

# Wachstum von Galliumnitrid-basierten Bauelementen auf Silizium(001)-Substraten mittels metallorganischer Gasphasenepitaxie



## Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades

**doctor rerum naturalium**  
(Dr. rer. nat.)

genehmigt durch die Fakultät für Naturwissenschaften  
der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg

von Dipl.-Phys. Fabian Reiher  
geb. am 30.07.1975 in Gardelegen

1. Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. Alois Krost  
2. Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. habil. Michael Kneissl

eingereicht am: 26.08.2008  
verteidigt am: 25.02.2009



Die Siedetemperatur destillierten Wassers beträgt auf dem Gipfel des Chomolungma nur etwa 71°C...



## **Kurzfassung**

Das primäre Thema der Arbeit ist die Untersuchung des Wachstumsverhaltens von GaN-basierten Schichtsystemen, welche mittels metallorganischer Gasphasenepitaxie auf Si(001)-Substraten abgeschieden werden. Durch eine erfolgreiche Realisierung derartiger Verbindungshalbleiterstrukturen auf Si-Substraten dieser Oberflächenorientierung soll eine einfachere Integration der auf GaN-basierenden Optoelektronik und Elektronik in den Silizium-Halbleitermassenmarkt ermöglicht werden. Der prinzipielle Nachweis einer möglichen Herstellung von GaN-basierten Bauelementen auf Si(001) ist dabei anzustreben.

Ergänzend wird ein Krümmungssensor-Prototyp am verwendeten MOVPE-Reaktor derart optimiert, dass eine routinemäßige in-situ Krümmungs- und Reflexionsmessung während der Wachstumsdurchgänge ermöglicht wird. Durch die Kombination von simultaner Krümmungs-, Reflexions- und Temperaturmessung kann der Einfluss der Substratbiegung auf die resultierende Oberflächentemperatur der Probe während des Abscheidungsprozesses direkt nachgewiesen werden, wobei eine Temperaturvariation von bis zu 45 K an Bauelementstrukturen auf Si-Substrat gemessen wird.

Wird GaN auf eine ca. 40 nm dicke Tieftemperatur-AlN-Keimschicht (680°C) auf Si(001) abgeschieden, sind die Kristallite der GaN-Deckschicht hauptsächlich mit der GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Fläche parallel zur Si(001)-Fläche ausgerichtet. Dabei tritt eine vierzählige azimutale Symmetrie auf, bei der die GaN[10 $\bar{1}$ 1]-Richtung jeweils parallel zu einer der vier äquivalenten Si<110>-Richtungen ausgerichtet ist. Dieses Wachstumsverhalten kann mit der Ausbildung eines annähernden Koinzidenzgitters zwischen der Si(001)-Oberfläche und den epitaktisch gewachsenen AlN/GaN-Schichten erklärt werden. Eine vollständig koaleszierte und einkristalline GaN-Schicht auf Si(001) mit dieser kristallinen Ausrichtung kann jedoch noch nicht realisiert werden.

Oberhalb einer Depositionstemperatur der AlN-Keimschicht von etwa 1100°C ist ausschließlich die GaN[0001]-Orientierung in den Schichtsystemen festzustellen. Die c-achsenorientierten GaN-Kristallite auf Si(001) weisen dann zwei um 90° zueinander verdrehte azimutale Ausrichtungen mit GaN[11 $\bar{2}$ 0]||Si[110] bzw. GaN[10 $\bar{1}$ 0]||Si[110] auf. Dieses Verhalten lässt sich mit der epitaktischen Vorgabe der Si(001)-Fläche der Substrate erklären, die zwei gegensätzliche, um 90° zueinander verdrehte Oberflächenkonstruktionen aufweist. Durch einen Fehlschnitt von 4° der Substrate in Si[110]-Richtung kann eine azimutale Texturkomponente in den GaN-Schichten selektiert werden, was mit dem theoretischen Winkel korrespondiert, ab dem atomare Doppelstufen auf der Si(001)-Fläche existieren. Die GaN-Kristallite auf Si(001)-Substrat besitzen eine statistische Verkippung von FWHM = 0,27° und eine Verdrehung von FWHM = 0,8°.

