5 Experimentelle Ergebnisse zur Entmischung von Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Halbleiter-Heteroschichten

In Kapitel 5 werden die experimentellen Ergebnisse zur Entmischung im Materialsystem Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-präsentiert. Zunächst wird dabei auf Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Einzelschichten eingegangen. Anschließend erfolgt die Nanocharakterisierung von Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z}-Übergittern.

5.1 Untersuchung von Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Einzelschichten

Zur Untersuchung von Entmischungsphänomenen in gitterangepassten Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Einzelschichten auf GaAs-Substrat wurden Proben untersucht, die mittels MOVPE hergestellt wurden. Proben mit einem hohen As-Gehalt wurden im Ferdinand-Braun-Institut für Höchstfrequenztechnik in Berlin hergestellt. Proben mit einem geringen As-Gehalt wurden im 4. Physikalischen Institut an der Universität Stuttgart angefertigt.

Die Proben mit geringem As-Gehalt wurden bei einer Wachstumstemperatur von 730°C auf zur {111}A-Ebene um 6° fehlorientiertem GaAs-Substrat abgeschieden. Die nominelle Dicke der quaternären Schichten beträgt 1,5 µm. Die chemische Zusammensetzung variiert hauptsächlich im Arsen- bzw. Phosphoranteil. Der Gallium- bzw. Indiumgehalt wurde zur Anpassung an die Gitterkonstante nur leicht geändert. Entsprechend der Änderung der Komposition befinden sich diese Proben weit innerhalb, am Rand und außerhalb der vorhergesagten Mischungslücke (siehe Dreiecke in Bild 5.1).

Die Proben mit hohem As-Anteil sind bei einer Wachstumstemperatur von 650°C hergestellt worden (nominelle Dicke: 700 nm). Dabei wurden zwei unterschiedliche Substratorientierungen (exakte Orientierung bzw. 2° fehlorientiert zu {111}B) verwendet. Die Zusammensetzung der quaternären Schichten wurden dabei so gewählt, dass sich die Schichten eindeutig innerhalb bzw. außerhalb der vorhergesagten Mischungslücke befinden (siehe Quadrate in Bild 5.1).

Die folgende Abbildung 5.1 zeigt die Zusammensetzungen der untersuchten quaternären Schichten und deren Lage in den entsprechenden Mischungslücken (siehe Bereiche hoher bzw. geringer As-Gehalte). Zusätzlich sind die wichtigsten Probenparameter nochmals in Tabelle 5.1 zusammengefasst.



Bild 5.1 : Berechnete Mischungslücke von Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y} für die Temperaturen 640°C und 730°C sowie die Zusammensetzungen der untersuchten Schichten.
Die gestrichelte, nach rechts oben verlaufende Linie kennzeichnet Zusammensetzungen, bei denen Gitteranpassung zwischen Schicht und Substrat herrscht

Proben- nummer	Ga-Gehalt x	As-Gehalt y	Wachstums- temperatur	Substrat- orientierung
1	0,83	0,7	650°C	0° {111}B
2	0,83	0,7	650°C	2° {111}B
3	0,74	0,5	650°C	0° {111}B
4	0,74	0,5	650°C	2° {111}B
5	0,60	0,25	730°C	6° {111}A
6	0,60	0,22	730°C	6° {111}A
\bigcirc	0,60	0,15	730°C	6° {111}A
8	0,55	0,12	730°C	6° {111}A
9	0,55	0,09	730°C	6° {111}A
10	0,535	0,07	730°C	6° {111}A

Tabelle 5.1: Probenparameter der Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Einzelschichten

5.1.1 Analyse mittels Hellfeld- und Ordnungszahlkontrastabbildung

Für die RTEM-Untersuchungen wurden von den oben vorgestellten Proben <110>-Querschnittsproben hergestellt. Stellvertretend für die Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichten mit geringem As-Gehalt, deren Zusammensetzung innerhalb der Mischungslücke liegen, zeigt Bild 5.2 eine Hellfeldabbildung, welche die charakteristischen Merkmale der quaternären Schichten wiedergibt.

Zu Beginn des Wachstums der quaternären Schicht auf das Substrat bildet sich ein Bereich mit starken quasiperiodischen Kontrastvariationen parallel zur Wachstumsrichtung aus. Dieser Bereich geht danach in ein Netzwerk struktureller Defekte über, was auf ein ungeordnetes Kristallwachstum zurückzuführen ist.



Bild 5.2 : Hellfeldabbildung einer Ga_{0,6}In_{0,4}As_{0,22}P_{0,78}-Einzelschicht mit geringem As-Gehalt innerhalb der Mischungslücke

Je tiefer sich die Schichten aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung innerhalb der Mischungslücke befinden, desto dünner ist die Schicht, die die quasiperiodischen Kontrastvariationen zeigt. Die Schichtdicken schwanken hierbei zwischen ca. 200 nm und 400 nm. Außerdem nimmt die Oberflächenrauhigkeit der Proben mit Erhöhung des As-Gehalts zu (siehe Kapitel 5.1.4).

Bild 5.3 zeigt den vergrößerten Bereich einer Ga_{0,6}In_{0,4}As_{0,15}P_{0,85}-Einzelschicht mit den charakteristischen Kontrastvariationen, von denen auch in der Literatur z.B. von Okada [75] und Tanaka [76] berichtet wird. Sowohl in der Hellfeld- als auch in der Ordnungszahlkontrastabbildung sind sehr starke Kontrastschwankungen zu erkennen, die in manchen Bereichen zueinander komplementär sind.



Bild 5.3 : a) Hellfeldabbildung und b) Ordnungszahlkontrastabbildung einer entmischten Ga_{0,6}In_{0,4}As_{0,15}P_{0,85}-Einzelschicht

Diese starken Kontrastvariationen in der Ordnungszahlkontrastabbildung liefern einen qualitativen Hinweis auf eine lokale Änderung der chemischen Zusammensetzung innerhalb der Schicht. Im gezeigten Fall breiten sich die sich deutlich abwechselnden hellen und dunklen Bereiche jedoch nicht parallel zur Wachstumsrichtung aus, sondern sind um einen mittleren Winkel von etwa 8° senkrecht zur Oberflächennormalen des Substrates verkippt.



