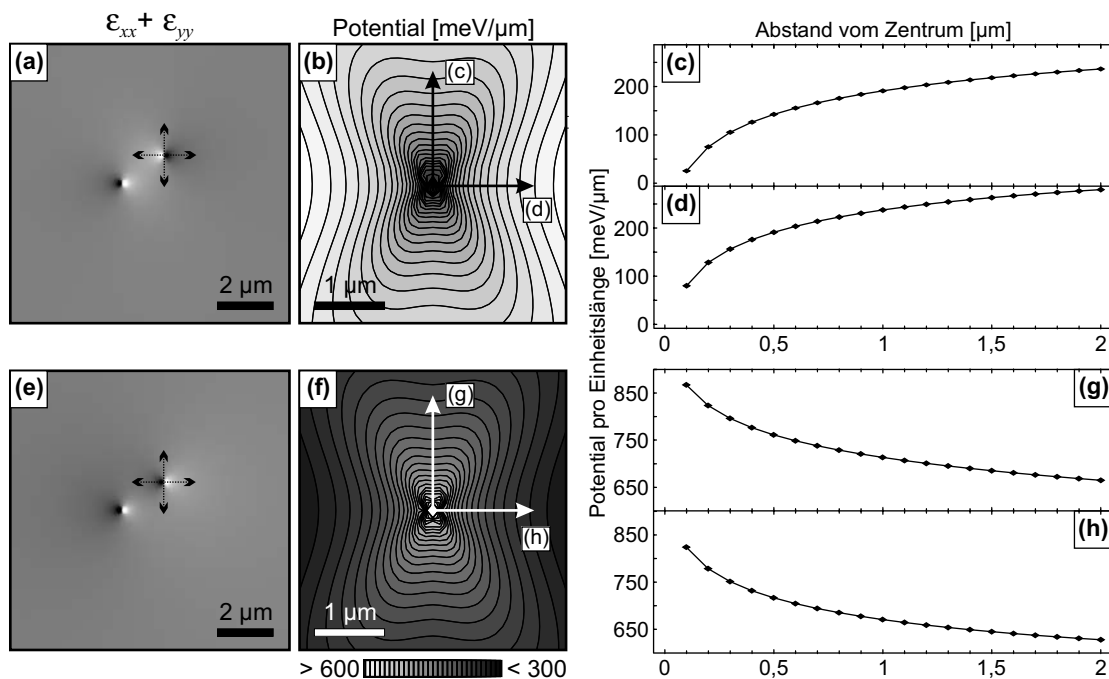


Abbildung III.19: Die Abbildungsteile a und e stellen die Verspannung ($\epsilon_{xx} + \epsilon_{yy}$) in der Umgebung von zwei Stufenversetzungen mit antiparallelem (a) bzw. parallelem (e) Burgersvektor dar, die senkrecht zur Bildebene verlaufen. Wird die eine Versetzung, wie mit den Pfeilen angedeutet bewegt, und jeweils die relativpositionsabhängige Energie (Energie pro Einheitslänge der Versetzung) nach Gl. III.3.1 berechnet, so ergeben sich die Potentiallandschaften in Bildteil b bzw. f (jede Höhenlinie entspricht einem Potentialunterschied von 10 $\text{meV}/\mu\text{m}$). In den übrigen Bildteilen sind vom Zentrum ausgehende Schnitte senkrecht (Teil c bzw. g) und waagrecht (d bzw. h) durch die Energielandschaft gezeigt. Die absolute Energie-Skalierung der Potentiallandschaft ist nicht von Bedeutung.

Gitterweite 25 nm ausgeführt, wobei die Versetzungskerne immer exakt zwischen je zwei Gitterpunkten platziert wurden. Die so berechnete Energie ist natürlich nicht die tatsächliche Gesamtenergie, da die Regionen nahe des Versetzungskerns nicht berücksichtigt wurden. Da die Versetzungskerne aber immer dieselbe Relativposition zu den umgebenden Gitterpunkten haben, liefern sie einen konstanten Beitrag. Die jeweilige Energieänderung bei verschiedenen Relativpositionen, also die potentielle Energie der Versetzungen zueinander, wird hauptsächlich von der Umgebung der Versetzungen bestimmt.

Wird nun die Gesamtenergie für alle möglichen Relativpositionen aufgetragen, so ergibt sich das in Abbildung III.19b gezeigte Bild. Aus der so erhaltenen, relativpositionsabhängigen Potentiallandschaft kann man ansehen (vgl. Schnitte in Abbildungsteilen c und d), dass sich eine Energie- bzw. Potentialerniedrigung ergibt, je näher sich die Versetzungen sind.

Dieses Ergebnis ist auch physikalisch sinnvoll, da sich nach Abschnitt 2.2.1 (Seite 27) zwei Versetzungen mit entgegengesetztem Burgersvektor treffen und — sofern keine äußeren Kräfte wirken — unter (Verspannungs-)Energiegewinn auslöschen können.

Für zwei Versetzungen mit identischem Burgersvektor (Abb. III.19e) invertiert sich, wie man aus einfachen Symmetrieüberlegungen sieht, die Potentiallandschaft

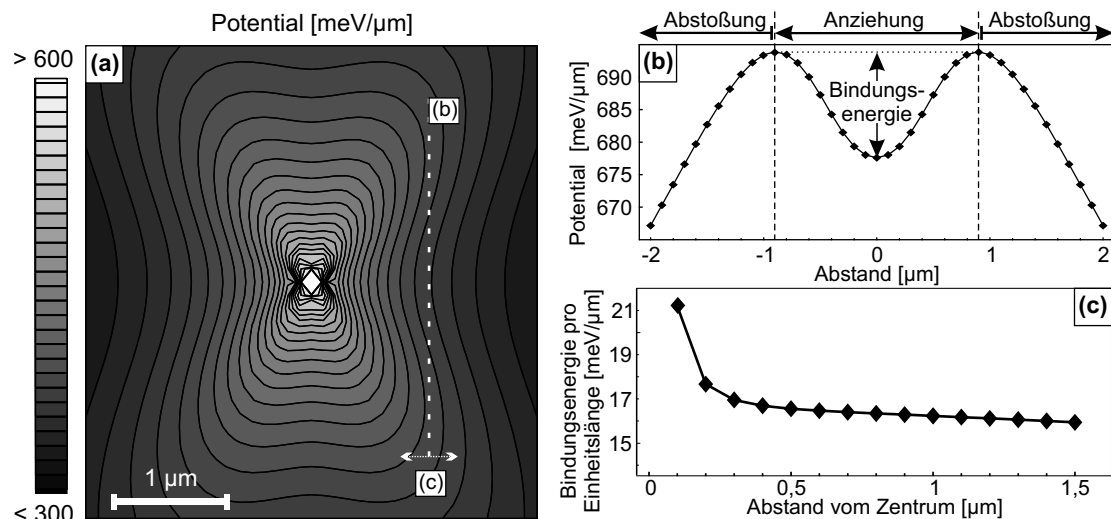


Abbildung III.20: *Abbildungsteil a ist eine Wiederholung von Abb. III.19f. Die Gleitrichtung der bewegten Versetzung ist durch die gestrichelte, weiße Linie angedeutet. Schneidet man die Potentiellandschaft entlang dieser Linie, so ergibt sich der in Teil b gezeigte Verlauf. Die Energiedifferenz zwischen dem Minimum bei $0 \mu\text{m}$ und dem Maximum gibt die Bindungsenergie der beiden Versetzungen gegen Gleitbewegungen an. Diese Bindungsenergie (pro Einheitslänge) ist in Abbildungsteil c gegen den horizontalen Abstand der Versetzungen aufgetragen.*

(Abb. III.19f) und die beiden Versetzungen stoßen sich in jeder Richtung ab (Schnittbilder Abb. III.19g und h).

Überträgt man das aber auf die Versetzungsreihen, in denen alle Versetzungen denselben Burgersvektor haben, bedeutet dies, dass im Laufe des Wachstums die einzelnen Versetzungen abstoßungsbedingt auseinanderdriften sollten.

Allerdings wurde dabei nicht berücksichtigt, dass Versetzungen eine bevorzugte Bewegungsrichtung haben. Stufenversetzungen bewegen sich — wegen der höheren Energiebarriere gegen das Klettern — auf Gleitebenen durch den Kristall, die parallel zum Burgersvektor liegen (siehe Abschnitt 2.2.1 auf Seite 27). Für die gemessenen Versetzungsreihen bedeutet dies eine Bewegung senkrecht zur Reihe bzw. für die beiden Versetzungen in Abbildung III.19e entlang der Vertikalen.

Abbildung III.20a zeigt die mögliche Gleitebene der variablen Versetzung im Potentialdiagramm (gestrichelte weiße Linie). Wie man unschwer erkennen kann, tritt entlang dieser Linie ein Minimum auf Höhe der anderen Versetzung auf (Abb. III.20b). Es ergibt sich eine verspannungsinduzierte Bindungsenergie, die die Versetzungen auf gleicher Höhe hält. Erst nach Überwindung dieser Potentialbarriere stoßen sich die Versetzungen letztendlich ab. Die Höhe dieser Barriere ist in Abb. III.20c gegen den horizontalen Abstand der beiden Versetzungen aufgetragen. Die Bindungsenergie ist im betrachteten Bereich mit ca. $16 \text{ meV}/\mu\text{m}$ nahezu unabhängig vom Abstand der Versetzungen. Die etwas erhöhten Werte bei sehr kleinen Abständen sind eventuell Artefakte der endlichen Gittergröße bei den Berechnungen.

Ähnliche Berechnungen lassen sich für beliebige Anordnungen von Versetzungen durchführen. Abbildung III.21 zeigt die Ergebnisse für eine Reihe von vier Versetzungen im Abstand von $-2, -1, 1$ und $2 \mu\text{m}$ von der Bildmitte. Alle haben denselben

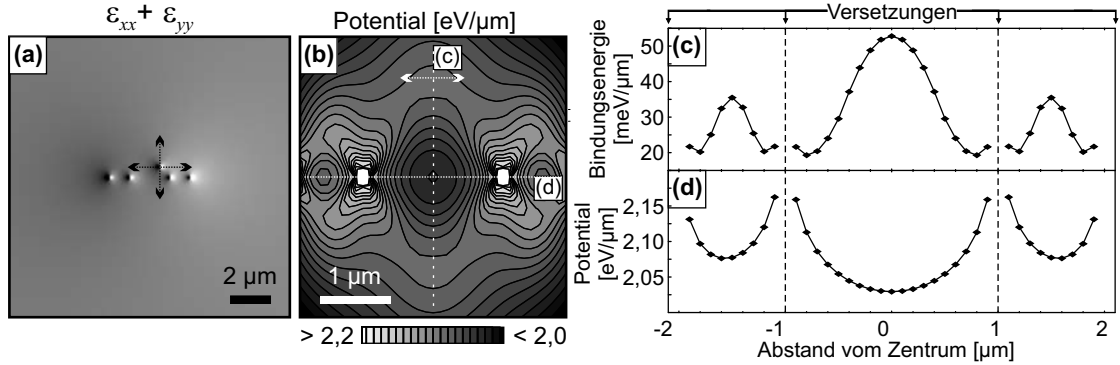


Abbildung III.21: Abbildung analog zu Abb. III.19 für vier Versetzungen mit identischem Burgersvektor in einer Reihe (Position -2 , -1 , 1 und $2 \mu\text{m}$ von der Bildmitte, alle Burgersvektoren senkrecht zur Reihe). Teil a stellt die Verspannung ($\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}$) dar, Teil b die Potentiallandschaft (Energie pro Einheitslänge der Versetzung). Jede Höhenlinie entspricht einem Potentialunterschied von $10 \text{ meV}/\mu\text{m}$. Ein Schnitt durch die Potentiallandschaft entlang der Dipol-Reihe ist in d dargestellt, während c die Bindungsenergie der Probeversetzung gegen Gleiten (analog Abbildung III.20c) zeigt.

Burgersvektor senkrecht zur Reihe. Es zeigt sich, dass Versetzungen innerhalb einer derartigen Reihe nicht nur gegen den Gleit- (Abb. III.21c) sondern auch gegen den Kletterprozess gebunden sind (Potentialmulden zwischen den Versetzungen in Abb. III.21d). Das bedeutet, dass eine Kette von Versetzungen nur an den Enden aufgelöst werden kann. Allerdings wird dafür an den Enden einer solchen Kette (hier nicht gezeigt) auch die Abstoßung beim Kletterprozess größer. Interessanterweise erhöht sich, wie weitere Berechnungen ergaben, die Potentialbarriere gegen Gleiten am Rand einer Kette gegenüber der Barriere bei nur zwei Versetzungen kaum, steigt aber dann mit größer werdendem Abstand der Gleitebene vom Kettenende an. Betrachtet man Abbildung III.20a genauer, so erkennt man, dass die anziehende Wirkung einer Versetzung auf Partner mit gleichem Burgersvektor innerhalb eines 45° Kegels stattfindet. Bei einer Versetzungskette ist der Winkel noch größer, was auch die mit dem Abstand vom Kettenende steigende Potentialbarriere erklärt. Theoretisch ist es tatsächlich so, dass innerhalb dieses Öffnungswinkels alle Versetzungen auf eine Linie gezogen werden. Dies würde auch Ordnungseffekte über viele Mikrometer möglich machen. Allerdings ist zu bedenken, dass die Höhe der Potentialbarriere für zwei Versetzungen mit dem Abstand konstant bleibt und für Versetzungsketten nur langsam mit dem Abstand vom Kettenende steigt. Wird der Abstand zu groß, so ist der Potentialgradient zu klein, um noch Ordnungseffekte hervorzurufen. Es scheint eine Höchstgrenze von ein bis zwei Mikrometern zu geben, ab der sich Defekte nicht mehr linear anordnen, da im Experiment keine Ketten mit höherem durchschnittlichem Versetzungsabstand gefunden wurden.

Die elastizitätstheoretischen Berechnungen haben also gezeigt, dass Versetzungen gleichen Burgersvektors durchaus in einer Reihe gebunden sein können, wenn man von Gleitprozessen als primärer Bewegung der Versetzungen ausgeht. Gegen ein Klettern von Versetzungen sind diese Strukturen aber nicht stabil. Leider gibt es wenig Daten über das tatsächliche Bewegungsverhalten von Versetzungen bei Wachstumsbedingungen, da alle Untersuchungsmethoden, die Versetzungen auflösen, in-

nerhalb des Wachstumsreaktors nicht durchführbar sind. Man sieht also immer nur das Ergebnis. Die hohe Potentialbarriere, die gegen den Kletterprozess in Volumenfestkörpern besteht, könnte während des Schichtwachstums kein so großes Hindernis darstellen, wenn sich eine Versetzung in die nächste Epitaxieschicht fortsetzt. Die hier vorgestellte, tatsächliche Beobachtung von Strukturen, die gegen einen Kletterprozess nicht stabil sind, stützt jedoch die Annahme, dass auch während des Wachstums, zumindest während des HVPE-Prozesses für die GaN-Substrate, Stufenversetzungen bevorzugt gleiten.