Mit Hilfe der Integration von 4 bzw. 5 Tieftemperatur-AlN-Zwischenschichten in die GaN-Pufferstruktur können komplett rissfreie, ca. 2,5 µm dicke und einkristalline GaN-Templates auf Si(001) ermöglicht werden. Auf Basis dieser Grundstruktur werden durch die Erweiterung des Probenaufbaus mit einem InGaN/GaN-MQW-System erstmals GaN-basierte LED-Strukturen auf Si(001)-Substrat hergestellt. Des Weiteren wird die Realisierbarkeit von GaN-basierten FET-Strukturen auf Si(001) anhand vollständig prozessierter und funktionierender Bauelemente erfolgreich nachgewiesen. Darüber hinaus wird der Wachstumsprozess auf großflächige 150 mm Si(001)-Substrate adaptiert, und eine entsprechend hergestellte LED-Struktur belegt die mögliche Skalierbarkeit des entwickelten Wachstumsansatzes für eine industrielle Fertigung.



## **Abstract**

The main topic of this thesis is to investigate GaN-based layer systems grown by metalorganic vapor phase epitaxy on Si(001) substrates. A successful implementation of such compound semiconductor structures on silicon substrates having this special surface orientation might pave the way for an easier integration of GaN-based electronics as well as optoelectronics with the main silicon semiconductor market. The proof of a possible fabrication of GaN-based devices on Si(001) has to be aspired.

Additionally, a curvature and reflectivity prototype should be optimized to allow for standard in-situ measurements as a matter of routine during the growth process. By means of a combination of the simultaneous determination of curvature, reflectivity, and surface temperature, the influence of the wafer bowing on the growth temperature could be proved. A temperature shift up to 45 K is measured for a complete device structure on a 2-inch silicon substrate.

By using a 40 nm thin LT-AlN-seed layer (680°C), the GaN crystallites on Si(001) substrates are almost oriented with their GaN(10 $\bar{1}$ 2)-planes parallel to the Si(001)-plane. A four-fold azimuthal symmetry occurs for these layers, with the GaN[10 $\bar{1}$ 1]-direction is aligned parallel to one of the four equivalent Si<110>-directions, respectively. This result can be explained by the formation of an approximate coincidence site lattice of the Si(001) surface and the epitaxial grown AlN/GaN-layers. However, a mono-crystalline and fully coalesced GaN-layer with this crystallographic orientation could not yet been obtained.

If a deposition temperature of more than 1100°C is used for the AlN-seed layer, solely the GaN[0001]-growth direction of crystallites occurs in the main GaN layer on Si(001) substrates. These c-axis oriented GaN columns feature two opposite azimuthal alignments that are rotated by 90° with respect to each other and with GaN[11 $\bar{2}$ 0]||Si[110] and GaN[10 $\bar{1}$ 0]||Si[110], respectively. This behavior can be explained by the epitaxial relation of the Si(001) surface, which exhibits two types of surface reconstruction with perpendicularly aligned dimer-rows. By using 4° off-oriented substrates towards the Si[110]-direction, one certain azimuthal texture component can be selected. The critical value of the miscut angle corresponds to theoretical calculations predicting the occurrence of atomic double steps on the Si(001) surface. The achieved crystallographic quality of the GaN layers on Si(001) is characterized by having a tilt of FWHM = 0,27° and a twist of FWHM = 0,8° of the crystallites, determined by x-ray diffraction.

A completely crack-free, up to 2.5 μm thick, and mono-crystalline GaN-template can be realized on Si(001), integrating 4 or 5 LT-AlN-interlayers in the GaN buffer structure. Based on this structure, the first successful implementation of an (InGaN/GaN)-LED on Si(001) is achieved. Furthermore, the possible fabrication of GaN-based FET-structures is demonstrated with a fully processed and operating device on Si(001). Moreover, the developed approach for the MOVPE growth of GaN on Si(001) is successfully adapted to large area 150 mm Si(001) substrates, proving the possible scalability to industrial circuits.



## **Danksagung:**

An dieser Stelle möchte ich den vielen Helfern, Kollegen und Freunden danken, ohne die diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre:

Mein besonderer Dank geht an Herrn Prof. Dr. A. Krost, der mir die Möglichkeit der Anfertigung dieser Arbeit gegeben hat. Insbesondere für die Geduld und das Vertrauen in das Gelingen der Arbeit, sowie für seine stets offene Tür und die genommene Zeit, aufkommende Fragen oder Probleme schnell und unkompliziert diskutieren zu können und hoffentlich zu lösen.

Weiterhin danke ich außerordentlich PD Dr. A. Dadgar, der versuchte, mich in die Geheimnisse der MOVPE einzuführen und auf dessen Ideen viele der verwendeten Wachstumsansätze basieren. Danke!

Ich möchte Herrn Prof. Dr. Kneissl für aufgewandte Zeit danken, diese Arbeit zu begutachten.