Bild 5.4 : Intensitätsprofil der Ordnungszahlkontrastabbildung entlang der in Bild 5.3b eingezeichneten Gerade

Ein Linescan, der aus der Ordnungszahlkontrastabbildung aus Bild 5.3b extrahiert wurde, ist in Bild 5.4 gezeigt. Die lateralen Abmessungen der Kontrastschwankungen bewegen sich im Bereich von ungefähr 25 nm, was sich mit Veröffentlichungen anderer Gruppen zur Entmischung deckt [77], [78].

Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichten mit hohem As-Gehalt (siehe Bild 5.1) zeigen, soweit sich ihre Zusammensetzung innerhalb der vorhergesagten Mischungslücke befindet, sehr ähnliche periodische Kontrastschwankungen wie die Schichten mit geringem As-Gehalt. Diese Kontrastvariationen konnten dabei bis zur Probenoberfläche verfolgt werden. Ein Beispiel für eine Probe mit hohem As-Gehalt zeigt Bild 5.5. Beim Substrat handelt es sich um ein fehlorientiertes Substrat. Wiederum zeigen sich sowohl in der Hellfeld- als auch in der Ordnungszahlkontrastabbildung starke Kontrastvariationen in der quaternären Schicht, die auf eine Änderung der lokalen chemischen Zusammensetzung hinweisen.





Bild 5.5 : a) Hellfeldabbildung und b) Ordnungszahlkontrastabbildung einer entmischten Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}-Einzelschicht

Die Ordnungszahlkontrastabbildung in Bild 5.6 zeigt einen Teilausschnitt der entmischten Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}-Einzelschicht auf fehlorientiertem Substrat. Deutlich sind die alternierenden dunklen und hellen Bereiche zu erkennen, die sich senkrecht zur Substratoberfläche ausbreiten. In das Mikrobild wurde über die entmischte Schicht ein Linescan eingebettet, der aus der Ordnungszahlkontrastabbildung extrahiert wurde. Die Kontrastschwankungen dieses Intensitätsprofils bewegen sich auf einer Längenskala von 20 bis 30 nm. Diese Werte entsprechen in etwa denen, die bei den Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichten mit geringem As-Gehalt ermittelt wurden.



Bild 5.6 : Ordnungszahlkontrastabbildung und eingebettetes Intensitätsprofil

Wird die Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}-Einzelschicht auf ein Substrat aufgewachsen, das exakt orientiert ist, zeigen sich nur schwache Hinweise auf eine Entmischung. Dies wird durch Bild 5.7 verdeutlicht. Während bei der fehlorientierten Probe ein deutliches quasiperiodisches Muster zu erkennen ist, sind bei der exakt orientierten Probe nur schwache Kontraständerungen wahrzunehmen. Die zu Bild 5.7b korrespondierende Ordnungszahl-kontrastabbildung zeigt ebenfalls nur sehr geringe Fluktuationen, die nicht notwendigerweise auf eine Entmischung zurückzuführen sind.

Aus den gezeigten Ergebnissen lässt sich ableiten, dass eine Fehlorientierung des Substrats die kristalline Qualität der Schichten beeinflusst und den Grad der Entmischung fördert. Dies wird z.B. auch in [79] berichtet.



fehlorientiert

exakt orientiert

Bild 5.7 : Hellfeldabbildungen einer Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}-Einzelschicht: a) fehlorientiertes Substrat und b) exakt orientiertes Substrat

Alle anderen Schichten, deren Zusammensetzungen sich am Rand bzw. außerhalb der Mischungslücke befinden, zeigen eine ausgezeichnete strukturelle Qualität und eine homogene Verteilung im Ordnungszahlkontrast. Diese Ergebnisse wurden durch begleitende Untersuchungen mittels Kathodolumineszenz (KL), XRD, PL und Rasterkraftmikroskopie (RKM) bestätigt (vgl. Kapitel 5.1.4).

5.1.2 Ortsaufgelöste Elektronenenergieverlust-Spektroskopie der entmischten Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Einzelschichten

Zur quantitativen Bestimmung der Änderungen in der chemischen Zusammensetzung innerhalb der Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichten wurde die Elektronenenergieverlust-Spektroskopie eingesetzt. Für EELS im RTEM sind in erster Linie Energieverluste bis 2000 eV von Bedeutung. Oberhalb dieser Energie ist die Zahl der inelastisch gestreuten Elektronen in der Regel für eine quantitative Materialanalyse zu gering. Die Ionisationskanten der vier Elemente Gallium, Indium, Arsen und Phosphor befinden sich alle in diesem Energiebereich. In Tabelle 5.2 sind ihre charakteristischen Energieverluste aus [80] zusammengestellt.

Element	lonisations- kante	Energieverlust
Phosphor (P)	L _{2,3}	132 eV
Indium (In)	M _{4,5}	443 eV
Gallium (Ga)	L _{2,3}	1115 eV
Arsen (As)	L _{2,3}	1323 eV

Tabelle 5.2 : Charakteristische Energieverluste der Ionisationskanten

Die Spektren wurden mit einem Strahlstrom von 0,7 nA aufgezeichnet, der einem Sondendurchmesser von etwa 0,5 nm entspricht. Die Messzeit (Integrationszeit) der Galliumbzw. Arsen-Spektren betrug 20 s. Beim Indium wurde eine Messzeit von 5 s und beim Phosphor von 1 s gewählt. Die CCD-Kamera wurde bei den Messungen auf eine Betriebstemperatur von -40 C gekühlt. Die Auswertung der Spektren erfolgte mit einer speziell für die Elektronenenergieverlust-Spektroskopie konzipierten Software der Firma Gatan auf einem Apple-MacIntosh-Computer. Anhand von Ordnungszahlkontrastabbildungen wurden jeweils innerhalb der hellen und dunklen Bereiche (siehe Messpunkte in Bild 5.8) entsprechende Elektronenenergieverlust-Spektren aufgenommen. Bild 5.8 zeigt typische Spektren der In-M-Ionisationskante (In: Gruppe-III-Element) und der P-L-Ionisationskante (P: Gruppe-V-Element) aus einer quaternären Schicht mit geringem Arsen-Gehalt (y=0,15, x=0,6). Die rot gezeichneten Spektren wurden in einem dunklen Bereich und die schwarz gezeichneten Spektren in einem hellen Bereich des Ordnungszahlkontrastbildes aufgenommen (dieses Mikrobild wurde im Diagramm von Bild 5.8 oben eingebettet). Die P-L-Kante ($Z_P = 15$) ist im dunklen Bereich intensitätsreicher als im hellen Bereich, während die In-M-Kante ($Z_{In} = 49$) im dunklen Bereich intensitätsärmer ist als im hellen Bereich. Dies entspricht den Intensitätsverteilungen der Ordnungszahlkontrastabbildung, dessen Signal proportional zur Ordnungszahl Z^n (1,5 ≤ n ≤ 2) ist.