Bei allen vorangegangenen Betrachtungen wurde die Energiebarriere, die eine Versetzung überwinden muss, um ihre Richtung zu ändern — sei dies durch Gleiten oder Klettern — nicht direkt berechnet und mit den verspannungsinduzierten Potentialbarrieren verglichen. Eine derartige Berechnung ist schwierig, da es sich hierbei um Wachstumsprozesse handelt, die nicht mehr mit einfachen Modellen zur Versetzungsdynamik beschrieben werden können. Eine theoretische Modellierung dieser Vorgänge konnte in der Literatur nicht gefunden werden und würde auch den Rahmen dieser Dissertation sprengen.

Zusammenfassung und Ausblick

Erreichte Ergebnisse

Durch die geringe Defektdichte auf freitragenden GaN-Substraten und die hohe räumliche Auflösung des Messplatzes ist es gelungen, einzelne Versetzungen in Galliumnitrid mittels Mikrophotolumineszenz zu untersuchen. Die mit dieser Methode erreichte hohe spektrale Auflösung wird genutzt, um die Tieftemperatur-PL-Spektren aus der Umgebung von Versetzungen mit einer bisher nicht erreichten Genauigkeit zu analysieren.

Die Durchstoßpunkte einzelner Versetzungen durch die Probenoberfläche erscheinen wegen des nichtstrahlenden Charakters von Versetzungslinien als Stellen erniedrigter PL-Intensität. Um die so identifizierten Versetzungen konnten winzige Energieverschiebungen der PL-Linien in der Größenordnung von $\pm 0,1$ meV nachgewiesen werden, die, zentriert um den Versetzungskern, eine dipolartige Struktur aufweisen. Diese Dipole, die noch in mehreren Mikrometern Entfernung vom Versetzungskern nachweisbar sind, sind Folge der Verspannungen, die die in diesen Proben dominierenden Stufenversetzungen (und gemischten Versetzungen mit Stufenanteil) im Kristallgitter induzieren. Die mit diesem Versetzungstyp einhergehende zusätzliche Gitterebene fügt dem Kristallgitter auf der einen Seite der Versetzungslinie kompressive Verspannung, auf der anderen Seite tensile Verspannung zu. Diese Verspannungen wirken sich auf die Gitterkonstante und damit auf die Bandlücke des Materials aus, die wiederum die PL-Emissionswellenlänge im bandkantennahen Bereich bestimmt.

Mittels eines elastischen Deformationsmodells wurden Vergleichsrechnungen durchgeführt, die nicht nur qualitativ, sondern auch quantitativ den Verlauf der gemessenen Energieverschiebung reproduzieren konnten. Dabei stellte sich heraus, dass durch die oberflächennahe PL-Detektion die Oberflächenrelaxation des Kristallgitters besonders berücksichtigt werden muss.

Eine eindeutige Zuordnung der gemessenen Versetzung zum Typ Stufe (oder gemischte Versetzung mit Stufenanteil) konnte hergestellt werden. Somit ist zum ersten Mal eine optische Methode gefunden worden, die es erlaubt, Aussagen über den Versetzungstyp zu machen.

Da die Spannungsdipole eine eindeutige Richtung haben, die, wie man sich leicht überlegen kann, senkrecht auf dem Stufenanteil des Burgersvektors steht, liegt die Vermutung nahe, dass sich die Spannungsdipole entlang von hochsymmetrischen Kristallachsen anordnen. An einer Probe mit extrem geringer Versetzungsdichte ist schließlich eine genaue Richtungsauswertung geglückt, und dieser Zusammenhang konnte nachgewiesen werden. Anhand eines Vergleiches mit den $\{1\bar{1}00\}$ -Spaltkanten der untersuchten Probe konnte eine Orientierung der Spannungsdipole in Richtung der $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ -Kristallachsen festgemacht werden. Dies passt exakt zur $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ -Orientierung der Burgersvektoren. Damit erlaubt es die μ PL sogar, die Richtung eines Burgersvektors auf optischem Wege zu bestimmen, was bisher von keiner anderen Forschergruppe erreicht wurde.

Auf der defektarmen Probe wurde eine sehr große Fläche untersucht. Dadurch war es möglich, lineare Aufreihungen von Versetzungen zu beobachten, die auf dieser

Probe mit einer Flächendichte von $1,5 \cdot 10^{-4} \text{ cm}^{-2}$ auftreten. Der Burgersvektor der Versetzungen ist dabei immer in die gleiche Richtung senkrecht zur Reihe orientiert und die einzelnen Versetzungen haben einen durchschnittlichen Abstand von etwa einem Mikrometer. An den Enden dieser Reihen überlagern sich die Verspannungen der Versetzungen konstruktiv, was zur Projektion einer relativ großen Gesamtverspannung in diesen Bereich führt.

Die Versetzungsreihen wurden mittels eines elastischen Deformationsmodells untersucht. Es konnte gezeigt werden, dass sie gegen das Gleiten von Versetzungen energetisch stabile Gebilde sind, die sich also nur schwer durch epitaktisches Dickenwachstum abbauen lassen.

Versetzungen beeinflussen nicht nur die optischen Eigenschaften von LEDs und die Lebensdauer von Laserdioden. Die mit Versetzungen verbundenen Verspannungen vermindern die Beweglichkeit der Ladungsträger in Quantentrögen. Gerade diese Strukturen sind es aber, die die entscheidende Rolle in biologischen Sensoren und elektronischen Bauteilen auf Galliumnitrid-Basis spielen. Vor diesem Hintergrund ist ein genaues Wissen um die versetzungsinduzierten Spannungen im Kristall entscheidend. Gerade das Zusammenspiel und die räumliche Anordnung einzelner Versetzungen, die zu einer Summierung und Projektion von Verspannungen führen kann, ist der Untersuchung durch Mikrophotolumineszenz zugänglich. Somit kann auf nicht-invasive Weise Information über den Verspannungshaushalt von Proben gefunden werden, auf denen eventuell sogar noch weitere Epitaxieschritte möglich sind.

Ausblick

Die ursprüngliche Konzeption des μPL -Aufbaus mit seiner hohen räumlichen Auflösung prädestiniert ihn für Messungen an strukturierten Proben, wie sie z.B. beim ELOG-Verfahren entstehen. Auch wenn solche Strukturen von Osram nicht mehr weiter entwickelt werden, wird der ELOG-Ansatz nach wie vor von verschiedenen Instituten und Universitäten verfolgt und verspricht eine Reihe von interessanten Proben und Fragestellungen. Es wurde bereits eine Kooperation mit der Universität Ulm zur Messung an FACELO-Proben eingeleitet.

Bezüglich der Versetzungs-Thematik stehen noch einige Frage offen. Bisher wurden auf den untersuchten Proben keine reinen Schraubenversetzungen gefunden. Bis auf ganz wenige, nicht eindeutige Ausnahmen ist jede dunkle Stelle in der PL-Intensität — also jede Versetzung — mit einem Spannungsdipol gekoppelt und daher vom Typ perfekte Stufe oder gemischte Versetzung mit Stufenanteil. Die wenigen Fälle, bei denen kein Dipol gefunden wurde, zeigen jedoch auch eine leichte (radialsymmetrische) Modulation der Verspannung.

Eine Schraubenversetzung bewirkt an sich nur Scherkräfte und keine kompressive oder tensile Verspannung, die in der PL sichtbar wäre. Die beobachtete Modulation könnte ihre Ursache in der Relaxation der Scherverspannungen sehr nah an der Oberfläche haben. Diese Vermutung müsste aber durch entsprechende Berechnungen bestätigt werden. Sollten die Ergebnisse eindeutig ausfallen, so ist eventuell auch eine Unterscheidung zwischen reinen und gemischten Stufenversetzungen möglich. Die von einer gemischten Versetzung erzeugte Verspannung sollte in erster Näherung eine Superposition des Spannungsfeldes der reinen Stufe mit dem einer reinen Schraube sein.

Der Betrieb an den zwei von mir aufgebauten Messplätzen zur Mikro- und Makrophotolumineszenz (s.u.) geht weiter und von Clemens Vierheilig, meinem letzten Diplomanden, der zum Teil schon von meinem Nachfolger und ehemaligen Diplomanden Harald Braun betreut wird, wurden bereits verschiedene Fragestellungen beleuchtet. Hierbei geht es hauptsächlich um direkt bauteilrelevante Strukturen, wie InGaN/GaN-Quantentröge. Dabei sind Fragestellungen wie die Temperaturabhängigkeit der Spektren und PL-Intensität sowie die Ladungsträgerdiffusion in Quantentrögen interessant.

Weitere Arbeiten

Im Rahmen dieser Dissertation und der damit verbundenen Projektarbeiten wurden viele Themenkomplexe und Fragestellungen bearbeitet, von denen nur ein kleiner Teil in aller Ausführlichkeit dargestellt werden konnte. Die darüber hinaus durchgeführten Arbeiten sollen hier kurz vorgestellt werden.

ELOG–Strukturen

Die auf dem Gebiet ELOG gewonnenen Erkenntnisse bauen auf der dieser Arbeit vorangegangenen Diplomarbeit [Gmeinwieser2002] auf und wurden hauptsächlich zusammen mit Peter Gottfriedsen erarbeitet [Gottfriedsen2004, Gmeinwieser2004]. Wie in der Einleitung bereits beschrieben (Abschnitt I.3.2), kann die Kristallstruktur in den Flügeln von ELOG–Strukturen abknicken. Man spricht vom „Tilt“ der Flügel. Durch die Verkippung der Kristallstrukturen werden an der Grenze zwischen Fenster und Flügel Stufenversetzungen eingebaut, die über der Maskenkante perlschnurartig aufgereiht sind und entlang der $\langle 1\bar{1}00 \rangle$ –Flügelrichtung verlaufen. Diese Versetzungen sind auch noch in ein bis zwei Mikrometern Entfernung von der Kante in den Flügeln nachweisbar und verschlechtern die dortige Materialqualität durch induzierte Verspannung und Reduzierung der PL–Intensität erheblich. Bei geringen Fensterabständen dominieren diese Strukturen völlig, wodurch die Flügel sogar eine schlechtere Materialqualität als die Fenster aufweisen, also genau der gegenteilige Effekt erreicht wird, als mit dem ELOG–Defektreduzierungsverfahren beabsichtigt. Auch bei großem Fensterabstand schränken die defektreichen Bereiche die für Bauteile nutzbare Breite erheblich ein.

Es konnte gezeigt werden, dass dieses Abknicken sehr stark vom verwendeten Maskenmaterial abhängt. Durch einen Wechsel des Materials von SiO_2 zu SiN_x konnte der Tilt der Flügel fast vollständig eliminiert und die Qualität der ELOG–Strukturen erheblich verbessert werden.

Der aufwändige ELOG–Prozess auf SiC–Substraten wurde von Osram wegen der schlechten Erfolgsaussichten⁵ und den mittlerweile verfügbaren freitragenden GaN–Schichten eingestellt.

In situ SiN_x –Zwischenschichten

Wie in Abschnitt I.3.2.2 beschrieben, bewirken unter bestimmten Voraussetzungen auch *in situ* SiN_x –Zwischenschichten eine Reduzierung der Defektdichte in heteroepitaktischen GaN–Schichten. Es wurden PL– und μPL –Messungen an Teststrukturen mit und ohne SiN_x –Zwischenschicht und an kurz nach der Aufbringung des SiN_x verschieden weit epitaxierten Proben durchgeführt. Dabei konnte sowohl zum Verständnis des Anwachsprozesses auf solchen Schichten beigetragen werden, als auch (durch Messung der Energieverschiebung der Tieftemperatur– D^0X –Linie) der Einfluss der Zwischenschichten auf den Verspannungshaushalt der fertigen Epitaxie­schicht bestimmt werden. Die Ergebnisse wurden von Stephan Miller in seiner Dissertation [Miller2005] vorgestellt und teilweise zusammen mit Karl Engl veröffentlicht [Engl2006].

⁵Die ELOG–Struktur braucht eine gewisse Mindesthöhe, die die für Bauteile nutzbare Wachstumshöhe reduziert. Auf SiC–Substraten reißen wegen der tensilen Verspannung GaN–Schichten, die dicker als 3 bis 4 μm gewachsen wurden.

Arbeiten am IQE-Messplatz

Zusammen mit Harald Braun [Braun2005] wurden Messungen zur Feldabhängigkeit der PL-Emission am μ PL-Aufbau durchgeführt. Parallel dazu wurde ein komplett eigenständiger PL-Messplatz für die Bestimmung der Temperaturabhängigkeit der PL und damit der internen Quanteneffizienz (IQE) von Leucht- und Laserdiodenstrukturen wie auch fertig prozessierter LEDs entwickelt, aufgebaut und die Steuersoftware dazu geschrieben. Der neue Messplatz erlaubt es, mit einem definierten Anregungsfokus von 10 μ m Durchmesser die Photolumineszenzspektren in Abhängigkeit von der Temperatur und der angelegten Spannung zu messen. Aus einem Vergleich der PL-Intensitäten bei Tieftemperatur und Raumtemperatur kann man auf die interne Quanteneffizienz der aktiven Schicht von Leucht- und Laserdioden schließen.

Mit dem neuen Aufbau können in einem sehr schnellen Messzyklus an einem Tag bis zu neun Proben vollständig temperaturabhängig vermessen werden.

Anhang A

Elastizitätstheoretische Behandlung von Stufenversetzungen

Viele Berechnungen in dieser Arbeit stützen sich auf die Kenntnis der elastischen Verzerrungen bzw. Spannungen, die durch einzelne Stufenversetzungen hervorgerufen werden. Deren Herleitung ist in [Hirth1968] auf Seite 71ff. für den Fall kubisch isotroper Kristalle ausgeführt. In diesem Abschnitt soll diese Rechnung auf hexagonale Kristalle, wie das Wurtzit-Galliumnitrid, übertragen werden.

