6 Diskussion

In dieser Arbeit wurde das RTEM für die ortsaufgelöste Charakterisierung von Entmischungsphänomenen in $Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}$-Halbleiter-Heteroschichten eingesetzt. Dabei konnte auf Erfahrungen an InGaAs/InP- und AlGaAs/GaAs-Heteroschichten aufgebaut werden [63], [92].
Die auftretenden Entmischungseffekte wurden zum einem in Zusammenhang mit den theoretischen Vorhersagen über die Ausdehnung der Mischungslücke untersucht. Bei der Analyse der $Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}$-Einzelschichten konnte bei einer gegebenen Temperatur durch die geeignete Wahl der x- und y-Komponenten eindeutig gezeigt werden, dass bei einer Zusammensetzung des quaternären Materials, welche sich innerhalb der vorhergesagten Mischungslücke befindet, eine Phasenseparation stattfindet. Auch die Richtung der Entmischung konnte experimentell bestätigt werden. Jedoch zeigte sich, dass der Grad der Entmischung im Experiment deutlich kleiner ausfällt als dies aufgrund der theoretischen Voraussagen zu erwarten war.

Diese Ergebnisse haben entscheidende Bedeutung bezüglich des Herstellungsprozesses solcher Schichten. Anhand der $Ga_xIn_{1-x}As_yP_{1-y}$-Phasendiagramme, die das Ausmaß der Mischungslücke wiedergeben, kann der Epitaktiker zweckmäßige Materialzusammensetzungen auswählen, die sich außerhalb oder maximal am Rand der Mischungslücke befinden und somit nicht den beobachteten Entmischungseffekten unterliegen. Dies heißt aber auch, dass man die nutzbaren Wellenlängenbereiche stark einschränkt, da sich die Mischungslücke über einen weiten Kompositionsbereich erstreckt.

Ziel musste es daher sein, geeignete Maßnahmen zu finden, die den Entmischungsprozess zumindest behindern oder im Idealfall sogar ganz unterbinden. Ein leichten Zugang boten die beiden Standardwachstumsparameter Wachstumstemperatur und Totaldruck.

Eine Veränderung der Wachstumstemperatur hat zwei gegenläufige Prozesse zur Folge. Mit steigender Temperatur verringert sich die Ausdehnung der Mischungslücke, wodurch sich die treibende Kraft für die Entmischung verringert. Allerdings erhöht sich die Mobilität der Adsorbate auf der Oberfläche, was wiederum eine Entmischung begünstigt.
Die gegenläufigen Temperaturabhängigkeiten beider Effekte resultierten in einem optimalen Temperaturbereich von 640°C bis 660°C. Jedoch entsprach eine Wachstumstemperatur von

640°C der vom Institut der Halbleitertechnik an der RWTH Aachen bereits optimierten Standardwachstumstemperatur, so dass eine Temperaturvariation keine Verbesserung der optischen oder strukturellen Eigenschaften ermöglichte.

Die Variation des Totaldrucks geschieht in der Annahme, dass eine Entmischung gehemmt wird, wenn sich der Herstellungsprozess vom thermodynamischen Gleichgewicht entfernt. Die theoretischen Berechnungen für die Mischungslücke gehen vom thermodynamischen Gleichgewicht aus. Durch die Erhöhung des Totaldrucks verändert sich der Abstand des MOVPE-Prozesses vom thermodynamischen Gleichgewicht.
Der Einfluss des Totaldrucks auf die Qualität der Halbleiterschichten konnte am Beispiel von verspannungskompensierten Übergittern eindrucksvoll gezeigt werden. Durch die Erhöhung des Totaldrucks auf 60 hPa ist es gelungen, Modulatoren, die auf dem Wannier-Stark-Effekt basieren, herzustellen.
Dadurch konnte gezeigt werden, dass die tatsächlich wirksame Mischungslücke kleiner als die theoretisch vorhergesagte Mischungslücke ist und um so kleiner wird, je weiter der Herstellungsprozess von den Gleichgewichtsbedingungen entfernt ist. Die Variation des Totaldrucks bietet dem Epitaktiker somit eine einfache Möglichkeit zur Verminderung oder sogar zur vollständigen Vermeidung des Entmischungsprozesses und macht zumindest chemische Zusammensetzungen, die am Randbereich innerhalb der Mischungslücke liegen, zugänglich.

Neben den aus technologischer Sicht gewonnenen Erkenntnissen über den wirksamen Bereich der Mischungslücke führte der Einsatz der Mikro- und Nanocharakterisierungsverfahren im RTEM zur Quantifizierung der Entmischungsphänomene. Zudem konnten durch die Untersuchungen wertvolle Erfahrungen mit den angewendeten Messtechniken gewonnen werden.
Das RTEM bot die ideale Voraussetzung zur umfassenden Charakterisierung der auftretenden Entmischungsvorgänge. Es konnte gezeigt werden, dass nur das Zusammenspiel von abbildenden und analytischen Messtechniken zu eindeutigen experimentellen Ergebnissen führt. Insbesondere der Einsatz der Ordnungszahlkontrastabbildung hat dies deutlich gemacht. Die Beeinflussung des Ordnungszahlkontrastes durch strukturelle Defekte, der z.B. auch in [83], [28] und [93] demonstriert wurde, erschwerte die Interpretierungsmöglichkeit der Ordnungszahlkontrastabbildung. Erst durch die Kombination mit der Elektronenenergieverlust-Spektroskopie und der konvergenten Elektronenbeugung konnten die Entmischungsvorgängen vollständig analysiert werden.

Der Einsatz der RTEM-Messtechniken konnte außerdem wichtige ergänzende Hinweise zur Interpretation von z.B. Röntgendiffraktometriedaten geben. So ließen die XRD-Daten der Übergitter, die mit Totaldrücken von 40 hPa bzw. 60 hPa hergestellt wurden, eine exzellente Qualität der Schichten vermuten. Dennoch zeigte nur das bei 60 hPa Totaldruck hergestellte Übergitter den Wannier-Stark-Effekt. Durch die Bestimmung der individuellen Schichtdicken und der Untersuchung der Grenzflächenqualitäten der entsprechenden Übergitter im RTEM konnten entscheidende Qualitätsunterschiede sichtbar gemacht werden. Die schlechteren Grenzflächeneigenschaften führten zum Ausbleiben des Effekts. Dies war durch die alleinige Auswertung der XRD-Daten nicht zu erklären.

Trotzdem kann das RTEM die makroskopischen Verfahren nicht ersetzen. Der Vorteil dieser Verfahren liegt in ihrer schnellen Einsetzbarkeit und dem wesentlich größeren Probendurchsatz bei der Qualitätskontrolle. Die Stärke des Einsatzes des RTEM in Ergänzung zur routinemäßigen Materialcharakterisierung liegt in der Ortsauflösung. Das RTEM liefert auf dem Nanometermaßstab entscheidende ergänzende Untersuchungsergebnisse, die zum besseren Verständnis der Messergebnisse und letztendlich zur Schichtoptimierung unerlässlich sind.