Bild 5.8 : Elektronenenergieverlust-Spektren der In-M- und P-L-Ionisationskanten einer Ga_{0,6}In_{0,4}As_{0,15}P_{0,85}-Einzelschicht in den hellen bzw. dunklen Bereichen der Ordnungszahlkontrastabbildung

Die quantitative Auswertung ergibt eine Variation der Anteile von Phosphor zu $\Delta y_{exp} = 0,04$ und Indium zu $\Delta x_{exp} = 0,18$. Diese relativ geringen Schwankungen in der Konzentration sind aufgrund des relativ starken Bildkontrastes in der Z-Kontrastabbildung nicht zu erwarten.

Es zeigt sich, dass sich die Gruppe-III-Elemente entsprechend der Vorhersage aus dem thermodynamischen Modell der Mischungslücke deutlich stärker entmischen als die Gruppe-V-Elemente (siehe Bild 5.9). Das Modell geht davon aus, dass die Entmischung entlang der Gleichgewichtsgeraden wie in Bild 5.9 eingezeichnet verläuft, bis sich schließlich Phasen eingestellt haben, die durch die Schnittpunkte dieser Gleichgewichtsgeraden mit der Mischungslücke markiert sind.



Bild 5.9 : Ausschnitt der berechneten Mischungslücke und Lage der Gleichgewichtsgeraden bei einer Temperatur von 730°C

Die Änderungsintervalle belaufen sich nach der Theorie dabei für Δy_{theor} auf 0,13 und für Δx_{theor} auf 0,39. Der theoretische Wert für die Variation der y-Komponente ist 3-mal größer und der für die Variation für die x-Komponente etwas mehr als 2-mal so groß als der experimentell ermittelte Wert. Dies deutet darauf hin, dass im Gegensatz zur Theorie der Grad der Entmischung geringer ist als vorhergesagt.

In Bild 5.10 sind die Ga-L-Ionisationskante und As-L-Ionisationskante aus einer quaternären Schicht mit hohem Arsen-Gehalt (y=0,5, x=0,74) und fehlorientiertem Substrat dargestellt. Die As-L-Ionisationskante ist zur besseren Darstellung mit 2facher Verstärkung abgebildet. Die schwarz gezeichneten Spektren wurden wiederum im hellen Bereich, die rot gezeichneten Spektren im dunklen Bereich der entmischten Schicht, korrespondierend zur Ordnungszahlkontrastabbildung, aufgenommen. Es zeigt sich auch hier, dass die Intensitäten der entsprechenden Ionisationskanten mit den Intensitätsverteilungen der Ordnungszahlkontrastabbildung übereinstimmen.



Bild 5.10 : Elektronenenergieverlust-Spektren der Ga-L- und As-L-Ionisationskanten einer Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}-Einzelschicht in den hellen bzw. dunklen Bereichen der Ordnungszahlkontrastabbildung

Im Vergleich zur Schicht mit geringem Anteil ergibt die Auswertung jedoch noch geringere Variationen der x- bzw. y-Anteile. Die ermittelten Werte ergeben hier eine Variation der Anteile von Gallium zu $\Delta x_{exp} = 0,02$ und von Arsen zu $\Delta y_{exp} = 0,04$. Es zeigt sich somit auch für Schichten mit hohem Arsen-Gehalt, dass der Grad der Entmischung geringer ausfällt als von der Theorie vorhergesagt.

5.1.3 Untersuchung der Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Einzelschichten mittels Elektronenbeugung

Für einen zusätzlichen Informationsgewinn über lokale Unterschiede in den entmischten Schichten stehen im RTEM des Weiteren noch die in Kapitel 2.1.3.4 beschriebenen Beugungstechniken SAD und CBED zur Verfügung. Zunächst werden die Untersuchungsergebnisse an Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Einzelschichten mittels SAD und anschließend mittels CBED präsentiert.

Bild 5.11 zeigt die SAD-Beugungsaufnahme von exakt orientiertem GaAs-Substrat und entsprechende Linescans eines ausgewählten Bragg-Reflexes entlang der markierten Linie. Die Linescans wurden dabei aus einem SAD-Beugungsmuster von GaAs (rot), einer fehlorientierten Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}-Einzelschicht (blau) und einer exakt orientierten Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}-Einzelschicht (schwarz) extrahiert. Die Kurven wurden dabei entsprechend auf ihr Maximum normiert.



Bild 5.11 : a) SAD-Beugungsaufnahme von exakt orientiertem GaAs b) Linescans der Bragg-Reflexe entlang der Markierung in a)

Es ist deutlich zu erkennen, dass die Halbwertsbreite der fehlorientierten quaternären Schicht gegenüber dem GaAs eine Aufweitung zeigt. Diese zeigte in den Abbildungen auch die weitaus größeren Kontrastvariationen (vgl. Kapitel 5.1.1). Die Halbwertsbreite der exakt orientierten Schicht ist nahezu identisch mit der des GaAs-Peaks. Die Aufweitung des Peaks kann dadurch erklärt werden, dass die SAD-Beugungsaufnahmen aus der entmischten Schicht eine Mittelung über mehrere Bereiche mit leicht unterschiedlichen Gitterkonstanten darstellt. Diese Änderung der lokalen Gitterkonstante kann mit Hilfe des Vegard'schen Gesetzes den unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen der einzelnen Phasen zugeschrieben werden. Die Positionen der Peaks in den einzelnen SAD-Beugungsmustern der entmischten Schichten besitzen zueinander die gleichen Abstände wie im GaAs. Dies bestätigt, dass im Mittel gitterangepasstes Wachstum erreicht wurde. Orderingeffekte konnten jedoch, unabhängig vom As-Gehalt, in keiner entmischten Einzelschicht nachgewiesen werden.