Eine lange gerade Stufenversetzung im Volumenkristall bewirkt entlang der Versetzungslinie keine Änderung der Gitterposition. Lediglich die Ebene senkrecht dazu wird beeinflusst. Die Versetzung verlaufe (wie in Galliumnitrid üblich) entlang der [0001]-Achse, also in z -Richtung (Notation siehe Abschnitt I.2.1.1). Es gilt daher

$$\begin{aligned}u_1 &= u_1(x_1, x_2), \\u_2 &= u_2(x_1, x_2), \\u_3 &= 0 \\ \text{und } \frac{\partial}{\partial x_3} &= 0.\end{aligned}\tag{A.1}$$

Damit kann man mit Hilfe von Gl. I.2.3 die Gleichungen I.2.4 vereinfachen zu

$$\frac{\partial \sigma_{11}}{\partial x_1} + \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x_2} = 0 \quad \text{und} \quad \frac{\partial \sigma_{12}}{\partial x_1} + \frac{\partial \sigma_{22}}{\partial x_2} = 0.$$

Diese Bedingungen sind automatisch erfüllt, wenn die Verspannungen folgende Form haben:

$$\begin{aligned}\sigma_{11} &= \frac{\partial^2 \psi}{\partial x_2^2}, \\ \sigma_{22} &= \frac{\partial^2 \psi}{\partial x_1^2} \\ \text{und } \sigma_{12} &= -\frac{\partial^2 \psi}{\partial x_1 \partial x_2},\end{aligned}\tag{A.2}$$

wobei ψ als die „Airy Verspannungsfunktion“¹ bezeichnet wird. Die Herangehensweise an das Problem der Stufenversetzung ist also, eine Lösung für ψ zu finden. Daraus lässt sich dann der Spannungstensor ableiten und daraus wiederum der Verzerrungstensor und die Verschiebungsvektoren \mathbf{u} .

Zur Berechnung von ψ sollte das Differentialgleichungssystem A.2 möglichst vereinfacht und auf eine Differentialgleichung reduziert werden. Dies ist möglich, indem man die Beziehung

$$\frac{\partial^2 \varepsilon_{11}}{\partial x_2^2} + \frac{\partial^2 \varepsilon_{22}}{\partial x_1^2} = 2 \frac{\partial^2 \varepsilon_{12}}{\partial x_1 \partial x_2} \quad (\text{A.3})$$

benutzt, deren Richtigkeit man leicht durch explizites Differenzieren von Gl. I.2.1 unter Verwendung von Gl. A.1 überprüfen kann. Man kann für Galliumnitrid mit Hilfe von Gleichung I.2.7 und I.2.6 für die Bedingungen in Gleichung A.1 den Spannungstensor und daraus die Einträge

$$\begin{aligned} \varepsilon_{11} &= \frac{c_{11}\sigma_{11} - c_{12}\sigma_{22}}{c_{11}^2 - c_{12}^2}, \\ \varepsilon_{22} &= \frac{c_{12}\sigma_{11} - c_{11}\sigma_{22}}{c_{12}^2 - c_{11}^2} \\ \text{und } \varepsilon_{12} &= \frac{\sigma_{12}}{c_{11} - c_{12}} \end{aligned} \quad (\text{A.4})$$

des Verzerrungstensors bestimmen. Setzt man diese in Gleichung A.3 ein und verwendet die Beziehungen aus Gl. A.2, so erhält man

$$\frac{\partial^4 \psi}{\partial x_1^4} + \frac{\partial^4 \psi}{\partial x_2^4} + 2 \frac{\partial^4 \psi}{\partial x_1^2 \partial x_2^2} = 0,$$

was vereinfacht werden kann zu

$$\left(\frac{\partial^2}{\partial x_1^2} + \frac{\partial^2}{\partial x_2^2} \right)^2 \psi = (\nabla^2)^2 \psi = \nabla^4 \psi = 0, \quad (\text{A.5})$$

oder in Polarkoordinaten

$$\left(\frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} r \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} \right)^2 \psi = \left(\frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} \right)^2 \psi = 0.$$

Eine analoge Rechnung für kubische, isotrope Kristalle führt zum gleichen Ergebnis. Eine Ursache für diese Identität kann die Isotropie des hexagonalen Galliumnitrids in der betrachteten $\{0001\}$ -Ebene sein.

Für die konkrete Lösung dieser Differentialgleichung benutzen wir die Substitution $\phi = \nabla^2 \psi$. Der physikalische Hintergrund: $\phi = (\sigma_{xx} + \sigma_{yy})$ entspricht dem hydrostatischen Druck. Damit kann man die Polarkoordinatenversion von Gleichung A.5 schreiben als

$$(\nabla^2)^2 \psi = \nabla^2 \phi = \left(\frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} \right) \phi = 0$$

¹engl.: Airy stress function

Da diese Gleichung harmonisch und damit separabel ist, besitzt sie Lösungen der Form

$$\phi = \sum_n R_n(r) \phi_n(\theta),$$

wobei R_n Terme der Ordnung $r^{\pm n}$ sind. Berücksichtigt man, dass der hydrostatische Druck — und damit ϕ — auf der Seite der eingeschobenen Gitterebene (also bei $\theta = \pi/2$) ein Maximum und auf der anderen Seite der Versetzungslinie ($\theta = -\pi/2$) ein Minimum haben sollte und mit steigendem Abstand r von der Versetzungslinie abklingen sollte, und schließt man unphysikalische Terme aus (Näheres siehe [Hirth1968] S. 72f), so bleibt als einzig physikalisch sinnvolle Lösung für hinreichend große Abstände vom Versetzungskern

$$\phi = \beta \frac{1}{r} \sin \theta,$$

wobei β ein noch zu bestimmender, freier Parameter ist. Aus ähnlichen Überlegungen bleibt bei der Resubstitution

$$\nabla^2 \psi = \left(\frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{1}{r^2} \frac{\partial^2}{\partial \theta^2} \right) \psi = \phi = \beta \frac{1}{r} \sin \theta$$

als Lösung (in kartesischen Koordinaten $\{x, y\}$ und Polarkoordinaten $\{r, \theta\}$)

$$\psi = \frac{\beta}{2} \frac{1}{2} y \ln(x^2 + y^2) = \frac{\beta}{2} r \sin \theta \ln r. \quad (\text{A.6})$$

Daraus kann mittels Gleichungen A.2 und A.4 $\varepsilon_{11} = \varepsilon_{xx}$ berechnet werden. Integriert man alle ε_{xx} entlang des Burgersvektors (hier x -Richtung) auf, so erhält man aus der Differenz der Verzerrungen ε_{xx} überhalb und unterhalb der Versetzung den Betrag des Burgersvektors, da sich alle infinitesimalen Gitterverzerrungen schließlich zu einer vollen eingeschobenen Ebene addieren müssen:

$$b = - \int_{-\infty}^{\infty} (\varepsilon_{xx}(x, \eta) - \varepsilon_{xx}(x, -\eta)) \, d\eta \quad \text{mit } \eta \rightarrow +0.$$

Durch konkretes Ausführen der Integration für hexagonale Kristalle (wie GaN) lässt sich der freie Parameter β bestimmen zu

$$\beta = \frac{b}{2\pi} \frac{c_{11}^2 - c_{12}^2}{c_{11}}.$$

Damit ist die Airy Verspannungsfunktion im hexagonalen Gitter

$$\psi = \frac{b}{4\pi} \frac{c_{11}^2 - c_{12}^2}{2c_{11}} y \ln(x^2 + y^2).$$

Nach den Gleichungen A.2 errechnen sich daraus unter Verwendung von Gl. I.2.11 die Einträge des Spannungstensors zu

$$\sigma_{xx} = \frac{b}{2\pi} \frac{c_{11}^2 - c_{12}^2}{2c_{11}} y \frac{3x^2 + y^2}{(x^2 + y^2)^2},$$

$$\begin{aligned}
 \sigma_{yy} &= \frac{b}{2\pi} \frac{c_{11}^2 - c_{12}^2}{2c_{11}} y \frac{-x^2 + y^2}{(x^2 + y^2)^2}, \\
 \sigma_{xy} &= -\frac{b}{2\pi} \frac{c_{11}^2 - c_{12}^2}{2c_{11}} x \frac{x^2 - y^2}{(x^2 + y^2)^2}, \\
 \sigma_{zz} = \nu(\sigma_{xx} + \sigma_{yy}) &= \frac{b}{\pi} \frac{(c_{11} - c_{12})c_{13}}{2c_{11}} \frac{y}{x^2 + y^2}, \\
 \sigma_{xz} = \sigma_{yz} &= 0.
 \end{aligned}$$

Daraus lässt sich der Verzerrungstensor berechnen:

$$\begin{aligned}
 \varepsilon_{xx} &= \frac{b}{4\pi} y \frac{(3c_{11} + c_{12})x^2 + (c_{11} - c_{12})y^2}{c_{11}(x^2 + y^2)^2}, \\
 \varepsilon_{yy} &= \frac{b}{4\pi} y \frac{-(c_{11} + 3c_{12})x^2 + (c_{11} - c_{12})y^2}{c_{11}(x^2 + y^2)^2}, \\
 \varepsilon_{xy} &= \frac{b}{2\pi} \frac{c_{11} + c_{12}}{c_{11}} x \frac{x^2 - y^2}{(x^2 + y^2)^2}, \\
 \varepsilon_{zz} = \varepsilon_{xz} = \varepsilon_{yz} &= 0.
 \end{aligned} \tag{A.7}$$

Diese Lösungen entsprechen formal denen für den kubisch isotropen Fall aus [Hirth1968] Seite 74, aber die Vorfaktoren für hexagonale Kristalle wie Galliumnitrid sind deutlich verschieden. Abbildung A.1 zeigt eine Auftragung der Komponenten des Verzerrungstensors nach Gl. A.7 für eine Stufenversetzung in GaN.

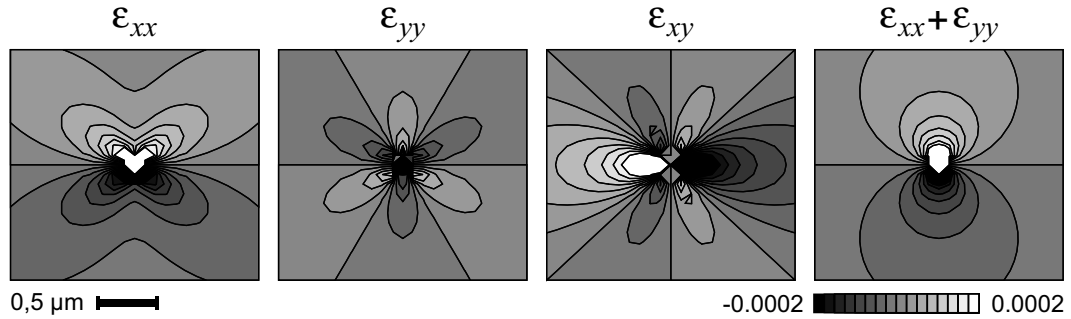


Abbildung A.1: Berechnung der Komponenten des Verzerrungstensors (ε_{xx} , ε_{yy} und ε_{xy}) nach Gleichung A.7 für eine perfekte Stufenversetzung entlang der $\langle 0001 \rangle$ -Richtung in der Ebene senkrecht zur Versetzungslinie. Wegen der Singularität am Versetzungskern (Bildmitte) ist die Skalierung frei gewählt. Die Grafik für $\varepsilon_{xx} + \varepsilon_{yy}$ entspricht der resultierenden hydrostatischen Volumenänderung. Für die Berechnung wurden die Elastizitätskonstanten für Galliumnitrid aus Gl. I.2.8 zugrundegelegt.

Anhang B

Verwendete Geräte und Optiken

Im Folgenden sind die technischen Daten und einige Besonderheiten der im Mikro-Photolumineszenz-Aufbau verwendeten Geräte und Optiken zusammengefasst.

1 Verwendete Geräte

1.1 Laser

Für die vorliegende Arbeit wurde nur die 334 nm-Linie des Ar⁺-Lasers genutzt. Der Kr⁺- und der HeCd-Laser werden am μ PL-Aufbau für spezielle Aufgaben eingesetzt (s.u.). Sie verbrauchen weniger Energie und sind einfacher zu kühlen als der Ar⁺-Laser. Sie helfen außerdem, die Betriebsstunden der Ar⁺-Laserröhre, eines teureren Verschleißteils, gering zu halten.

Ar⁺-Laser

Argon-Ionen-Laser, Modell 2045E, der Firma Spectra-Physics

- Einzelne Linien im UV und sichtbaren Spektralbereich durch geeignete Spiegelsätze in Kombination mit verkippbarem Prisma selektierbar
- Stabiles, gaußförmiges Modenprofil (TEM₀₀)
- Strahldurchmesser am Ausgang ~ 2 mm
- Spezifizierte min. Ausgangsleistung von 25 W im sichtbaren Spektralbereich
- Spezifizierte min. Ausgangsleistung von 7 W im gesamten UV-Bereich
- Leistung bei 334 nm und 380 nm in der Größenordnung von 0,1 W (abhängig vom Alter der Laserröhre)
- Sehr geringe Strahldivergenz
- Hoher Stromverbrauch und große Abwärme, starke Wasserkühlung notwendig
- Sehr schlechter Wirkungsgrad bei 334 nm ($\eta \ll 10^{-5}$)

Für die Anregung von GaN über die Bandkante wird die stärkste Linie (meist 334,5 nm) des Triplets bei 333,6 nm, 334,5 nm und 335,8 nm ausgewählt. Für die selektive Anregung von Quantentrögen hat sich die Verwendung einer Laserlinie bei 379,9 nm bewährt. Plasmalinenfilter sind für beide Bereiche vorhanden.

Durch einen Wechsel der Spiegelsätze im Messaufbau sind auch Raman-Messungen z.B. bei der intensiven 514,5 nm-Linie dieses Lasers (mehrere Watt) möglich.

Kr⁺-Laser

Coherent Inova Enterprise Ion Laser

- Feste Wellenlänge von 413 nm
- Leistung regelbar bis 52 mW
- Stabiles, gaußförmiges Modenprofil (TEM₀₀)
- Strahldurchmesser am Ausgang ~ 2 mm.
- Größere Strahldivergenz als beim Ar⁺-Laser
- Schwache Wasserkühlung notwendig

Als selektive Anregungsquelle für niederenergetischere ($\lambda_{\text{Quantentrog}} \leq 420$ nm) Quantentröge genutzt [Braun2005].

HeCd-Laser

Helium-Cadmium-Laser

- Feste Wellenlänge von 325 nm
- Leistung fest bei ca. 6 mW
- Luftkühlung
- Ringförmiges oder TEM₁₀-Modenprofil
- Strahldurchmesser am Ausgang ~ 2 mm.