Ein ganz besonders herzlicher Dank geht an Herrn Dr. J. Bläsing, für die unzähligen Messungen im Röntgenkeller und die vielen Tipps und Hilfen während des gesamten Studiums und der Promotionszeit, sowie für die freundlichen und äußerst angenehmen Gespräche in den Kuchenpausen.

Ich danke Herrn Dr. A. Krtschil für die schnellen und unkomplizierten Anfertigungen der AFM-Messungen, besonders für die Zusammenarbeit bei den vergleichenden, arbeitsgruppenübergreifenden Messungen.

Frau Dipl.-Phys. O. August danke ich für die schönen EBSD-Messungen, die äußerst nützlich für das Verständnis der Kristallstruktur sind.

Herrn Dr. F. Bertram und Frau Dipl.-Phys. B. Bastek danke ich für die angefertigten KL-Messungen an den Proben, insbesondere für die aufwendigen Seitenansichten, sowie beiden für die freundliche Arbeitsatmosphäre.

Herrn Dr. P. Veit möchte ich für die Anfertigung der TEM-Aufnahmen und seine stets hilfsbereite Art danken, sowie Frau Dipl.-Phys. S. Petzold für die schnellen Probenpräparationen, die für die Messungen notwendig sind.

Herrn Dr. T. Hempel danke ich für die FE-REM-Messungen.

Der Firma PT&B möchte ich für die Unterstützung durch die Bereitstellung der gesputterten AlN-Templates auf Si(001) herzlichst danken.

Bei der Firma LayTec GmbH möchte ich mich für die Unterstützung bei den in-situ Messungen bedanken, insbesondere für den zeitweise zur Verfügung gestellten Temperatursensor.

Der Firma MicroGaN GmbH danke ich ganz herzlich für die durchgeführte Probenprozessierung der HEMT-Strukturen und die CV-Messungen.

Ein besonderer Dank geht auch an die Firma AZZURRO Semiconductors AG, die mir die Möglichkeit gab, in ihrer MOVPE-Anlage den Wachstumsprozess auf 150 mm Si(001)-Substraten durchzuführen.

Eine ganz herzlicher Dank geht auch an Frau Dipl.-Phys. A. Diez, die mir unzählige Male bei der Präparation der Proben geholfen hat und die Anlage auch am frühen Morgen am Laufen hielt.

Für die Durchführung der EL-Messungen, auch zu unmöglichen Zeiten, möchte ich mich bei Herrn Dipl.-Phys. L. Reißmann bedanken, sowie bei Herrn Dipl.-Phys. Chr. Hums für die Unterstützung bei den PL-Messungen, der ebenfalls zu jeder Zeit geholfen hat. Beiden danke ich darüber hinaus für die tolle, freundliche und kollegiale Arbeitsatmosphäre, die den Arbeitsalltag deutlich angenehmer machte.

Nicht vergessen möchte ich Frau Matthies, die mit einer fast unglaublichen Geduld die Wirren der Finanzen und Abrechnungen im Griff behielt und mit einem Schmunzeln alle Unklarheiten beseitigte.

Weiterhin möchte ich mich bei dem gesamten Werkstattteam um J. Weißenborn bedanken, welches schnell und völlig unkompliziert jede nur denkbare Halterung oder Abdeckung zurechtbaute.

Und natürlich all den Kollegen, die hier nicht alle mit aufgezählt werden können, und die mit einem kleinen Lächeln die tägliche Arbeit angenehmer machten.

Ein aufrichtiger Dank geht an Dipl.-Phys. Chr. Warnke für seinen absolut unerschütterlichen Optimismus, mit dem er immer wieder das Schöne im Leben aufzeigte.

Und ich danke in Liebe meiner Frau, Dr. A. Reiher – für Alles!  $\sum_{k=1}^{10} k^2 = 385$

## Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung.....</b>	<b>1</b>
1.1. Motivation und Ziele dieser Arbeit.....	1
1.2. Stand der Forschung und parallele Entwicklungen.....	4
<b>2. Grundlagen.....</b>	<b>7</b>
2.1. Eigenschaften von Gruppe III-Nitriden und Si.....	7
2.1.1. Kristallstruktur und Materialparameter.....	7
2.1.2. Oberflächenrekonstruktion des Siliziums (001).....	10
2.2. Metallorganische Gasphasenepitaxie.....	18
2.2.1. Grundprinzipien.....	18
2.2.2. Spezielle Ansätze für das GaN-Wachstum auf Si-Substraten.....	20
2.3. Analysemethoden.....	24
2.3.1. Röntgenbeugung.....	24
2.3.2. Rasterelektronenmikroskopie (REM / FE-REM).....	31
2.3.3. Rückstreuungselektronenbeugung (EBSD).....	32
2.3.4. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM).....	33
2.3.5. Nomarski-Mikroskopie.....	34
2.3.6. Rasterkraftmikroskopie und Oberflächenpotentialmessung (AFM / SSPM).....	35
2.3.7. Photo-, Elektro- und Kathodolumineszenz.....	36
2.4. Optische in-situ Messungen.....	37
2.4.1. Krümmungsmessung.....	37
2.4.2. Integration von simultaner Oberflächentemperatur-Messung.....	44
<b>3. Ergebnisse.....</b>	<b>49</b>
3.1. Einleitende Untersuchungen zum Wachstum von GaN auf Si(001).....	49
3.1.1. Betrachtungen zur Reproduzierbarkeit der Reaktorparameter.....	49
3.1.2. Si(111)-Wachstumsparameter.....	52
3.1.3. Einfluss von $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -Übergitterstrukturen im Puffer.....	55
3.1.4. Gesputterte AlN-Keimschichten.....	63
3.1.5. Einfluss von Niedertemperatur-AlN-Zwischenschichten.....	66
3.1.6. Einfluss von Indium-(Ga/Al)-Nitrid-Zwischenschichten im Puffer.....	69
3.2. (10 $\bar{1}2$ )-orientiertes GaN auf Si(001).....	71
3.3. c-achsenorientiertes GaN auf Si(001).....	81
3.3.1. Hochtemperatur AlN-Keimschichten.....	81
3.3.2. SiN-Maskierung.....	91
3.3.3. Einkristalline GaN-Schichten auf vizinalen Si(001)-Substraten.....	105
3.3.4. Geätzte und strukturierte Substratoberflächen.....	144

3.4. GaN-basierte Bauelemente auf Si(001).....	152
3.4.1. Spannungskompensation.....	152
3.4.2. Feldeffekttransistoren.....	156
3.4.3. Leuchtdioden.....	161
3.4.4. Wachstum auf 150 mm Si(001)-Substraten.....	168
<b>4. Zusammenfassung.....</b>	<b>174</b>
<b>5. Literatur.....</b>	<b>177</b>
<b>6. Anhang.....</b>	<b>190</b>
6.1. Ergänzende Berechnungen und Skizzen.....	190
6.1.1. Verbotene Beugungsreflexe des Siliziums.....	190
6.1.2. UV-pyrometrisch gemessener, radialer Temperaturverlauf gekrümmter Wafer.....	191
6.1.3. Berechnungen bei Annahme einer sphärischen Waferkrümmung.....	192
6.1.4. Wachstumsdomänen des ELO-GaN auf SiN-maskierten Pufferschichten.....	193
6.2. Zitierte und ergänzende Messungen.....	194
6.3. Programmschema der in-situ Krümmungsmessung.....	201
6.4. Lebenslauf.....	204
6.5. Publikationen.....	205





# 1. Einleitung

Im folgenden Abschnitt der vorliegenden Dissertation sollen eine kurze Einleitung und eine Motivation gegeben werden, welche die Aufgabenstellung vorstellen und das Interesse an der Problematik begründen, sowie ein allgemeiner Überblick über die Thematik bezüglich des Wachstums und der Herstellung von Galliumnitrid(GaN)-basierten Bauelementen. Außerdem werden die erhofften und zu erreichenden Ziele der durchgeführten Untersuchungen formuliert. Des Weiteren wird der Stand der Forschung auf dem Gebiet des Wachstums von GaN-basierten Bauelementen auf (001)-orientierten Silizium-Substraten zu Beginn der eigenen Untersuchungen beschrieben und bewertet.