Zur Erfassung von z.B. lokalen Änderungen der Gitterkonstanten und unterschiedlichen Verspannungen im Nanometerbereich wurde die CBED-Messtechnik eingesetzt. Da in den entmischten Schichten bereits mittels der Elektronenenergieverlust-Spektroskopie der quantitative Nachweis für die Existenz von Phasen unterschiedlicher chemischer Zusammensetzung erbracht wurde, müssen diese mittels CBED prinzipiell über das Vegard'sche Gesetz messbar sein.

Exemplarisch zeigt Bild 5.12 zwei CBED-Beugungsmuster der Probe Nummer 4 (vgl. Tabelle 5.1). Diese wurden im GaAs-Substrat (Bild 5.12a) und in der entmischten Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}-Einzelschicht (Bild 5.12b) aufgenommen. Durch den Vergleich mit kinematischen Simulationen ergibt sich, dass die Beugungsaufnahmen nahe der [0 2 3]-Orientierung aufgenommen worden sind [81]. Wird der Elektronenstrahl auf eine Probenstelle im GaAs-Substrat fokussiert, zeigt sich ein typisches CBED-Beugungsmuster. Im Gegensatz dazu tritt für den Fall, dass der Elektronenstrahl auf die quaternäre Schicht (Bild 5.12b) fokussiert wird, bei bestimmten Linien eine Linienaufspaltung (engl. Splitting) auf. Dieses Splitting ist z.B. gut anhand der (2 6 -4)- und (-2 6 -4)-Linienpaare zu erkennen. Das Splitting der Beugungslinien beträgt 1,6 mrad und konnte auch in entmischten Schichten mit niedrigem As-Gehalt beobachtet werden.

Anhand von Verspannungsmessungen ergibt sich eine relative lokale Änderung der Gitterkonstanten der entmischten Phasen von kleiner als 0,2 %. Über das Vegard'sche Gesetz lässt sich daraus die Änderung der lokalen chemischen Zusammensetzung zu Δx , $\Delta y \leq 0,02$ abschätzen. Diese Werte stehen in guter Übereinstimmung mit den gemessenen Unterschieden mittels EELS.

85



Bild 5.12 : CBED-Beugungsaufnahmen: a) GaAs-Substrat, b) $Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}$ -Einzelschicht, c) Ausschnitt aus b) mit variiertem Kontrast

Als Ursache für das Splitting der Beugungslinien wird eine Oberflächenrelaxation der dünn präparierten Probe im Bereich der entmischten, gering verspannten Phasen angenommen. Nach dem Modell von Treacy [82] kommt es zu einer Modulation der Abstände der einzelnen, senkrecht zur Oberfläche stehenden Netzebenen sowie zu einer Verkippung der einzelnen Netzebenen an der Probenoberfläche, der eigentlichen Oberflächenrelaxation. Anhand dieser Modellvorstellung konnte in [29] durch Multislice-Simulationen bestätigt werden, das die Aufspaltung der Beugungslinien in direktem Zusammenhang mit den Oberfächenrelaxationen steht. Diese Oberflächenrelaxationen sind auch mitverantwortlich für die starken Kontrastvariationen sowohl in der Hellfeld- als auch in der Ordnungszahlkontrastabbildung. Dies konnte ebenfalls durch Simulationen von Radefeld bestätigt werden. Die starken Kontrastvariationen können daher als eine Störung des "Channeling Prozesses" (vgl. Kapitel 2.1.3.2) interpretiert werden. Aufgrund der lokal unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen, Gitterkonstanten und Kristallorientierungen kommt es zu einem sogenannten "Dechanneling Kontrast" [83], der sich dem Ordnungszahlkontrastsignal überlagert.

5.1.4 Ergänzende Untersuchungen mittels Rasterkraftmikroskopie (RKM) und Kathodolumineszenz (KL)

Zusätzlich zu den oben beschriebenen Untersuchungen mittels der Raster-Transmissionselektronenmikroskopie wurden ergänzende Messungen an den im Fachgebiet "Werkstoffe der Elektrotechnik" zur Verfügung stehenden Kathodolumineszenz- und Rasterkraftmikroskopie-Messständen durchgeführt.

Die Rasterkraftmikroskopie wurde dabei zur Charakterisierung der Morphologie der Probenoberfläche eingesetzt. Dabei wird die RKM-Messsonde, die aus einem Hebelarm und einer Messspitze besteht, über die Probe gerastert. Es entstehen Kraftwechselwirkungen, die anziehend oder abstoßend auf die Messspitze wirken. Die dadurch entstehende Verbiegung des Hebelarms wird Punkt für Punkt detektiert und liefert somit das Abbild der Probenoberfläche.

Bei der KL-Messtechnik trifft ein fein fokussierter Elektronenstrahl auf eine Halbleiterprobe und erzeugt dort lokal Überschussladungsträger, die entweder strahlend oder nichtstrahlend rekombinieren. Die strahlenden Rekombinationen führen zur Emission von Lichtquanten, die z.B. als spektrale Kathodolumineszenz (Intensität einer Wellenlänge) erfasst werden kann. Dabei wird die Intensität der Lumineszenz an einer festen Probenstelle als Funktion der Wellenlänge gemessen. Über die Auswertung des Emissionsspektrums kann eine Aussage z.B. über die vorhandene lokale Bandstruktur, die lokale chemische Zusammensetzung (und damit über Entmischungsphänomene) und Störstellenniveaus in der Bandlücke der untersuchten Probenbereiche gemacht werden.

Bild 5.13 zeigt typische RKM-Topographieabbildungen von Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichtoberflächen mit geringem Arsen-Gehalt, deren Zusammensetzung innerhalb bzw. außerhalb (Bild rechts unten) der Mischungslücke liegt. Die Oberflächen der Schichten, deren Zusammensetzungen innerhalb der Mischungslücke liegen, weisen gegenüber den Proben mit Zusammensetzungen außerhalb der Mischungslücke eine leichte Oberflächenrauhigkeit und Oberflächenstrukturierung auf. Die lateralen Abmessungen und die Höhe der Strukturen bewegen sich dabei in einer Größenordnung von ca. 400 - 500 nm bzw. ca. 250 nm. Es zeigt sich folgende leichte Tendenz: Je tiefer die chemische Zusammensetzung der Schichten innerhalb der Mischungslücke gelegen ist, desto größer ist die Oberflächenrauhigkeit und -strukturierung der Schichten. Sekundärelektronenabbildungen im Rasterelektronenmikroskop liefern das gleiche Ergebnis.