Als Anregungsquelle für GaN über der Bandkante bei sehr geringen Leistungen genutzt.

1.2 Mikroskopobjektive

Im Laufe der vorliegenden Arbeit stellte sich heraus, dass das bisher verwendete Linsenobjektiv wegen seiner hohen chromatischen Aberration im UV für viele Messaufgaben ungeeignet ist. Daher wurde ein Spiegelobjektiv angeschafft, das ab Anfang 2003 für fast alle Messungen verwendet wurde. Das Linsenobjektiv wird noch eingesetzt, wenn es auf hohe Tiefenschärfe ankommt, die das Spiegelobjektiv konstruktionsbedingt nicht liefern kann (Fangspiegel verhindert Licht auf optischer Achse).

Linsenobjektiv

Zeiss Planfluor 440864 Objektiv

- 40-fache Vergrößerung
- $NA = 0,6$
- Arbeitsabstand: 1,8 mm
- Strahlengang auf Tubuslänge ∞ korrigiert
- Einstellbare Deckglaskorrektur von 0 bis 2 mm
- Eintrittsöffnung Durchmesser 5 mm

Die Transmission liegt bei ca. 40 % bei $\lambda = 334$ nm und im Bereich ab $\lambda > 360$ nm bei 60 % und mehr (siehe Abb. B.1).

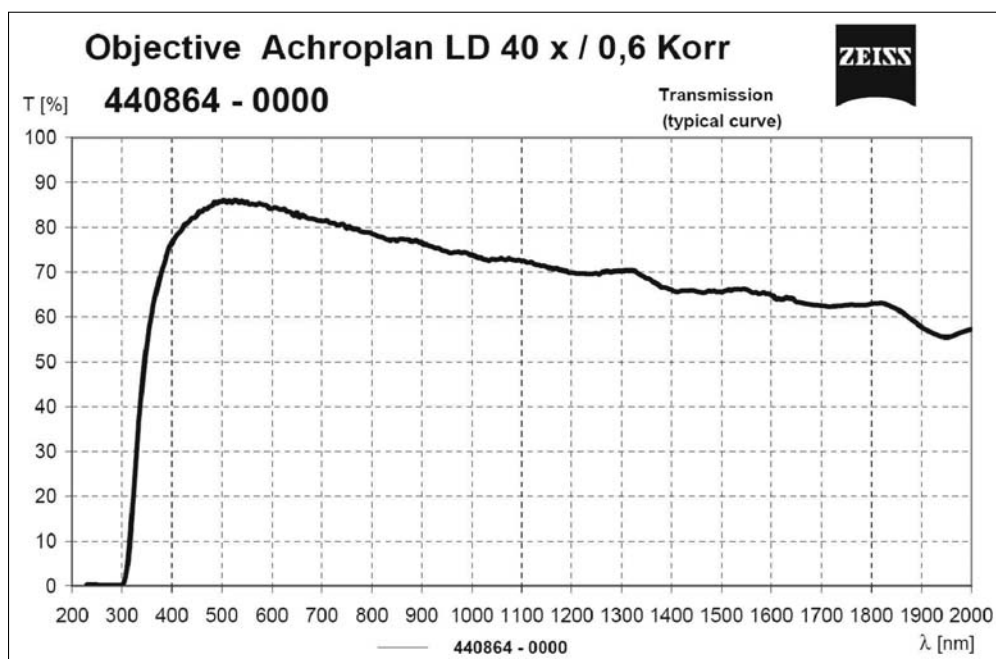


Abbildung B.1: Wellenlängenabhängige Transmission des Zeiss Planfluor 440864-Objektivs. Quelle: Carl Zeiss AG.

Spiegelobjektiv

Ealing 25-0548 X52 Objektiv (Schemazeichnung siehe Abb. B.2.)

- 52-fache Vergrößerung
- $NA = 0,65$
- Arbeitsabstand: 1,9 mm
- Brennweite (nominell) 3,55 mm
- Strahlengang auf Tubuslänge 120 mm bis ∞ einstellbar
- Einstellbare Deckglaskorrektur von 0 bis 1 mm
- Eintrittsöffnung Durchmesser (Fangspiegeldurchmesser): 4,6 mm

Die „Absorption“ dieses Objektivs ist nicht nur durch die Reflektivität der Aluminium-Beschichtung auf Sammell- und Fangspiegel von durchschnittlich $R \approx 89\%$ gegeben, sondern auch entscheidend dadurch bestimmt, dass das zentrale Lichtbündel konstruktionsbedingt durch den Fangspiegel ausgeblendet wird. Hier ist aber gerade die höchste Intensität zu erwarten, z.B. bei einem gaußförmigen Laserstrahl. Daher ist die Transmission dieses Objektivs für den Anregungslaser (334 nm) ca. $T \approx 1/4$.

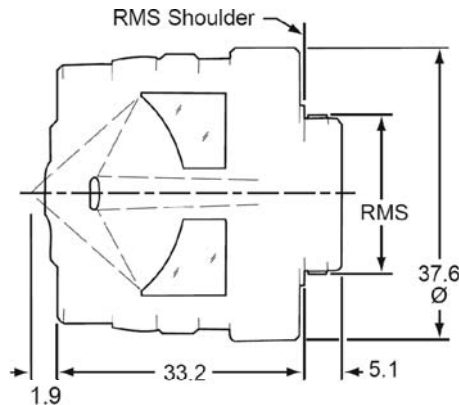


Abbildung B.2:
Schemazeichnung des Ealing
25-0548 X52 Spiegelobjektivs.
Einheiten in Millimeter.
Quelle: Ealing Katalog

1.3 Probenhalter und Kryostat

Raumtemperatur-Probenhalter

Die zu untersuchenden Proben liegen meist als Wafer oder Waferstücke vor. Da sich der Piezotisch ruckartig bewegen kann, was zum Verrutschen der Proben führen würde, werden für Raumtemperaturmessungen größere Stücke oder Wafer über eine Vakuum-Saugvorrichtung fixiert und kleinere Stücke mit einem gut ablösbaren Kleber oder Silberleitlack aufgeklebt. Für spezielle Proben wie fertige Leuchtdioden oder Laserbarren können auf einer Grundplatte variable Probenhalter angebracht werden, die nur durch den Abstand von Piezotisch und Mikroskopobjektiv limitiert sind und auch die elektrische Kontaktierung ermöglichen. Derartige Aufbauten wurden in der Diplomarbeit von Harald Braun eingesetzt [Braun2005].

Kryostat

Für Tieftemperaturmessungen werden die Proben in einen Mikroskopkryostaten eingesetzt. Hierbei handelt es sich um einen Helium-Durchflusskryostaten, der Proben auf eine einstellbare Temperatur zwischen ca. 4 K und Raumtemperatur kühlt. Das Besondere an einem derartigen Kryostaten ist es, dass die Probe sehr knapp (~ 1 mm hat sich bewährt) unter einem dünnen Beobachtungsfenster liegt, so dass sie noch innerhalb des Arbeitsabstands üblicher Mikroskopobjektive liegt (Abstand Objektivöffnung – Probe, hier ca. 1,8 mm).

Für die Montage im Kryostaten müssen die Proben auf einen Kupferprobenhalter aufgeklebt werden, der in den Kryostaten eingeschraubt wird. Die Größe ist durch den Fensterdurchmesser von 8 mm limitiert. Als Kleber hat sich „Rubber-Cement“,

ein amerikanischer Papierkleber des Herstellers ROSS¹, hervorragend bewährt. Er ist sehr gut wieder abzulösen, gleicht unterschiedliche temperaturbedingte Ausdehnungen von Probe und Probenhalter gut aus und hält mehrere Kühlzyklen, ohne dass die Probe den Wärmekontakt verliert.

Technische Daten: KONTI Mikroskop-Kryostat der Firma Kryovac.

- Typ: Durchfluss–Heliumkryostat
- Probenraum unter Isoliervakuum ($< 10^{-5}$ mbar)
- Probenaufnahme: Herausschraubbarer Kupfer–Probenhalter (evtl. vergoldet) verschiedener Bauweise, gekühlt wird primär die Probenhalteraufnahme.
- Beobachtungsfenster: Zentrales Fenster aus 0,2 mm dickem Saphir, Durchmesser ca. 8 mm
- Arbeitsabstand: Proben können bis ca. 0,5 mm unter dem Beobachtungsfenster platziert werden
- Temperaturbereich: Raumtemperatur bis ca. 4 K.
- Vierpunkt–Temperaturmessung über Si–Diode (Typ CY7-CU4 von Newport–Omega) an der Probenhalteraufnahme
- Gegenheizen über 25 Ω –Heizwiderstand möglich
- Temperatur und Heizung über Lakeshore 330 Temperature Controller geregelt

Bei stoßweisem Heliumdurchfluss sind kurzzeitig auch Temperaturen unter 4 K herstellbar (bis ca. 3,5 K). Bis zu ca. 20 K lässt sich die Temperatur durch ständiges Pumpen an der Heliumrückführung und geregelten Heliumzufluss einstellen. Eine gute Langzeitstabilität wird hier bei nominellen Temperaturen von 5 K bis 6 K erreicht. Für genauere Messungen kann mit dem Temperaturcontroller gegengeheizt werden. Für höhere Temperaturen als 50 K reicht bei minimaler Kühlung die Heizleistung des Temperaturcontrollers nicht aus. Hier muss während des Aufwärmens des Kryostaten gemessen werden. Durch Stoßkühlung kann der Soll–Temperaturwert mehrmals erreicht werden.

Die an der Probenhalteraufnahme gemessene, nominelle Temperatur weicht wegen des Wärmeeintrags durch das Kryostatenfenster und den nicht optimalen Wärmeübergang Probe \leftrightarrow Kleber \leftrightarrow Probenhalter \leftrightarrow Probenhalteraufnahme von der realen Probertemperatur ab. Kontrollmessungen mit einer Silizium–Diode, die auf den Probenhalter auf dieselbe Art aufgeklebt wurde wie eine Probe, haben eine Diskrepanz von etwa +2 K bei ca. 6 K nomineller Temperatur ergeben.

Allerdings führt der Wärmeeintrag durch den Laserfokus zu Unwägbarkeiten. Wird z.B. ein Laser bei wenigen Milliwatt optischer Leistung auf die (goldbeschichtete) Diode fokussiert, so steigt die Temperatur sprunghaft um ca. 4 K. Dies ist nicht in gleicher Weise auf eine Probe übertragbar, sollte aber bei der Interpretation der Messergebnisse im Hinterkopf behalten werden. Eine Abweichung zwischen Ist– und Soll–Temperatur von ca. 5 K bei einer nominellen Temperatur von ca. 6 K und durchschnittlicher Laserleistung ist realistisch. Für die PL–Messungen der vorliegenden Arbeit wurde immer die nominelle Temperatur angegeben.

Zur elektrisch leitenden Kontaktierung stehen im Kryostaten Kontaktleisten zur Verfügung und für elektrisch leitende Kontakte zum Probenhalter wurde Silberleitlack als Kleber verwendet [Braun2005].

¹ROSS Products inc.; Columbus OH; 43215-3799; USA

1.4 Verschiebetische

Zur Abrasterung der Probe ist es notwendig, sie reproduzierbar und genau unter dem ortsfesten Mikroskopfokus zu verfahren. Diese Aufgabe erledigt ein computer-gesteuerter Nanopositioniertisch (Piezo-Verschiebetisch) mit $100 \times 100 \times 20 \mu\text{m}^3$ Verfahrweg (x,y,z). Dieser Piezotisch ruht seinerseits auf einem Grobpositioniertisch (x,y) mit großem Verfahrweg, der es ermöglicht, manuell unter Sichtkontrolle mit der Beobachtungskamera Probenstellen oder verschiedene im Kryostat eingebaute Proben anzufahren.

Zum Scannen wird jeweils der ganze Probenhalter bzw. Kryostat samt Probe vom Piezotisch bewegt. Die Position wird unabhängig von Hysterese und Drift der Piezo-elemente über eine kapazitive Rückkopplungsschleife (PID-Regler) reproduzierbar auf wenige Nanometer genau eingestellt und gehalten. Die Messung an einer Probenstelle erfolgt erst, nachdem die gewünschte Position zuverlässig erreicht wurde.

Grobpositioniertisch

XY-Verschiebetisch, gebaut nach Konstruktionszeichnungen von Christian Truppel in den Mechanischen Werkstätten der Physik (Universität Regensburg) zur Vorpositionierung des Nanopositioniertisches durch manuelle Mikrometerschrauben mit großem Verstellweg.

- Präzise laterale Verschiebung bei hoher Tragkraft durch Führungsschienen der Fa. Schneeberger
- Verstellweg in beide Richtungen $\sim 2 \text{ cm}$
- Anfahren einer Position auf ca. $1 \mu\text{m}$ genau
- Arretierung durch Gegenklemmung möglich

Nanopositioniertisch

XYZ-Verschiebetisch der Firma PI (Physik Instrumente)

- Tisch: PI P517.30 Piezo Flexure Stage
- Controller: PI E710 Controller
- Computeranbindung: IEEE-488-Interface
- Tragkraft ca. 500 N
- Verstellweg (x,y,z): $100 \times 100 \times 20 \mu\text{m}^3$
- Kapazitives Positionsmesssystem über PID-Regler mit den Piezoelementen rückgekoppelt, daher reproduzierbares (auch nach Ausschalten) und genaues Anfahren einer Position möglich
- Genauigkeit mit leichtem Raumtemperatur-Probenhalter: $\sim \pm 2 \text{ nm}$
- Genauigkeit mit Kryostat: $< \pm 50 \text{ nm}$

Die Positioniergenauigkeit wurde durch wiederholtes Auslesen der Position des Tisches ermittelt. Die größere Ungenauigkeit bei Belastung mit dem Kryostaten liegt an der trägeren Masse und der zusätzlichen Belastung durch Überheber und Vakuumschläuche.

Die Last sollte kein Drehmoment und keine seitlichen Kräfte auf den Piezotisch

ausüben, da dies zur Zerstörung oder zumindest zu großen Positioniergenauigkeiten bzw. Einschwingzeiten des PID-Reglers führt. Durch den Hebelarm des Überhebers ist genau das jedoch der Fall. Es hat sich herausgestellt, dass die relativ starren Vakuumschläuche sogar noch eine wesentlich größere Kraft auf den Kryostaten ausüben. Vor der Befestigung des Kryostaten am Verschiebetisch sollten daher die Schläuche derart gebogen werden, dass der Kryostat möglichst eben und kräftefrei auf dem Verschiebetisch aufliegt. Eventuell kann dies mit einer Federung unter dem Überhebersausleger des Kryostaten noch unterstützt werden.