Bild 5.13 : RKM-Aufnahmen der Oberflächenmorphologie der Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichten mit geringen As-Gehalten

Der Einsatz der spektralen Kathodolumineszenz erfolgte sowohl an quaternären $Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}$ -Schichten mit hohem als auch mit geringem Arsen-Gehalt. Die Proben wurden dafür auf eine Temperatur von 77 K gekühlt.

Die in Bild 5.14 gezeigten Ergebnisse wurden an einer dünn präparierten $Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}$ -Querschnittsprobe erzielt. Die dünn präparierte Probe wurde benutzt, um eine Ortsauflösung der Methode von < 1 µm zu erhalten. Die Abbildung zeigt das KL-Spektrum der $Ga_{0,74}In_{0,26}As_{0,5}P_{0,5}$ -Schicht sowie ein als Referenz dienendes, im GaAs aufgenommenes KL-Spektrum. Das KL-Spektrum der quaternären Schicht weist eine Halbwertsbreite von ca. 82 meV auf und zeigt im Bereich der maximalen Intensität mehrere dicht nebeneinander liegende feine Peaks. Der Vergleich mit weiteren KL-Spektren, welche an unterschiedlichen Orten innerhalb der quaternären Schicht aufgenommen wurden, zeigt, dass sich diese Intensitätsmaxima innerhalb der Schicht verschieben. Beide Effekte deuten unabhängig von den bisher erzielten Untersuchungsergebnissen auf eine Inhomogenität in der lateralen Richtung hin.



Bild 5.14 : KL-Spektrum der Ga_{0.74}In_{0.26}As_{0.5}P_{0.5}-Schicht

Die spektral aufgelösten Kathodolumineszenz-Messungen an Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichten mit geringem Arsen-Gehalt wurde an nicht gedünnten (massiven) Proben vorgenommen [84]. Die aufgenommenen KL-Spektren zeigt Bild 5.15. Die Schichten mit Arsen-Anteilen, die innerhalb der Mischungslücke liegen, zeigen keine bzw. eine sehr schwache Lumineszenz mit einer extremen Halbwertsbreite der spektralen Verteilung aus der quaternären Schicht, obwohl die KL-Intensität dieser Proben 20-fach verstärkt wurde. Bei den Schichten außerhalb und am Rand der Mischungslücke ist hingegen wie zu erwarten ein deutlicher, von der quaternären Schicht herrührender Peak bei einer Wellenlänge von $\lambda_{Ph} = 647,5$ nm bzw. $\lambda_{Ph} = 642$ nm zu erkennen. Zusätzlich kann bei einer Wellenlänge von 820 nm bei einigen Proben der Substratpeak von GaAs beobachtet werden. Die variierende Intensität dieses Peaks bei den einzelnen Proben ist auf die unterschiedlichen Schichtdicken der Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichten zurückzuführen. Fehlt der GaAs-Peak, ist die quaternäre Schicht so dick, dass das Erzeugungsvolumen (EZV) für die Kathodolumineszenz nicht bis in das Substrat hineinreicht.



Bild 5.15 : KL-Spektren der Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Schichten mit geringen As-Gehalten

Auch ohne die Kenntnisse aus den ortsaufgelösten Untersuchungen mittels RTEM wäre die Interpretation dieser Spektren sehr schwierig. So könnte neben der Entmischung auch das Auftreten relaxationsbedingter Gitterfehler, welche im Kristall als Zentren für nichtstrahlende Rekombination dienen und daher die Anzahl der strahlenden Rekombinationsprozesse drastisch vermindern, oder ein ungeordnetes Kristallwachstum aufgrund ungünstiger Wachstumsbedingungen ein Grund für das sehr schwache Lumineszenzverhalten der Proben, welche innerhalb der Mischungslücke liegen, sein.

Aufgrund der RTEM-Untersuchungen wird deutlich, dass das ungeordnete Kristallwachstum die Ursache für das sehr geringe bzw. fehlende Lumineszenzverhalten ist. Es kann daraus geschlossen werden, dass das EZV gar nicht in die entmischten Schichten hineinreicht.

Diese Ergebnisse verdeutlichen, das die Betrachtung der KL-Halbwertsbreiten zwar einen Hinweis auf das mögliche Vorliegen von Entmischung geben kann, eine ortsaufgelöste Untersuchung zur Verifikation der Entmischung aber zwingend erforderlich ist.

5.2 Untersuchung von Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z}-Übergittern

Zur Untersuchung von Entmischungsphänomenen in verspannungskompensierten Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z}-Übergittern wurden Proben untersucht, die mittels Niederdruck-MOVPE hergestellt wurden. Alle Proben wurden im Institut für Halbleitertechnik an der RWTH Aachen hergestellt und sind im Wesentlichen für Optoelektronikanwendungen wie z.B. optoelektronische Modulatoren konzipiert worden. Die Proben wurden bei einer Wachstumstemperatur von 640°C auf in (001)-Richtung orientiertem InP-Substrat abgeschieden. Ihren prinzipiellen Schichtaufbau zeigt Bild 5.16.



Bild 5.16 : Schichtaufbau der untersuchten Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z}-Übergitter

Auf schwefeldotiertem InP-Substrat wird eine InP-Pufferschicht abgeschieden, um mögliche Gitterfehler wie z.B. Versetzungen, die sich zu Beginn des Wachstums aufgrund von Verunreinigungen der Substratoberfläche bilden können, im InP zu "überwachsen". Das verspannungskompensierte Übergitter mit 10 Perioden Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z} wird entweder direkt auf die Pufferschicht abgeschieden (Probe D und E) oder in eine pin-Struktur (Probe A, B, C und F), die aus n- bzw. p-dotiertem quaternärem Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y} besteht, eingebettet. Die Zusammensetzung des quaternären Materials liegt dabei außerhalb der Mischungslücke. Abgeschlossen wird die Schichtstruktur mit einer hochdotierten Kontaktschicht aus gitterangepasstem GalnAs (pin-Struktur) zur Verbesserung des ohmschen Kontaktes oder mit einer InP-Deckschicht (Proben D und E) zur Vermeidung von niederenergetischen Oberflächenzuständen.



Bild 5.17 : Berechnete Mischungslücke von $Ga_x In_{1-x} As_y P_{1-y}$ für T= 640°C und die Zusammensetzungen der untersuchten Übergitter. Die gestrichelte Linie kennzeichnet Zusammensetzungen, die Gitteranpassung für InP-Substrate aufweisen

Bild 5.17 zeigt die Lage der Zusammensetzungen der untersuchten Übergitter in der Mischungslücke. Zusätzlich sind die wichtigsten Probenparameter nochmals in Tabelle 5.3 zusammengefasst.

Probe	Ga-Gehalt (Topf) x	Ga-Gehalt (Barriere) y	As-Gehalt z	Totaldruck hPa
А	0,26	0,5	0,8	20
В	0,19	0,45	0,7	60
С	0,22	0,48	0,75	20
D	0,22	0,48	0,75	20
Е	0,22	0,48	0,75	40
F	0,22	0,48	0,75	60

Tabelle 5.3: Probenparameter der Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z}-Übergitter

Die chemische Zusammensetzung der Übergitter wurde so gewählt, dass die positiv verspannten (druckverspannten) Barrieren weit innerhalb des instabilen Bereiches der Mischungslücke und die negativ verspannten (zugverspannten) Töpfe am Rand der Mischungslücke liegen (siehe Bild 5.17). Der Arsengehalt z wurde in Topf und Barriere gleich gehalten, um eine Arsenverschleppung in die Barrieren zu vermeiden.

Im Folgenden wird der Einfluss des Totaldrucks auf die Qualität der Übergitter untersucht. Der Totaldruck spielt neben der Wachstumstemperatur eine Schlüsselrolle im MOVPE-Prozess. Er beeinflusst die Vorzerlegung der Ausgangsstoffe, verändert die Partialdrücke in der Gasphase sowie die Belegungsdichte der Kristalloberfläche mit Adsorbaten. So kann der Totaldruck grundlegende Parameter wie Komposition oder Wachstumsrate, aber auch Migrationslänge auf der Kristalloberfläche oder Diffusionslänge in der Gasphase variieren [85].

Die gezeigten Ergebnisse sind dabei an Übergittern erzielt worden, die bei unterschiedlichen Totaldrücken von 20 hPa, 40 hPa oder 60 hPa im MOVPE-Reaktor hergestellt wurden.

5.2.1 Strukturelle Eigenschaften der Übergitter

Die oben vorgestellten Proben wurden für die RTEM-Untersuchungen wiederum im <110>-Querschnitt präpariert. Bild 5.18 zeigt Übersichtsaufnahmen von Probe C und Probe F. Diese besitzen den nominell gleichen Schichtaufbau, wurden jedoch bei unterschiedlichen Totaldrücken hergestellt. Es zeigt sich, dass die Oberfläche der Probe C, die bei einem Reaktordruck von 20 hPa hergestellt wurde, eine sehr ausgeprägte Topographie besitzt. Probe F weist im Gegensatz dazu eine sehr glatte Oberfläche auf.



Bild 5.18 : Einfluss des Totaldrucks auf die Oberflächenmorphologie

zugverspannten Barrieren zurückgeführt wird.

Bei Probe D, die ebenfalls bei einem Totaldruck von 20 hPa hergestellt wurde, fehlen die dicken quaternären Schichten (vgl. Bild 5.16) oberhalb und unterhalb des Übergitters. Statt dessen wurde eine 15 nm dicke InP-Deckschicht verwendet. Die Oberfläche dieser Probe ist ebenso glatt wie die von Probe F (auf eine Abbildung wurde hier aus Redundanzgründen verzichtet). Die starke Degradation der Oberfläche von Probe C kann daher durch die Verwendung der dickeren quaternären Deckschicht erklärt werden, deren Dicke oberhalb der kritischen Schichtdicke für pseudomorphes Wachstum liegt (vgl. Kapitel 2.3) und relaxiert. Bild 5.19 zeigt zwei Mikrobilder des Übergitters der Probe C. Bei Bild 5.19b handelt es sich um eine Ausschnittvergrößerung aus Bild 5.19a (siehe Markierung). In den Hellfeldabbildungen ist bei genauer Betrachtung zu erkennen, dass sich an der Oberseite des Übergitters (jeweils links) in lateraler Richtung ein wellenartiger Verlauf der Schichten ausgebildet hat. Diese Welle weist eine Periodizität von ca. 200 nm auf. In [86] wird von ähnlichen lateralen Dickenmodulationen berichtet, die auf eine teilweise Relaxation von



Bild 5.19 : Hellfeldabbildungen des Übergitters von Probe C

Die Mikrobilder zeigen des Weiteren linienartige Defektstrukturen, die bis nahe an das Übergitter heranreichen (siehe Pfeile in Bild 5.19a). Von dort bildet sich ein dunkler Kontrast bis ins Übergitter aus, der auf Verspannungsfelder innerhalb dieses Probenbereiches zurückzuführen ist (sog. Verspannungssaum).

Die Auswirkungen des wellenförmigen Verlaufs der Schichten auf das Übergitter selbst wird durch Bild 5.20 verdeutlicht. Dies zeigt die Ordnungszahlkontrastabbildung und das daraus

extrahierte Intensitätsprofil des Übergitters von Probe C. Die Wachstumsrichtung verläuft von links nach rechts. Die nominelle Dicke der Töpfe und Barrieren war jeweils 4 nm. Die ersten fünf Perioden weisen noch einen deutlichen Kontrastunterschied zwischen den Töpfen (im Ordnungszahlkontrastbild hell) und den Barrieren (im Ordnungszahlkontrastbild dunkel) auf. Jedoch ergab die Auswertung eine Periodenbreite von 7 nm (nominell 8 nm). Die Topfbreite ergab sich dabei zu 4 nm und die Barrierenbreite zu 3 nm. Ab der sechsten Periode wird der Kontrastunterschied immer geringer und die Topfbreite nimmt mit jeder weiteren Periode leicht zu.



Bild 5.20 : Ordnungszahlkontrastabbildung und Linescan des Übergitters von Probe C

Der Einfluss des Totaldrucks auf die Qualität der Übergitter wird durch die folgende Abbildung nochmals klar belegt. Bild 5.21 zeigt die Hellfeldabbildungen von den Übergittern der Proben D, E und B. Der Reaktordruck bei diesen Proben lag bei 20 hPa, 40 hPa und 60 hPa.

Die Hellfeldabbildungen, die Aussagen über die kristalline Qualität der Proben zulassen, zeigen eine mit zunehmendem Totaldruck besser werdende Qualität der Übergitter. So nehmen die Kontrastvariationen innerhalb der Töpfe und Barrieren mit zunehmendem Totaldruck ab, und bei einem Totaldruck von 60 hPa zeigt sich eine perfekte Übergitterstruktur.