1.5 Spektrometer

Spektrograph und CCD-Kamera stammen von der Firma Jobin-Yvon. Leider ist diese (mittlwerweile veraltete) Produktreihe der CCD-Kameras äußerst fehleranfällig und wurde mit schlechter Software geliefert. Daher wurde im Rahmen der dieser Arbeit vorangegangenen Dipolmarbeit [Gmeinwieser2002] eine Steuersoftware inklusive neuer CCD-Kamera-Treiber und Monochromatortreiber geschrieben, die die mitgelieferte Software ersetzt.

Eine große Fehlerquelle ist der anfällige CCD-Controller, der bei hohen Umgebungstemperaturen fehlerhafte Signale liefert und oft abstürzt. Das im Spektrometer integrierte Shutterssystem der Kamera ist nicht für hohe Beanspruchung ausgelegt und musste mehrfach aufwändig repariert oder ausgetauscht werden.

Spektrograph

Jobin-Yvon Triax 550

- Typ: Czerny-Turner Gitterspektrograph
- Drei automatisch wechselbare optische Gitter mit $G_a = 150, 1200$ oder 2400 Linien/mm, was einem aufgenommenen Spektrum von ca. $300, 40$ und 20 nm Weite entspricht
- Motorisierter Eintrittsspalt: 0 mm bis 2 mm
- Ebert-Winkel (Summe aus Eingangs-Ebert-Winkel und Ausgangs-Ebert-Winkel): $\vartheta_E = 6,498^\circ + 6,498^\circ = 12,996^\circ$
- Fokallänge $F = 532$ mm
- Neigungswinkel des CCD-Chips $\varphi_t = 12,5^\circ$
- Computeranbindung: IEEE-488-Interface

Mittels folgender Formel kann aus der Wellenlängen-Position λ_c des mittleren CCD-Pixels (Pixelnummer P_c) die zugehörige Wellenlänge $\lambda(P, \lambda_c)$ jedes CCD-Pixels an der Position Nr. P bestimmt werden (siehe [Lerner1988] Seite 43ff.; gilt sowohl für Czerny-Turner-, als auch für Fastie-Ebert-Monochromatoren):

$$\lambda(P, \lambda_c) = \left[\sin \left\{ \arcsin \left(\frac{O \lambda_c G_a}{2 \cos \left(\frac{\vartheta_E}{2} \right)} \right) - \frac{\vartheta_E}{2} \right\} + \right. \\ \left. \sin \left\{ \arcsin \left(\frac{O \lambda_c G_a}{2 \cos \left(\frac{\vartheta_E}{2} \right)} \right) + \frac{\vartheta_E}{2} + \varphi_t - \right. \right. \\ \left. \left. \arctan \left(\frac{F \sin(\varphi_t) + W_P(P - P_c)}{F \cos(\varphi_t)} \right) \right\} \right] / (O G_a),$$

mit O der verwendeten Beugungsordnung des Gitters; G_a der Linienzahl des Gitters; W_P der Weite eines Pixels auf der CCD-Kamera; ϑ_E der Summe aus Eingangs- und Ausgangs-Ebert-Winkel; F der Fokallänge des Spektrographen; sowie φ_t dem Neigungswinkel des CCD-Chips. Die spektrale Position λ_c des Zentrumpixels wird vom Monochromator nach einer primären Eichung selbst verwaltet und vom Computer ausgelesen.

CCD-Kamera

Jobin-Yvon Spectrum One

- Aktive Fläche: 1024×512 Pixel
- Mittlerer Pixel Nr. (nominell): $P_c = 511,5$
- AD-Wandler: 16-Bit oder 14-Bit (schneller)
- Pixelweite $W_P = 26 \mu\text{m}$
- Computeranbindung: IEEE-488-Interface

1.6 Beobachtungs-Kamera

Handelsübliche RGB Mini-CMOS-Kamera (Conrad Elektronik)

- Liefert Composite RGB-Signal
- Auflösung: 628×582 Pixel
- Aktive Fläche ca. 10×8 mm
- Stromversorgung: 5 V DC

Je nach Mikroskopobjektiv und abbildender Linse wird ein Bereich von ca. $100 \times 75 \mu\text{m}^2$ von der Beobachtungskamera erfasst. Eine diffuse Probenbeleuchtung kann durch eine weiße LED erfolgen (bei gleichzeitig sichtbarem Laserfokus), die über einen Klappspiegel zwischen Strahlteiler ST und Linse L3 in das Mikroskop eingekoppelt wird (vgl. Abb. B.4).

2 Strahlengänge

Alle verwendeten Linsen sollen im UV-Spektralbereich möglichst transparent sein und bestehen daher aus „UV-Fused-Silica“ (amorphes Quarzglas). Bei über der Bandkante angeregtem GaN wird Licht im gesamten sichtbaren Spektralbereich bis ins nahe UV emittiert (siehe Abb. I.3). Daher wurde auf eine Antireflexbeschichtung verzichtet, weil diese nur für einen definierten, für diese Anwendung zu schmalen Wellenlängenbereich möglich ist und außerhalb der Spezifikationen sogar zu größerer Reflexion führen kann.

2.1 Anregung

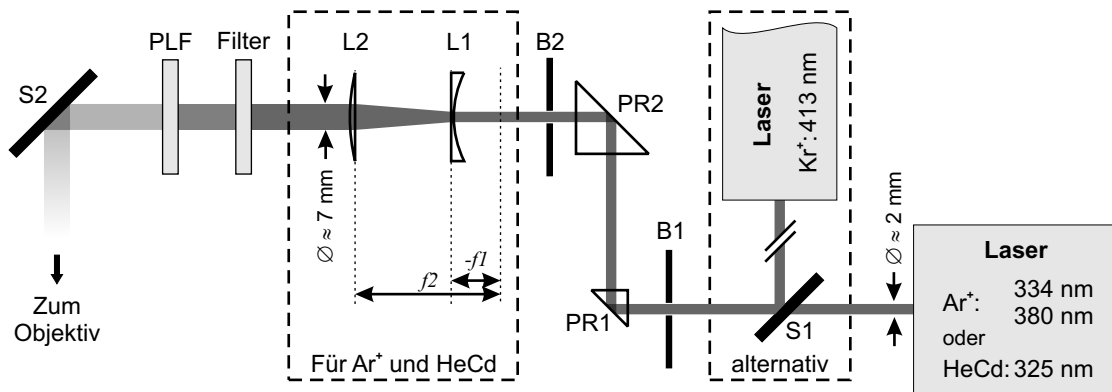


Abbildung B.3: Detaillierte Schemazeichnung des Strahlenganges vom Laser bis vor den, dem Mikroskopobjektiv vorgelagerten, Strahlteiler (Siehe Abb. B.4). Die einzelnen Komponenten werden in Tabelle B.1 beschrieben.

Komponente	Eigenschaften
Laser	Wahlweise Ar ⁺ -, Kr ⁺ - oder HeCd-Laser
S1	Dielektrischer Spiegel zur Einkopplung des Kr ⁺ -Lasers in den Strahlengang
B1	Lochblende zur Unterdrückung störender Streustrahlung
PR1	90° Prisma zur Strahlumlenkung, 1/2", amorphes Quarzglas
PR2	90° Prisma zur Strahlumlenkung, 1", amorphes Quarzglas
B2	Lochblende zur Unterdrückung störender Streustrahlung
L1	Plankonvexe Linse, $f1 = -50$ mm
L2	Plankonvexe Linse, $f2 = 150$ mm
Filter	Neutralglasfilter nach Bedarf
PLF	Plasmaliniensfilter
S2	Dielektrischer 90° Spiegel, selektiv für die Laserwellenlänge

Tabelle B.1: Liste der optischen Komponenten im Anregungsstrahlengang (Abb. B.3).

Die Umlenkprismen PR1 und PR2 sind doppelt ausgeführt und jeweils vor dem Ar⁺- oder HeCd-Laser platziert. Die beiden PR2 lenken das Licht auf die selbe optische Achse in Richtung S2 um, was durch die Ausschwenkung eines der PR2 um seine Befestigungssäule die Einkoppelung entweder des einen oder anderen Lasers erlaubt. Der Kr⁺-Laser kann statt des HeCd-Lasers über den dielektrischen Spiegel S1 eingekoppelt werden.

S1 hat eine schmalbandige Reflexionsbeschichtung mit Zentrum um 413 nm (nahezu 100 % Transmission von 395 nm bis 425 nm) und unterdrückt so die Plasmalinen des Kr⁺-Lasers.

Die Linsen L1 und L2 weiten den Laserstrahl so auf, dass die gesamte Eintrittspupille des Objektivs gut ausgenutzt wird. Nur so ist die optimale Auflösung erreichbar. Durch die große Strahldivergenz des Kr⁺-Lasers von ~ 2 mm am Laser bis ~ 5 mm Strahldurchmesser vor dem Mikroskop ist die Strahlaufweitung durch L1 und L2 für diesen Laser nicht notwendig.

Für die 334 nm- und die 380 nm-Linie des Ar⁺-Lasers sind schmalbandige (wenige Nanometer Halbwertsbreite um die Designwellenlänge) Plasmalinenfilter (PLF) vorhanden, die störende Wellenlängenanteile aus dem Anregungslicht entfernen.

Der Spiegel S2 liegt in drei Ausführungen vor: Breitbandig hochreflektierend im UV (334 nm und 380 nm für den Ar⁺-Laser), breitbandig hochreflektierend ($T > 95$ %) zwischen 380 nm und 445 nm (für den Kr⁺-Laser aber auch noch für die 380 nm-Linie des Ar⁺-Lasers geeignet) und schmalbandig hochreflektierend für die 514,5 nm Linie des Ar⁺-Laser (Raman-Messungen). Für den restlichen Spektralbereich ist S2 jeweils transparent und lässt das Probenlicht zur darüber montierten Beobachtungskamera passieren (vgl. Abb. II.2).

Insgesamt bewirkt die optische Anordnung eine starke Abschwächung des Anregungslichtes. Zum Beispiel kommen bei der 344 nm-Linie des Ar⁺-Lasers unter dem Mikroskopobjektiv bei einer gemessenen Ausgangsleistung von 140 mW nur ca. 1 mW der emittierten Laserleistung auf der Probe an, wobei das Mikroskopobjektiv ($T \approx 25$ %), Strahlteiler (konnte nur zusammen mit Spiegel S2 gemessen werden: $T_{\text{ges.}} \approx 14$ %) und der Plasmalinenfilter ($T \approx 37$ %) die größten Verlustquellen darstellen.

2.2 Detektion

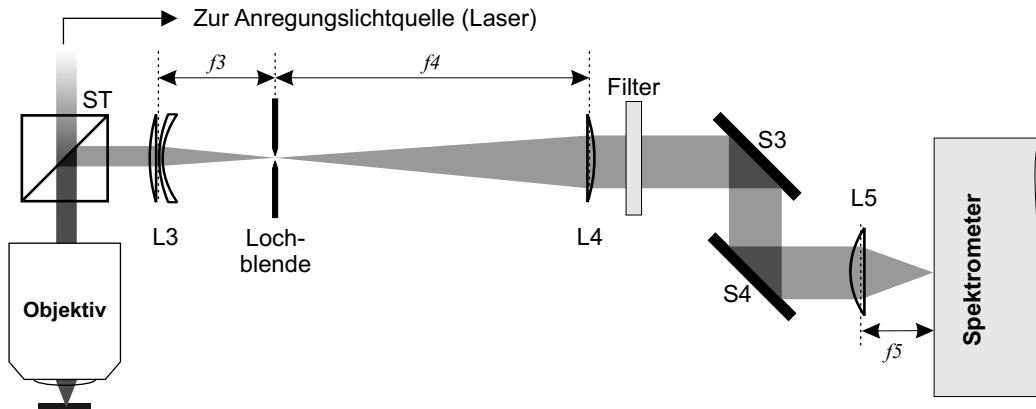


Abbildung B.4: Detaillierte Schemazeichnung des Detektionsstrahlenganges Strahlteiler bis zum Spektrographen. Die einzelnen Komponenten werden in Tabelle B.2 beschrieben.

Komponente	Eigenschaften
Strahlteiler ST	1:1 Aufteilung, gute Transparenz im UV
Objektiv	Siehe Abschnitt B.1.2
L3	Kombination aus einer plankonvexen ($f = 300 \text{ mm}$) und einer Meniskuslinse ($f = 500 \text{ mm}$) zu insgesamt $f3 = 187,5 \text{ mm}$
Lochblende	Verschiedene Größen von $50 \mu\text{m}$ bis $200 \mu\text{m}$
L4	Plankonvexe Linse, UV Fused Silica, $f4 = 500 \text{ mm}$
Filter	Neutralglasfilter nach Bedarf, evtl. Filter zum Blockieren der Laserlinie (z.B. Kantenfilter)
S3, S4	Aluminiumspiegel zur Einkopplung in den Spektrographen
L5	Plankonvexe Linse, $f5 = 100 \text{ mm}$ an die NA des Spektrographen angepasst
Spektrograph	Siehe Abschnitt B.1.5

Tabelle B.2: Liste der optischen Komponenten im Auswertestrahlangang (Abb .B.4).

Wahl des Durchmessers der Lochblende

Die Vergrößerung der Abbildung auf die Ebene der Lochblende² lässt sich ungefähr aus dem Verhältnis von $f3$ (siehe Abb. B.4 und Tab. B.2) zur nominellen Brennweite des Objektivs berechnen. Für das Spiegelobjektiv ergibt sich eine Vergrößerung von etwa $52,8\times$. Der Brennfleck des Mikroskops von $0,5 \mu\text{m}$ bis $1 \mu\text{m}$ Durchmesser (siehe Abschnitt II.3) wird also ca. 50-fach vergrößert abgebildet. Der Abbildung mit Linse L3 ist eine $NA \approx 0,025$ zuzuordnen, die sich nach Gleichung II.1.1 aus Brennweite und Austrittspupille des Objektivs (Spiegelobjektiv: $4,6 \text{ mm}$) errechnet. Zur Vergrößerung des Brennflecks kommt daher eine beugungsbedingte, wellenlängenabhängige Verschmierung von $R \approx 26\lambda$ (vgl. Gl. II.1.2).