Bild 5.21 : Hellfeldabbildungen von Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z}-Übergittern, hergestellt bei Totaldrücken von 20 hPa, 40 hPa und 60 hPa und gleicher Wachstumstemperatur von 640°C

5.2.2 Qualitativer Nachweis von Fluktuationen der chemischen Zusammensetzung innerhalb der Heteroschichten mittels der Ordnungszahlkontrastabbildung

Anhand der korrespondierenden Ordnungszahlkontrastabbildungen der untersuchten Übergitter aus Bild 5.21 wurden die Topf- und Barrierendicken bzw. die Periodendicke ermittelt. Die Daten sind in Tabelle 5.4 aufgelistet. Bei allen Proben treten Abweichungen von den nominell vorgegebenen Werten auf. So ist z.B. die Dicke der Töpfe bei allen untersuchten Proben größer als die der Barrieren. Die Summe aus Topf- und Barrierenbreite ergibt die Periode des Übergitters. Die Abweichung des experimentell ermittelten Wertes vom nominellen Wert ist um so größer, je niedriger der Totaldruck beim Wachstum lag. Bei einem Totaldruck von 60 hPa stimmen Soll- und Istwert nahezu überein.

Probe	d _{Topf,nom.}	d _{Barriere,nom.}	d _{Topf,exp.}	d _{Barriere,exp.}	$\Lambda_{nom.}$	$\Lambda_{exp.}$	Totaldruck
D	4 nm	4 nm	5,9 nm	4,6 nm	8 nm	10,5 nm	20 hPa
Е	4 nm	4 nm	4 nm	3 nm	8 nm	7 nm	40 hPa
В	5 nm	5 nm	5,4 nm	4,5 nm	10 nm	9,9 nm	60 hPa

Tabelle 5.4: Nominelle und experimentell ermittelte Topf- und Barrierenbreiten

Bild 5.22 zeigt Ordnungszahlkontrastabbildungen der in Tabelle 5.4 aufgeführten Proben. Sie geben eindeutige Hinweise über die Beschaffenheit der Grenzflächen (z.B. Abruptheit der Übergänge) sowie über Fluktuationen der chemischen Zusammensetzung innerhalb der Heteroschichten. Es zeigt sich, dass mit zunehmendem Totaldruck auch die Grenzflächenqualität der Heteroschichten zunimmt. So ist bei einem Totaldruck von 20 hPa die Grenzflächenrauhigkeit zwischen Topf und Barriere sehr ausgeprägt. Diese Rauhigkeit wird immer schwächer, bis sich bei 60 hPa nahezu abrupte Übergänge eingestellt haben. Außerdem kann man Schwankungen der chemischen Zusammensetzung innerhalb der Töpfe und der Barrieren erkennen, die ebenfalls mit zunehmendem Totaldruck immer geringer werden.



Bild 5.22 : Ordnungszahlkontrastabbildungen von Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z}-Übergittern, hergestellt bei Totaldrücken von 20 hPa, 40 hPa und 60 hPa und gleicher Wachstumstemperatur von 640°C

Dies zeigen auch die in Bild 5.23 abgebildeten Intensitätslinescans, die wie in Bild 5.22 eingezeichnet jeweils aus den Ordnungszahlkontrastabbildungen extrahiert wurden. Der Vergleich der Linescans innerhalb der Töpfe und Barrieren zeigt eine mit zunehmendem Totaldruck geringer werdende Kontrastvariation, bis sich bei einem Totaldruck von 60 hPa eine gleichmäßige Intensitätsverteilung zeigt. Der fallende Verlauf kann dabei durch einen Dickengradienten der Probe erklärt werden.

Die Linescans, die senkrecht zum Übergitter aufgenommen wurden, zeigen bei einem Totaldruck von 20 hPa deutliche Asymmetrien der Grenzflächen. Diese Asymmetrien treten



Bild 5.23 : Intensitätsprofile der Ordnungszahlkontrastabbildung aus Bild 5.22 a) entlang der Barrieren, b) entlang der Töpfe und c) senkrecht zum Übergitter

bei 40 hPa nicht mehr auf, jedoch sind die Übergängen noch deutlich verschmiert. Erst bei einem Totaldruck von 60 hPa sind die Übergänge nahezu abrupt.

Durch diese Ergebnisse kann gezeigt werden, dass durch eine Erhöhung des Totaldrucks der Entmischungsvorgang vermindert oder sogar ganz vermieden werden kann. Es existiert ein kritischer Totaldruck, welcher nicht unterschritten werden darf, sonst degradiert das Übergitter. Durch die Herstellung mehrere Probenserien mit unterschiedlichem Arsengehalt und entsprechender Variation des Totaldrucks konnte im Institut für Halbleitertechnik an der RWTH Aachen ein Phasendiagramm entwickelt werden, welches den vom Arsengehalt abhängigen Mindesttotaldruck angibt, bei dem sich das Barrierenmaterial noch nicht entmischt (Bild 5.24). Oberhalb dieses Wertes ist die Herstellung von Übergittern mit guten optischen Eigenschaften möglich. Die Unterschreitung dieses Mindestdruckes um wenige Millibar führt zur vollständigen Degradation des Übergitters.



Bild 5.24 : Kritischer Totaldruck in Abhängigkeit vom Arsengehalt z

Die Verringerung des Arsengehalts verursacht eine chemische Zusammensetzung des quaternären Materials, die tiefer in der Mischungslücke liegt. Die Erhöhung des Totaldrucks kompensiert diesen Einfluss, denn mit zunehmendem Totaldruck im MOVPE-Reaktor verläuft das Wachstum der Schichten immer weiter entfernt vom thermodynamischen Gleichgewicht ab. Die theoretisch vorhergesagte Mischungslücke gilt jedoch exakt nur im thermodynamischen Gleichgewicht. Mit zunehmendem Totaldruck können (wie oben gezeigt) dennoch Schichten mit exzellenten Eigenschaften hergestellt werden, was zeigt, dass der instabile Bereich der Mischungslücke bei Abweichungen vom Gleichgewicht eingeschränkt wird.