²engl.: Pinhole

Die Größe der Abbildung des Laserfokusses in der Ebene der Lochblende bestimmt die Wahl der Lochblende. Hierbei muss ein Kompromiss zwischen Auflösung und Lichtstärke (und damit Justieraufwand und Belichtungszeit) eingegangen werden. Eine Blendengröße von $50\ \mu\text{m}$ und darunter wäre nach den obigen Berechnungen ideal für die räumliche Auflösung, ist aber sehr lichtschwach. In der Praxis hat sich die $70\ \mu\text{m}$ -Lochblende als guter Kompromiss erwiesen und wurde für die meisten Messungen verwendet.

Chromatische Aberration

Ein sehr großes Problem stellt die chromatische Aberration dar. Die Linse L3 bewirkt aufgrund chromatischer Aberration eine Auffächerung der Brennebenen für verschiedene Wellenlängen entlang der optischen Achse. Die Lochblende wirkt je nach ihrer Position entlang dieser Achse nicht nur als räumlicher, sondern auch als spektraler Filter (Bandpass). Das selbe gilt für die Linsen L4 und L5 und den Eintrittsspalt des Monochromators. Das Linsenobjektiv verstärkt die Problematik, da es im nahen UV selbst eine extreme chromatische Aberration aufweist. Dies bewirkt eine Aufspaltung der Bildebenen vom UV bis in den roten Spektralbereich um bis zu 7 cm entlang der optischen Achse. Für die Betrachtung der bandkantennahen PL ist dies kein Problem, da hier der interessante Wellenlängenbereich so schmal ist, dass er komplett in dem durch die Lochblende vorgegebenen Bandpassbereich (Wellenlängenbereich $> 20\ \text{nm}$) liegt. Es ist jedoch mit dem Linsenobjektiv nicht möglich, hochaufgelöste Bilder im ganzen Spektralbereich zu machen, da hierfür das Pinhole entfernt werden müsste und trotzdem der Eintrittsspalt des Monochromators noch als Bandpass wirkt. Die erreichbare räumliche Auflösung wird in so einem Fall (Messung ohne Lochblende) von der Größe des Anregungsflecks und Diffusionseffekten innerhalb der Probe bestimmt und ist im Allgemeinen um ein Mehrfaches geringer als bei einer Messung mit Lochblende.

Das Spiegelobjektiv konnte hier teilweise Abhilfe schaffen. Es weist selbst keinerlei chromatische Aberration auf. Allerdings hat das austretende Lichtbündel konstruktionsbedingt die Form eines Ringes, der in der Mitte einen dunklen Fleck aufweist (Fangspiegel). Das Licht passiert die Linsen nur außerhalb des Zentrums. Dies ist aber gerade der Bereich, in dem die Linsen die meisten (chromatischen wie sphärischen) Abbildungsfehler machen. Es konnte gegenüber dem Linsenobjektiv jedoch keine Verschlechterung der Abbildungsqualität festgestellt werden und die Vorteile der fehlenden chromatischen Objektiv-Aberration überwiegen deutlich. Trotzdem bleiben die Kombinationen aus Linse und Lochblende bzw. Eintrittsspalt als wellenlängenselektive Elemente erhalten, was dazu führt, dass mit dem μPL -Messplatz (außer in sehr schmalen Wellenlängenbereichen) keine farbtreue Aufnahme möglich ist, d.h. die gemessenen Intensitäten pro Wellenlänge untereinander nicht vergleichbar sind. Einen Ausweg bietet die Kalibrierung mit einer Standardlichtquelle. Die Lichtquelle müsste für eine exakte Messung unter dem Mikroskopobjektiv platziert werden und sollte dieselben Abmessungen wie der Laserfokus haben. Dies ist jedoch experimentell schwierig zu realisieren.

Probenverzeichnis

Freitragende GaN-Substrate

Alle verwendeten Substrate („Bulk-GaN-Substrate“) wurden mittels HVPE gewachsen und dann vom jeweiligen Trägersubstrat abgelöst. Die genauen Prozessdetails dazu sind Firmengeheimnisse der Hersteller und nicht bekannt (siehe auch Abschnitt I.3.3).

Probe	Beschreibung
Bulk 1	nominell undotiert Dicke (Herstellerangabe): $400 \pm 50 \mu\text{m}$ Defektdichte (Herstellerangabe): $< 10^7 \text{ cm}^{-2}$ Defektdichte (gemessen): $(2,0+0,2) \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$
Bulk 2	Oberste, defektreiche Schicht durch Ionenätzen entfernt nominell undotiert Dicke (Herstellerangabe): $400 \pm 50 \mu\text{m}$ Defektdichte (Herstellerangabe): mittlerer 10^7 cm^{-2} -Bereich Defektdichte (gemessen): $(1,1+0,2) \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$
Bulk 3	nominell undotiert Dicke (Herstellerangabe): $400 \pm 50 \mu\text{m}$ Defektdichte (Herstellerangabe): mittlerer 10^7 cm^{-2} -Bereich
Bulk 4	Oberste, defektreiche Schicht durch Ionenätzen entfernt n-dotiert mit $3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ Dicke (Herstellerangabe): $400 \pm 50 \mu\text{m}$ Defektdichte (Herstellerangabe): $< 10^7 \text{ cm}^{-2}$
Bulk 5	nominell undotiert Dicke (Herstellerangabe): $400 \pm 50 \mu\text{m}$ Dicke (gemessen): ca. 0,35 mm Defektdichte (Herstellerangabe): $< 10^7 \text{ cm}^{-2}$ Defektdichte (gemessen): $(3,8+0,3) \cdot 10^6 \text{ cm}^{-2}$

Abkürzungen und Sprachkonventionen

A ⁰ X	An einen Akzeptor gebundenes Exziton, bzw. dessen Spektralline beim Zerfall
AFM	Rasterkraftmikroskopie, engl.: atomic force microscopy
CL	Kathodolumineszenz; engl.: cathodoluminescence
ELOG	epitaktisches laterales Überwachsen; engl.: epitaxial lateral overgrowth
EPD	engl.: etch pit density (wörtl. übersetzt: Ätzkraterdichte)
Fit	Englisch für Anpassung. Hier als <i>terminus technicus</i> für die Anpassung von einzelnen Spektrallinien an ein gegebenes Spektrum gebraucht.
D ⁰ X	An einen Donator gebundenes Exziton bzw. dessen Spektralline beim Zerfall
FWHM	Halbwertsbreite; engl.: full width at half maximum
GaN	Galliumnitrid
HRTEM	Hochauflösende Transmissions-Elektronenmikroskopie; engl.: high resolution transmission electron microscope
HVPE	engl.: hydride vapor phase epitaxy (wörtl. übersetzt: Hydrid-Gasphasenepitaxie)
LB	Leitungsband
LED	Leuchtdiode; engl.: light emitting diode
μPL	Mikro-Photolumineszenz
MBE	Molekularstrahlepitaxie; engl.: molecular beam epitaxy
MOVPE	engl.: metal organic vapor phase epitaxy (wörtl. übersetzt: Metallorganische-Gasphasenepitaxie)
PL	Photolumineszenz
Scan	Englisch für Abrasterung. Hier als <i>terminus technicus</i> für das Ergebnis der Abrasterung einer Probe z.B. mit dem konfokalen Mikroskop gebraucht.
SSPM	engl.: scanning surface potential microscope (wörtl. übersetzt: Raster-Oberflächenpotentialmikroskop)
TEM	Transmissions-Elektronenmikroskop(ie)
UHV	Ultrahochvakuum
UV	Ultraviolett(es Licht)
VB	Valenzband
w.E.	Willkürliche Einheiten (engl.: arbitrary units; a.u.)

Abbildungsverzeichnis

I.1	Wurtzit-Struktur	7
I.2	Schematische Bandstruktur von GaN	8
I.3	Schematische Darstellung möglicher strahlender Übergänge anhand eines typischen Tieftemperaturspektrums	9
I.4	Temperaturabhängigkeit der bandkantennahen PL	11
I.5	Spektren von GaN-Schichten mit und ohne Mg-Verunreinigung	13
I.6	Bandlückenänderung unter biaxialer Verspannung	21
I.7	Vergleich von Spektrallinien verschiedener Quellen aus Tabelle I.2	23
I.8	Schemazeichnung von Stufen- und Schraubenversetzung	26
I.9	Schema einer Kleinwinkelkorngrenze	29
I.10	Mögliche Burgersvektoren in GaN	30
I.11	Versetzungskern einer Stufenversetzung, Skizze	31
I.12	Beispiele für Versetzungen in TEM-Aufnahmen	34
I.13	Burgers-Umlauf um eine Stufenversetzung in HRTEM Bild	35
I.14	Beispiele für EPD-Versetzungen in AFM-Aufnahmen im Vergleich zu Plan-View-TEM	36
I.15	Kristallographische Orientierung von Gruppe-III-Nitriden auf Saphir-Substraten	41
I.16	Schemazeichnung des Wachstums einer ELOG-Schicht	43
I.17	Schemazeichnung einer ELOG-Schicht mit eingesetztem TEM-Bild	44
I.18	TEM-Bild der Oberfläche einer freitragenden GaN-Schicht	46
II.1	Schematische Darstellung eines konfokalen Mikroskops	51
II.2	Schematische Darstellung des Mikro-Photolumineszenz-Messplatzes	54
II.3	Messung der räumlichen Auflösung	56
II.4	Spektrale Auflösung bei verschiedenen Gittern im Spektrometer	57
III.1	Raumtemperaturscan an Probe Bulk 1	60
III.2	Raum- und Tieftemperaturscan an Probe Bulk 2	61

III.3 Spektren und Fit Probe Bulk 2	62
III.4 Oberflächenscan von Probe 1 aufgeschlüsselt nach Spektrallinien . . .	64
III.5 Ausschnittsvergrößerung aus Abb. III.4	65
III.6 Schnitt durch einen Verspannungsdipol — verschiedene Spektrallinien	66
III.7 Vergleich von berechneten mit gemessenen Energieverschiebungsdipolen	68
III.8 Vergleich von drei gemessenen mit einem berechneten Energieverschiebungsdipol unter Berücksichtigung von Oberflächeneffekten . . .	70
III.9 SSPM Messung an Probe Bulk 4	72
III.10 Mögl. Burgersvektoren und Verspannungsdipole v. Stufenversetzungen	74
III.11 Defektdichte und Verspannungslandschaft auf Probe Bulk 2 vs. Bulk 5	75
III.12 Funktiosweise der Faltungsmethode zur Dipolrichtungsbestimmung .	77
III.13 Genauigkeit der Faltungsmethode zur Richtungsbestimmung	79
III.14 Winkelhistogramm für die Verspannungsdipole auf Probe Bulk 5 . .	81
III.15 Ausrichtung der Verspannungsdipole zu Spaltebenen auf Probe Bulk 5	81
III.16 Aufreihungen von Versetzungen gleichen Burgersvektors	84
III.17 Superposition der hydrostatischen Verspannungen zweier Versetzungen	85
III.18 Vergl. gemessener u. berechneter Verspannungen v. Versetzungsketten	86
III.19 Potentiallandschaft von zwei Stufenversetzungen	87
III.20 Schnitt durch die Potentiallandschaft zweier Versetzungen entlang der Gleitebene	88
III.21 Potentiallandschaft von vier Versetzungen in einer Reihe	89
A.1 Stufenversetzung, Verzerrungstensor & hydrostatische Verspannung .	99
B.1 Transmissionskurve Zeiss Linsenobjektiv	102
B.2 Schemazeichnung Spiegelobjektiv	103
B.3 Detailübersicht Anregungsstrahlengang	108
B.4 Detailübersicht Detektionsstrahlengang	110

Tabellenverzeichnis

I.1	Übersicht der Spektrallinien in Abbildung I.3	10
I.2	Übersicht verschiedener D^0X -Linienpositionen aus [Gottfriedsen2004]	23
I.3	Übersicht möglicher Burgersvektoren in Wurtzit GaN und zugehörige Versetzungseigenschaften	30
I.4	Wichtige Materialdaten von GaN im Vergleich zu Substratmaterialen	42
II.1	Auflösungsdaten des Monochromators	57
III.1	Detailinformationen zu Abbildung III.4	63
B.1	Optische Komponenten im Anregungsstrahlengang (Abb. B.3)	108
B.2	Optische Komponenten im Auswertungsstrahlengang (Abb. B.4)	110

Literaturverzeichnis

- [Able2004] Andreas Able, *Untersuchungen zur metallorganischen Gasphasenepitaxie von Gruppe III Nitriden auf Silizium (111)*, Dissertation, Universität Regensburg (2004). URL: <http://www.opus-bayern.de/uni-regensburg/volltexte/2005/453/>
- [Amano1989] H. Amano, M. Kito, K. Hiramatsu, I. Akasaki, *p-type conduction in Mg-doped GaN treated with low-energy electron beam irradiation (LEEBI)*, Jap. J. Appl. Phys. **28**, L2112-14 (1989).
- [Ambacher1998] O. Ambacher, *Growth and applications of Group III-nitrides* J. Phys. D **31**, 2653-2710 (1998).
- [Ambacher2000] O. Ambacher, B. Foutz, J. Smart, J.R.Shealy, N.G. Weinmann, K. Chu, M. Murphy, A.J. Sierakowski, W.J. Schaff, L.F. Eastman, R. Dimitrov, A. Mitchell, M.Stutzmann, *Two dimensional electron gases induced by spontaneous and piezoelectric polarization in undoped and doped AlGa_N/Ga_N heterostructures* J. Appl. Phys. **87**, 334 (2000).
- [Ambacher2003] O. Ambacher, M. Eickhoff, A. Link, M. Hermann, M. Stutzmann, F. Bernardini, V. Fiorentini, Y. Smorchkova, J. Speck, U. Mishra, W. Schaff, V. Tilak, and L. F. Eastman *Electronics and sensors based on pyroelectric AlGa_N/Ga_N heterostructures; Part A: Polarization and pyroelectronics* phys. stat. sol. (a) **6**, 18781907 (2003).
- [Beaumont2001] B. Beaumont, Ph. Vennéguès, P. Gibart, *Epitaxial Lateral Overgrowth of GaN* phys. stat. sol. (b) **227**, 1 (2001).
- [Béré2002] A. Béré, A. Serra, *Atomistic structure of dislocation cores in GaN*, Phys. Rev. B **65**, 205323 (2002).
- [Bergmann1987] L. Bergmann, C. Schaefer, *Lehrbuch der Experimentalphysik, Band III Optik*, 8. Auflage, Walter de Gruyter, Berlin (1987).
- [Blu Ray] <http://www.blu-ray.com>
http://de.wikipedia.org/wiki/Blu-ray_Disc
<http://de.wikipedia.org/wiki/HD-DVD>
- [Born1999] M. Born und E. Wolf, *Principles of Optics*, Seventh (Expanded) Edition, Cambridge Univ. Press (1999).

- [Brakenhoff1979] G.J. Brakenhoff, P. Blom-P, P. Barends, *Confocal scanning light microscopy with high aperture immersion lenses*, Journal-of-Microscopy **117**, 219-32 (1979).
- [Braun2005] Harald Braun, *Elektrische Feldabhängigkeit der Photolumineszenzspektren von InGaN/GaN - Heterostrukturen*, Diplomarbeit, Universität Regensburg (2005).
- [Cai2002] J. Cai and F. A. Ponce, *Determination by Electron Holography of the Electronic Charge Distribution at Threading Dislocations in Epitaxial GaN*, phys. stat. sol. (a) **192**, 407 (2002).
- [Calle1997] F. Calle, F.J. Seinechez, J.M.G. Tijero, M.A. Sanchez-Garcia, E. Calleja, R. Beresford, *Exciton and donor-acceptor recombination in undoped GaN on Si(111)* Semicond. Sci. Tech. **12**, 1396-403 (1997).
- [Chen1996] G. D. Chen, M. Smith, J. Y. Lin, H. X. Jiang, S.-H. Wei, M. A. Khan, C. J. Sun, *Fundamental optical transitions in GaN*, Appl. Phys. Lett. **68**, 2784 (1996).
- [Cherns2001a] D. Cherns and C. G. Jiao, *Electron Holography Studies of the Charge on Dislocations in GaN*, Phys. Rev. Lett. **87**, 205504 (2001).
- [Cherns2001b] D. Cherns, S.J. Henley, and F.A. Ponce, *Edge and screw dislocations as nonradiative centers in InGaN/GaN quantum well luminescence* Appl. Phys. Lett. **78** (18), 2691 (2001).
- [Christen2001] J. Christen and T. Riemann, *Optical Micro-Characterization of Complex GaN Structures*, phys. stat. sol. (b) **228**, 419424 (2001).
- [Corle1999] T.R. Corle und G.S. Kino, *Confocal Scanning Optical Microscopy and Related Imaging Systems*, Academic Press (1999).
- [Dassonneville2001] S. Dassonneville, A. Amokrane, B. Sieber, J.-L. Farvacque, B. Beaumont, and P. Gibart, *Luminescence of epitaxial GaN laterally overgrown on (0001) sapphire substrate: Spectroscopic characterization and dislocation contrasts*, J. of Appl. Phys. **89**, 3736 (2001).
- [Datta2004] R. Datta, M.J. Kappers, J.S. Barnard, and C.J. Humphreys, *Revealing all types of threading dislocations in GaN with improved contrast in a single plan view image*, Appl. Phys. Lett. **85**, 3411 (2004).
- [Eickhoff2003] M. Eickhoff, J. Schalwig, G. Steinhoff, O. Weidemann, L. Gorgens, R. Neuberger, M. Hermann, B. Baur, G. Muller, O. Ambacher, and M. Stutzmann *Electronics and sensors based on pyroelectric Al-GaN/GaN heterostructures; Part B: Sensor applications* phys. stat. sol. (a) **6**, 19081918 (2003).
- [Engl2005] Karl Engl, *TEM Analysen an Gruppe III-Nitrid Heterostrukturen*, Dissertation, Universität Regensburg (2005). ISBN 3-8325-1102-4, ISSN 1860-0034, Logos Verlag Berlin (2005).

- [Engl2006] K. Engl, M. Beer, N. Gmeinwieser, U. T. Schwarz, J. Zweck, W. Wegscheider, S. Miller, A. Miler, H.-J. Lugauer, G. Brüderl, A. Lell und V. Härle, *Influence of an in situ deposited SiN_x intermediate layer inside GaN and AlGaN layers on SiC substrates*, J. cryst. growth **289**, 6, (2006).
- [Follstaedt2003] D. M. Follstaedt, N. A. Missert, D. D. Koleske, C. C. Mitchell, and K. C. Cross, *Plan-view image contrast of dislocations in GaN*, Appl. Phys. Lett. **83**, 4797 (2003).
- [Gil1998] B. GIL (Editor), *Group III Nitride Semiconductor Compounds*, Clarendon Press, Oxford (1998).
- [Gmeinwieser2002] Nikolaus Gmeinwieser, *Aufbau eines konfokalen Meßplatzes zur Photolumineszenz- und Raman-Spektroskopie an Gruppe III-Nitriden*, Diplomarbeit, Universität Regensburg (2002).
- [Gmeinwieser2004] N. Gmeinwieser, K. Engl, P. Gottfriedsen, U.T. Schwarz, J. Zweck, W. Wegscheider, S. Miller, H.-J. Lugauer, A. Leber, A. Weimar, A. Lell und V. Härle, *Correlation of strain, wing tilt, dislocation density, and photoluminescence in epitaxial lateral overgrown GaN on SiC substrates* J. Appl. Phys. **96**, 3666, (2004).
- [Gmeinwieser2005] N. Gmeinwieser, P. Gottfriedsen, U. T. Schwarz, W. Wegscheider, R. Clos, A. Krtschil, A. Krost, A. Weimar, G. Brüderl, A. Lell und V. Härle, *Local strain and potential distribution induced by single dislocations in GaN*, J. Appl. Phys. **98**, 116102 (2005).
- [Gottfriedsen2004] Peter Gottfriedsen, *Mikro-Photolumineszenz-Messungen an Galliumnitrid*, Diplomarbeit, Universität Regensburg (2004).
- [Grzegory2001] I. Grzegory, *High pressure growth of bulk GaN from solutions in gallium*, Phys.: Condens. Matter **13**, 6875 (2001).
- [Gu1996] M. Gu, *Principles of Three-Dimensional Imaging in Confocal Microscopes*, World Scientific Publishing (1996).
- [Habel2003] F. Habel, M. Seyboth, *Determination of dislocation density in epitaxially grown GaN using an HCl etching process*, Phys. Stat. Sol. (c) **0**, 2448 (2003).
- [Hajak2003] Harald Hajak, *Photolumineszenz- und Photolumineszenzanregungsspektroskopie der niedrigdimensionalen GaAs-basierenden Halbleiterstrukturen*, Diplomarbeit, Universität Regensburg (2003).
- [Hangleiter2005] A. Hangleiter, F. Hitzel, C. Netzel, D. Fuhrmann, U. Rossow, G. Ade, P. Hinze, *Suppression of nonradiative recombination by V-shaped pits in GaInN/GaN quantum wells produces a large increase in the light emission efficiency*, Phys. Rev. Lett. **95**, 127402/1-4 (2005).

- [Heying1999] B. Heying, E.J. Tarsa, C.R. Elsass, P. Fini, S.P. DenBaars, J.S. Speck, *Dislocation mediated surface morphology of GaN*, J. Appl. Phys. **85**, 6470 (1999).
- [Hino2000] T. Hino, S. Tomiya, T. Miyajima, K. Yanashima, S. Hashimoto, M. Ikeda, *Characterization of threading dislocations in GaN epitaxial layers*, Appl. Phys. Lett. **76**, 3421 (2000).
- [Hiramatsu2000] K. Hiramatsu, K. Nishiyama, M. Onishi, H. Mizutani, M. Narukawa, A. Motogaito, H. Miyake, Y. Iyechika, T. Maeda, *Fabrication and characterization of low defect density GaN using facet-controlled epitaxial lateral overgrowth (FACELO)*, J. Cryst. Growth **221**, 316-326 (2000).
- [Hirth1968] J.P. Hirth und J. Lothe, *Theory of Dislocations*, McGraw-Hill Book Company, (1968).
- [Hu1991] S.M. Hu, *Misfit dislocations and critical thickness of heteroepitaxy*, J. Appl. Phys. **69**, 7901 (1991).
- [Jain2000] S. C. Jain, M. Willander, J. Narayan und R. Van Overstraeten *III-nitrides: Growth, characterization, and properties* J. Appl. Phys. **87**, 955 (2000).
- [Jena2002] D. Jena und U.K. Mishra, *Effect of scattering by strain fields surrounding edge dislocations on electron transport in two-dimensional electron gases*, Appl. Phys. Lett. **80**, 64-66 (2002).
- [Jeon1996] J.-B. Jeon, Yu.M. Sirenko, K.W. Kim, M.A. Littlejohn, M.A. Strosio, *VALENCE BAND PARAMETERS OF WURTZITE MATERIALS*, Solid State Commun. **99**, 423 (1996).
- [Jones1999] R. Jones, J. Elsner, M. Haugk, R. Gutierrez, Th. Frauenheim, M. I. Heggie, S. Öberg, P. R. Briddon, *Interaction of Oxygen with Threading Dislocations in GaN*, phys. stat. sol. (a) **171**, 167 (1999).
- [Juza] R. Juza and H. Hahn, Z. Anorg. Allg. Chem. **234**, 282 (1938) und **244**, 133 (1940).
- [Kaiser2000] S. Kaiser, *TEM Untersuchungen von heteroepitaktischen Gruppe III-Nitriden*, Dissertation, Universität Regensburg (2000). ISBN: 3-89783-177-5, Roderer Verlag, Regensburg (2000).
- [Kim1998] S.T. Kim, Y.J. Lee, D.C. Moon, C.H. Hong, T.K. Yoo, *Preparation and properties of free-standing HVPE grown GaN substrates*, Journal of Crystal Growth **194**, 37 (1998).
- [Kisielowski1996] C. Kisielowski, J. Krüger, S. Ruvimov, T. Suski, J. W. Ager III, E. Jones, Z. Liliental-Weber, M. Rubin, and E. R. Weber, *Strain-related phenomena in GaN thin films*, Phys. Rev. B **54**, 17745 (1996).

- [Kittel1996] C. Kittel, *Introduction to Solid State Physics*, 7th Ed., John Wiley & Sons, Inc., New York (1996).
- [Knap2005] W. Knap, C. Skierbiszewski, K. Dybko, J. Łusakowski, M. Siekacz, I. Grzegory, S. Porowski, *Influence of dislocation and ionized impurity scattering on the electron mobility in GaN/AlGaN heterostructures*, J. Cryst. Growth **281** 194-201 (2005).
- [Kret2001] S. Kret, J. Chen, P. Ruterana, G. Nouet, *Investigation of threading dislocation atomic configurations in GaN by HRTEM, geometrical phase analysis and atomistic modelling*, Microscopy of Semiconducting Materials 2001. Proceedings of the Royal Microscopical Society Conference, 319-22 (2004).
- [Kret2002] S. Kret, P. Dłuzewski, G. Maciejewski, V. Potin, J. Chen, P. Ruterana, G. Nouet, *The dislocations of low-angle grain boundaries in GaN epilayers: a HRTEM quantitative study and finite element stress state calculation*, Diamond and Related Materials **11**, 910-913 (2002).
- [Krtschil2003] A. Krtschil, A. Dadgar, and A. Krost, *Decoration effects as origin of dislocation-related charges in gallium nitride layers investigated by scanning surface potential microscopy*, Appl. Phys. Lett. **82** (14), 2263 (2003).
- [Landau1970] L.D. Landau und E.M. Lifschitz, *Lehrbuch der theoretischen Physik, Band IV Elastizitätstheorie*, Akademie Verlag Berlin (1970).
- [Lerner1988] J.M. Lerner und A. Thevenon *The Optics of Spectroscopy, A Tutorial V2.0*, Jobin Yvon GmbH (1988).
- [Liau1996] Z.L. Liao, R.L. Aggarwal, P.A. Maki, R.J. Molnar, J.N. Walpole, R.C. Williamson, *Light scattering in high-dislocation-density GaN* Appl. Phys. Lett **69**, 1665 (1996).
- [Liu2004] J.P. Liu, Y.T. Wang, H. Yang, D.S. Jiang, U. Jahn, K.H. Ploog, *Investigations on V-defects in quaternary AlInGaN epilayers*, Appl. Phys. Lett **84**, 5449 (2004).
- [Lymperakis2004] L. Lymperakis, J. Neugebauer, M. Albrecht, T. Remmele, H.P. Strunk, *Strain induced Deep Electronic States around Threading Dislocations*, Phys. Rev. Lett **93**, 196401 (2004).
- [Majewski1996] J.A. Majewski, M. Städele, P. Vogl, *Electronic structure of biaxially strained wurtzite crystals GaN, AlN, and InN*, MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. **1**, 30 (1996)
- [Manasreh2000] O. Manasreh, *III-Nitride Semiconductors: Electrical, Structural and Defects Properties*, First Edition, Elsevier Science B.V., Amsterdam (2000).