5.2.3 Quantitative Bestimmung der lokalen Verspannung der Ga_xIn_{1-x}As_zP_{1-z}/Ga_yIn_{1-y}As_zP_{1-z}-Übergitter

Am Beispiel der Proben A und B, deren Übergitter in eine pin-Struktur eingebettet sind und damit als elektrooptische Modulatoren fungieren, werden Verspannungsmessungen mittels CBED gezeigt. Die Auswertung erfolgte durch Mitarbeiter des Fachgebiets Werkstoffe der Elektrotechnik.

Zur Bestimmung der Verspannung der Übergitter werden CBED-Beugungsmuster im InP-Substrat und in den verspannten Töpfen bzw. Barrieren aufgenommen. Die Beugungsmuster zeigen sich kreuzende HOLZ-Linien, die sich entsprechend der Verspannung verschieben. Die Beugungsmuster werden mit entsprechenden dynamischen Beugungsbildsimulationen von verspannten Schichten verglichen. Dabei wird der Grad der Verspannung so lange variiert, bis eine maximale Übereinstimmung mit den experimentellen Aufnahmen erzielt ist [87].

Für das Ga_{0,26}In_{0,74}As_{0,8}P_{0,2}/Ga_{0,5}In_{0,5}As_{0,8}P_{0,2}-Übergitter (Probe A) wurde die Verspannung der Töpfe zu -1,3% und die Verspannung der Barrieren zu +1,7% bestimmt. Diese Werte stehen in exzellenter Übereinstimmung mit XRD-Messungen. Anhand eines Verspannungsprofils, das aus 30 CBED-Beugungsmustern erzeugt wurde, konnte verdeutlicht werden, dass die angestrebte Verspannungskompensation nicht erreicht wurde [88].

Probe A wurde bei einem Totaldruck von 20 hPa hergestellt und zeigte ähnlich wie Probe C und Probe D eine mindere strukturelle Qualität und auffällige Asymmetrien in der chemischen Zusammensetzung an den Grenzflächen. Aufgrund dessen zeigte das Übergitter nicht den sogenannten Wannier-Stark-Effekt, ein physikalischer Effekt, der alternativ zu anderen Effekten in Halbleiter-Heterostruktur-Modulatoren ausgenutzt wird. Hier soll nur ein sehr kurzer Erklärungsversuch zum Wannier-Stark-Effekt unternommen werden. Eine ausführliche Erläuterung findet sich bei [55].

In einem Übergitter kommt es unter Flachbandbedingungen zur Kopplung der Potentialtöpfe im Leitungsband. Dadurch bilden sich kontinuierliche Minibänder aus. Unter dem Einfluss eines ausreichend großen elektrischen Feldes spalten die Minibänder in diskrete Energieniveaus mit äquidistanten Energieabständen auf. Kommt es zu direkten räumlichen Übergängen und zu Übergängen zwischen Elektronen und Löchern benachbarter Potentialtöpfe, spricht man vom Wannier-Stark-Effekt.

Die Verspannungsmessung am Ga_{0,19}In_{0,81}As_{0,7}P_{0,3}/Ga_{0,45}In_{0,55}As_{0,7}P_{0,3}-Übergitter (Probe B) ist in Bild 5.25 dargestellt. Sie zeigt zum einem ein Ordnungszahlkontrastbild (unten rechts) des Übergitters, welches die exzellente Qualität der Schichten unter Beweis stellt. An dieser Probe wurden entlang der eingezeichneten Linie insgesamt 50 einzelne CBED-Beugungsmuster aufgenommen und daraus wie oben erläutert die Verspannungen ermittelt [89]. Stellvertretend für die 50 Beugungsmuster sind drei CBED-Muster aus Topf, Barriere und Grenzfläche gezeigt (Bild 5.25, oben). Deutlich sind die Verschiebungen der HOLZ-Linien zu erkennen (siehe Pfeile). Das ortsaufgelöstes Verspannungsprofil entlang dieser Linie ist ebenfalls in Bild 2.25 (unten links) dargestellt. Es spiegelt den Aufbau der untersuchten Probe wieder. Die tetragonale Verspannung in der Mitte der quaternären Schichten wurde zu +1,75% bzw. -1,75% ermittelt.



Bild 5.25 : CBED-Muster aus Barriere, Grenzfläche und Topf sowie das aus 50 Mustern erstellte Verspannungsprofil des Übergitters von Probe B

Die mittlere Verspannung von 0,26% weist darauf hin, dass das Übergitter ebenso wie Probe A nur nahezu verspannungskompensiert aufgewachsen wurde. Die hier gemessene mittlere Verspannung stimmt jedoch ausgezeichnet mit den XRD-Messwerten für das gesamte Übergitter überein. Laterale Fluktuationen der Verspannung in den einzelnen Schichten (Töpfe und Barrieren) waren im Rahmen der Messgenauigkeit ($\Delta a/a \ge 10^{-3}$) nicht nachweisbar. Änderungen in der lateralen chemischen Zusammensetzung waren mittels EELS ebenfalls nicht nachweisbar.

Mit diesem Übergitter konnte ein bei λ = 1,55 µm funktionierender Modulator, basierend auf dem Wannier-Stark-Effekt, aufgebaut werden [90].

Durch dieses Beispiel konnte gezeigt werden, dass die Herstellung von quaternären Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}-Heteroschichten von hoher Qualität möglich ist, auch wenn deren Zusammensetzung innerhalb der theoretisch vorhergesagten Mischungslücke liegt. Durch Maßnahmen, die den Herstellungsprozess vom thermodynamischen Gleichgewicht entfernen (hier: Mindesttotaldruck, abhängig vom Arsengehalt), kann die Entmischung gehemmt oder sogar unterdrückt werden.

Dieser Ansatz (Entfernung des Herstellungsverfahren vom thermodynamischen Gleichgewicht) wurde bereits in der Dissertation von A. Behres [91] erfolgreich am zur Phasenseparation neigenden Materialsystem InAsPSb angewendet. Hier konnte die Dichte der Defektstrukturen, die auf Entmischungen zurückgeführt wurden, durch die Optimierung der Wachstumsparameter Temperatur, Totaldruck, V/III-Verhältnis und Wachstumsrate bis auf eine substratbedingte Defektdichte reduziert werden und man war in der Lage, InAsPSb-Schichten gitterangepasst auf InAs-Substrat mit Zusammensetzungen innerhalb der vorhergesagten Mischungslücke von hoher Qualität herzustellen.