- [Marchand2001] H. Marchand, L. Zhao, N. Zhang, B. Moran, R. Coffie, U. K. Mishra, J. S. Speck, S. P. DenBaars und J. A. Freitas, *Metalorganic chemical vapor deposition of GaN on Si(111): Stress control and application to field-effect transistors*, J. Appl. Phys. **89**, 7846 (2001).
- [Maruska1969] H.P. Maruska and J.J. Tietjen, *THE PREPARATION AND PROPERTIES OF VAPOR-DEPOSITED SINGLE-CRYSTAL-LINE GaN*, Appl. Phys. Lett. **15**, 327 (1969).
- [Mayer1997] M. Mayer, A. Pelzmann, M. Kamp, K.J. Ebeling, H. Teisseyre, G. Nowak, M. Leszczyński, I. Grzegory, S. Porowski, and G. Karczewski, *High Quality Homoepitaxial GaN Grown by Molecular Beam Epitaxy with NH₃ on Surface Cracking*, Jpn. J. Appl. Phys. **36**, L1634 (1997).
- [Miller2005] Stephan Miller, *Methoden zur Defektreduzierung in optoelektronischen Ga_{1-x}In_xN-Bauelementen — Epitaxie und Charakterisierung*, Dissertation, Universität Ulm (2005). ISBN 3-86537-925-7, Cuvillier Verlag, Göttingen (2005).
- [Minsky1988] M. Minsky, *Memoir on inventing the confocal scanning microscope*, J Scanning **10**, 128-38 (1988).
- [Miskys2003] C.R. Miskys, M.K. Kelly, O. Ambacher, M. Stutzmann, *Freestanding GaN-substrates and devices*, phys. stat. sol. (c) **0**, 1627 (2003).
- [Monemar2001] B. Monemar, *III-V nitrides—important future electronic materials* J. Mat. Sc.: materials in electronics **10**, 227-254 (1999).
- [Morkoç1999] H. Morkoç, *Nitride Semiconductors and Devices*, ISBN 3-540-64038-X, Springer, Berlin (1999).
- [Nagahama2000] S. Nagahama, N. Iwasa, M. Senoh, T. Matsushita, Y. Sugimoto, H. Kiyoku, T. Kozaki, M. Sano, H. Matsumura, H. Umemoto, K. Chocho, T. Mukai, *High-Power and Long-Lifetime InGaN Multi-Quantum-Well Laser Diodes Grown on Low-Dislocation-Density GaN Substrates*, Jpn. J. Appl. Phys. **39**, L647 (2000).
- [Nakamura1996] S. Nakamura, *First successful III-V nitride based laser diodes* Proceedings of International Symposium on Blue Laser and Light Emitting Diodes, 202-5 (1996).
- [Nakamura1997] S. Nakamura, S. Pearton and G. Fasol, *The Blue Laser Diode*, Springer, Berlin (1997).
- [O’Shea1985] D. O’Shea, *Elements of modern optical design*, Wiley, New York (1985).
- [Osram] <http://www.osram-os.com/>

- [Pakula1996] K. Pakuła, A. Wysmołek, K.P. Korona, J.M. Baranowski, R. Stepniewski, I. Grzegory, M. Boćkowski, J. Jun, S. Krukowski, M. Wróblewski, S. Porowski *Luminescence and reflectivity in the exciton region of homoepitaxial GaN layers grown on GaN substrates*, Solid State Commun. **97**, 919 (1996).
- [Pankove1998] J.I. Pankove, T.D. Moustakas, *Gallium Nitride (GaN) I*, Academic Press, San Diego (1998).
- [Ponce2001] D. Cherns, S.J. Henley, and F.A. Ponce, *Edge and screw dislocations as nonradiative centers in InGaN/GaN quantum well luminescence*, Appl. Phys. Lett. **78** (18), 2691 (2001).
- [Popovici1998] G. Popovici, H. Morkoç, S. Noor Mohammed, Seite 19-69 in [Gil1998]
- [Reimer1997] L. Reimer, *Transmission Electron Microscopy*, 4. Auflage, Springer Verlag, Berlin (1997).
- [Schuster2005] Robert Schuster, *Hochauflöste optische Spektroskopie an niedrigdimensionalen Halbleiterstrukturen*, Dissertation, Universität Regensburg (2005). URL: <http://www.opus-bayern.de/uni-regensburg/volltexte/2005/560/>
- [Schwarz2003] U. T. Schwarz, P. J. Schuck, M. D. Mason, R. D. Grober, M. Roskowski, S. Einfeldt, and R. F. Davis, *Microscopic mapping of strain relaxation in uncoalesced pendeoepitaxial GaN on SiC*, Phys. Rev. B **67**, 045321 (2003).
- [Sheppard1997] C.J.R Sheppard und P.M. Shotton, *Confocal Laser Scanning Microscopy*, BIOS Scientific Publishers (1997).
- [Shi1999] C. Shi, P.M. Asbeck, E.T. Yu, *Piezoelectric polarization associated with dislocations in wurtzite GaN* Appl. Phys. Lett. **74**, 573 (1999).
- [Sugahara1998] T. Sugahara, H. Sato, M. Hao, Y. Naoi, S. Kurai, S. Tottori, K. Yamashita, K. Nishino, L.T. Romano und S.Sakai *Direct Evidence that Dislocations are Non-Radiative Recombination Centers in GaN*, Jpn. J. Appl. Phys. **37**, L398 (1998).
- [Tanaka1996] S. Tanaka, R.S. Kern, J. Bentley, R.F. Davis, *Defect Formation during Hetero-Epitaxial Growth of Aluminium Nitride Thin Films on 6H-Silicon Carbide by Gas-Source Molecular Beam Epitaxy*, Jpn. J. Appl. Phys. **35**, 1641 (1996).
- [Thonke2000] K. Thonke, K. Kornitzer, M. Grehl, R. Sauer, C. Kirchner, V. Schwegler, M. Kamp, M. Leszczynski, I. Grzegory, and S. Porowski, *High-Resolution Polariton spectra of homoepitaxial GaN: Temperature dependence*, Proc. Int. Workshop on Nitride Semiconductors - IPAP Conf. Series 1, 587 (2000).

- [Tomita2002] K. Tomita, T. Kachi, S. Nagai, A. Kojima, S. Yamasaki, M. Koike, *Self-Separation of Freestanding GaN from Sapphire Substrates by Hydride Vapor Phase Epitaxy*, phys. stat. sol. (a) **194**, 563 (2002).
- [Tomiya2001] S. Tomiya, H. Nakajima, K. Funato, T. Miyajima, K. Kobayashi, T. Hino, S. Kijima, T. Asano, and M. Ikeda, *Dislocations in GaN-Based Laser Diodes on Epitaxial Lateral Overgrown GaN Layers* phys. stat. sol. (a) **188**, 6972 (2001).
- [Varshni1967] Y. P. Varshni, *Temperature dependence of the energy gap in semiconductors*, Physica **34**, 149 (1967).
- [Visconti2000] P. Visconti, K.M. Jones, M.A. Reshchikov, R. Cingolani, H. Morcoç, *Dislocation density in GaN determined by photoelectrochemical and hot-wet etching*, Appl. Phys. Lett. **77**, 3532 (2000).
- [Vurgaftman2001] I. Vurgaftman, J. R. Meyer und L. R. Ram-Mohan *Band parameters for III-V compound semiconductors and their alloys*, J. Appl. Phys. **89**, 5815-75 (2001).
- [Vurgaftman2003] I. Vurgaftman and J. R. Meyer *Band parameters for nitrogen-containing semiconductors*, J. Appl. Phys. **94**, 3675 (2003).
- [Wagenhuber2002] Klaus Wagenhuber, *Optische Spektroskopie an Gruppe III-Nitriden zur MOVPE Prozessoptimierung*, Diplomarbeit, Universität Regensburg (2002).
- [Wagner2002] J.-M. Wagner and F. Bechstedt, *Properties of strained wurtzite GaN and AlN: Ab initio studies* Phys. Rev. B **66**, 115202 (2002).
- [Xin1998] Y. Xin, S.J. Pennycook, N.D. Browning, P.D. Nellist, S. Sivananthan, F. Omnès, B. Beaumont, J.P. Faurie, P. Gibart, *Direct observation of the core structures of threading dislocations in GaN*, Appl. Phys. Lett. **72**, 2680 (1998).
- [Yamamoto2001] N. Yamamoto, H. Itoh, V. Grillo, S. F. Chichibu, S. Keller, J. S. Speck, S. P. DenBaars, U. K. Mishra, S. Nakamura, and G. Salviati, *Cathodoluminescence characterization of dislocations in gallium nitride using a transmission electron microscope*, J. Appl. Phys. **94**, 4315 (2003).
- [Yoffe1961] E.H. Yoffe, *A Dislocation at a Free Surface*, Phil. Mag. **6**, 1147 (1961).
- [Zheleva1999] T.S. Zheleva, S.A. Smith, D.B. Thomson, T. Gehrke, K.J. Linthicum, P. Rajagopal, E. Carlson, W.M. Ashmawi, R.F. Davis, *Pendeo-epitaxy — a new approach for lateral growth of gallium nitride structures*, MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. 4S1, G3.38 (1999).

Publikationen

Publikationen als Autor

Strain, wing tilt and photoluminescence in epitaxial lateral overgrown GaN on SiC substrates

N. Gmeinwieser, K. Engl, U.T. Schwarz, J. Zweck, W. Wegscheider, S. Miller, A. Leber, A. Weimar, A. Lell und V. Härle,
phys. stat. sol. (a) **201**, 2760, (2004).

Correlation of strain, wing tilt, dislocation density, and photoluminescence in epitaxial lateral overgrown GaN on SiC substrates

N. Gmeinwieser, K. Engl, P. Gottfriedsen, U.T. Schwarz, J. Zweck, W. Wegscheider, S. Miller, H.-J. Lugauer, A. Leber, A. Weimar, A. Lell und V. Härle,
J. Appl. Phys. **96**, 3666, (2004).

Long range strain and electrical potential induced by single edge dislocations in GaN

N. Gmeinwieser, P. Gottfriedsen, U.T. Schwarz, W. Wegscheider, R. Clos, A. Krt-schil, A. Krost, K. Engl, A. Weimar, G. Brüderl, A. Lell und V. Härle,
Physica B **376-377**, 451-454 (2006).

Local strain and potential distribution induced by single dislocations in GaN

N. Gmeinwieser, P. Gottfriedsen, U.T. Schwarz, W. Wegscheider, R. Clos, A. Krt-schil, A. Krost, A. Weimar, G. Brüderl, A. Lell und V. Härle,
J. Appl. Phys. **98**, 116102 (2005).

Publikationen als Koautor

Degradation analysis of InGaN laser diodes

V. Kümmler, G. Brüderl, S. Bader, S. Miller, A. Weimar, A. Lell, V. Härle, U.T. Schwarz, N. Gmeinwieser und W. Wegscheider,
phys. stat. sol. (c) **1**, 419, (2002).

Influence of an in situ deposited SiN_x intermediate layer inside GaN and AlGaN layers on SiC substrates

K. Engl, M. Beer, N. Gmeinwieser, U. T. Schwarz, J. Zweck, W. Wegscheider, S. Miller, A. Miler, H.-J. Lugauer, G. Brüderl, A. Lell und V. Härle,
J. Cryst. growth **289**, 6, (2006).

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die zum Gelingen dieser Doktorarbeit und zum erfolgreichen Abschluss meines Studiums beigetragen haben.

Zunächst gilt mein Dank natürlich PD. Dr. Ulrich T. Schwarz für die interessante Themenstellung und die Betreuung der Arbeit, die vielen Diskussionen, Ratschläge, Hilfestellung im Labor und nicht zuletzt die Bereitstellung von Mitteln und Geräten. Mein Dank richtet sich auch an Prof. Dr. Werner Wegscheider für die Ratschläge und Unterstützung bei der Arbeit, sowie die zur Verfügung gestellten Laborräume, Verbrauchsmaterialien und Großgeräte.

Ein Großteil der Arbeit fand im Rahmen zweier BMBF-Projekte („Blauer Laser“ und „Nanolux“) statt. Hierbei ergab sich eine gute Kooperation mit vielen am Projekt beteiligten Universitäten (hier sei vor allem die Universität Ulm erwähnt) und Instituten sowie Osram Opto Semiconductors, die einen regen Probenfluß zur Folge hatte. Mein besonderer Dank gilt der Firma und den Mitarbeitern von Osram, allen voran Stephan Miller, Georg Brüderl, Elmar Baur, Alfred Lell und Volker Härle für die vielen Proben, Diskussionen und den regen Austausch von Ergebnissen, sowie die sehr gute Zusammenarbeit. Auch inneruniversitär sei vor allem Karl Engl, der mittlerweile bei Osram arbeitet, und der ganzen Arbeitsgruppe von Prof. Dr. Joe Zweck für die Diskussionen, Anregungen und Kommentare und natürlich die vielen TEM-Analysen gedankt.

Wichtige Resultate ergaben sich in Kooperation mit der Universität Magdeburg. Hier waren Prof. Dr. Rainer Clos und Dr. André Krtschil federführend, die durch ihre Berechnungen, Diskussionen bzw. Messungen an unseren Proben viel zum Verständnis beigetragen haben und dadurch zu gemeinsamen Veröffentlichungen und nicht zuletzt zu dieser Arbeit einen großen Beitrag geleistet haben.

Meine Arbeit wäre nicht möglich gewesen, ohne die Mitarbeit meiner Diplomanden. Allen voran ist Peter Gottfriedsen zu nennen, dessen Arbeit zum großen Teil in diese Dissertation mit eingeflossen ist und der durch diverse Erweiterungsbauten im Labor viel zur jetzigen Gestalt des μ PL-Messplatzes beigetragen hat. Natürlich dürfen auch Harald Braun und Clemens Vierheilig, den ich nur noch zum Teil betreuen konnte, nicht vergessen werden. Vielen Dank für die vielen Diskussionen und natürlich die Hilfe bei diversen Aufbau-, Umbau- und Programmierarbeiten. Ein besonderer Dank für die Korrekturlesearbeit, die sie geleistet haben — und danke für die viele Schokolade. Sie hat beim Überwachsen sehr geholfen. Danke an Robert Schuster für seine vielen guten Ratschläge und fruchtbringenden Diskussionen und die Vorarbeiten am PL-Messplatz.

Carmen Frammelsberger und Peter Gruber danke ich für die theoretische Unterstützung, und Dieter Schuh für Diskussionen und gute Ratschläge.

Ein besonderes Dankeschön geht auch an alle Techniker der beiden Lehrstühle Maier und Wegscheider, Herrn Ascherl, Siegfried Heider, Christof Ermer, Peter Müller und Ulrich Zacharias sowie an die Mechanischen und Elektrischen Werkstätten der Physik für die kompetente und stets hilfsbereite Unterstützung bei großen und kleinen Problemen. Natürlich dürfen auch die Sekretärinnen Annemarie Dinkel und Renate Creuzburg sowie Frau König und Frau Schäfer nicht vergessen werden, für ihre stete Hilfe im Bürokratiedschungel.

Meine Bürokollegen Robert Schuster, Matthias Reinwald, Robert Schulz, Uli Niedermeier und Ursula Wurstbauer (nicht alle gleichzeitig, so groß war unser Büro nicht, aber nacheinander) werden mir durch das lockere und sehr freundliche Büroklima immer in sehr guter Erinnerung bleiben. Ich danke allen hier nicht explizit genannten Lehrstuhlmitgliedern beider Lehrstühle für die angenehme Atmosphäre, die ein entspanntes, konstruktives Arbeiten ermöglichte.

Nicht zu vergessen ist die unermüdliche Arbeit aller Probeleser. Hier haben sich Clemens Vierheilig, Harald Braun, Uli Niedermeier, Karl Engl, Evi Sturm, Doris Gmeinwieser, Robert Schuster, Robert Schulz und Elmar Baur viele Lorbeeren verdient.

Ein besonderer Dank gilt auch meinen Eltern, die mir mein Studium ermöglichten und mir immer unterstützend zur Seite standen und meiner Freundin Andrea Steinbach für die Hilfe und die Unterstützung während der letzten Jahre, sowie für unermüdliches Probelesen und geduldiges Zuhören.

Zuletzt möchte ich mich bei den vielen 334 nm Photonen bedanken, die mit ihrer unermüdlichen Arbeit diese Dissertation erst möglich gemacht haben, und mit ihrer Bereitschaft, sich auf einen kleinen Fleck bündeln zu lassen, sehr zum Gelingen der Experimente beitragen.