## 1.1. Motivation und Ziele dieser Arbeit

Die außerordentlichen optischen, elektrischen, und auch chemischen Eigenschaften des Verbindungshalbleiters GaN und seiner Gruppe-III-Mischverbindungen haben dieses Materialsystem bereits seit langem zu einem interessanten Untersuchungsobjekt der Halbleiterforschung werden lassen. Es bietet durch seine direkte Bandlücke und durch geeignete Substitution des Galliums durch Aluminium und Indium die Möglichkeit, effiziente optische Bauelemente wie Leuchtdioden (LED) oder Laserdioden mit Emissionswellenlängen im gesamten Bereich des sichtbaren Lichtes bis hin ins tiefe Ultraviolett zu realisieren. Die hexagonale Wurtzit-Struktur des GaN erlaubt außerdem durch Ausnutzen der internen elektrischen Felder im Kristall eine effektive Bauweise von elektronischen Heterostruktur-Bauelementen wie zum Beispiel Feldeffekttransistoren. Durch die vergleichsweise große Bandlücke von  $E_g = 3.4 \text{ eV}$  [1] eignet es sich zudem für Hochtemperatur-Anwendungen sowie wegen seiner sehr hohen Durchbruchfeldstärke von  $\sim 5 \cdot 10^6 \text{ V/cm}$  [2] für Hochspannungs- und Hochleistungsbauelemente. Es zeigt eine extreme chemische Stabilität gegen die meisten Chemikalien [3] und kann daher sehr gut für Sensoren eingesetzt werden. Darüber hinaus ist es biokompatibel und nicht toxisch und erlaubt dadurch eine Interaktion mit lebenden Zellen [4]. Dabei hat GaN jedoch einen gravierenden Nachteil gegenüber anderen elementaren- und Verbindungshalbleitern. Es ist aufgrund des enormen Stickstoff-Dampfdruckes praktisch nicht aus einer Gallium-Stickstoff-Lösung als Volumenkristall, und somit als mögliches Substratmaterial für Bauelementschichtsysteme herzustellen. Somit war man bereits in der Anfangsphase der

Forschungen auf diesem Gebiet auf Fremdsubstrate angewiesen. Im Jahre 1969 konnte dann erstmals einkristallines GaN epitaktisch auf einem Saphirsubstrat mittels chemischer Gasphasenabscheidung realisiert werden [5] und zwei Jahre später wurde die erste GaN-basierte Leuchtdiode publiziert [6]. Dennoch verhinderte die damals erreichbare, relativ schlechte Kristallqualität ein zügiges Fortschreiten dieser Entwicklung und eine kommerzielle Umsetzung gelang noch nicht. Erst durch die Anwendung der metallorganischen Gasphasen-Epitaxie (MOVPE\*) für das GaN-Wachstum auf Saphir konnte die Effizienz einer LED im Jahre 1983 merklich gesteigert werden [7]. Die Abscheidung von initialen AlN-Keimschichten [8] auf Saphir oder SiC-Substraten sowie die kontrollierte Realisierung von p-Leitung durch Magnesium-Dotierung [9] brachte dann den Durchbruch in der GaN-Technologie und 1991 wurden die ersten kommerziell verwertbaren Leuchtdioden-Prototypen vorgestellt [10]. In den folgenden Jahren verstärkten sich daraufhin die Forschungen bezüglich GaN dramatisch und es entwickelte sich zu einem universell verwendeten Materialsystem, welches heute in einer Vielzahl von Bauelementen und Geräten zum Einsatz kommt. Auch aufgrund der historischen Entwicklung sowie einiger Vorteile in der Gitterfehlanpassung und in der thermischen Ausdehnung, die später noch eingehender betrachtet werden, wird dabei GaN bis heute meist auf SiC- und Saphir-Substraten abgeschieden. In der letzten Zeit wurden zudem enorme Fortschritte in der Herstellung von GaN-Pseudosubstraten mit sehr guten Kristallqualitäten erzielt [11]. Dabei werden mehrere hundert Mikrometer dicke GaN-Schichten auf Saphir mittels Hydrid-Gasphasen-Epitaxie (HVPE\*\*) abgeschieden, welche dann als Substrat für die Bauelementherstellung dienen, da die HVPE selbst die erforderliche Schichtstruktur nicht in der notwendigen Präzision realisieren kann. Es ist abzusehen, dass diese Pseudosubstrate, von denen das Saphir anschließend auch abgelöst werden kann, SiC und Saphir in naher Zukunft ergänzen oder sogar ersetzen werden. Das Wachstum von freien GaN-Volumenkristallen ist hingegen bis zum heutigen Tage nur für kleine Flächen und zu nicht vertretbaren Kosten realisiert, so dass es praktisch nur von akademischem Interesse ist.

Trotz der einzigartigen physikalischen Eigenschaften von Verbindungshalbleitern und den Fortschritten in deren Bauelementprozessierung ist das mit Abstand am häufigsten verwendete und etablierteste Material in der Halbleiterindustrie jedoch das Silizium. Die Dominanz dieses elementaren Halbleiters zeigt sich im Vergleich der Umsatzzahlen des Gesamtmarktes von etwa 200 Milliarden US-\$ im Jahre 2005 mit dem Anteil der Verbindungshalbleiter, einschließlich InP, ZnSe, GaAs, GaN, usw., der mit etwa 20 Milliarden US-\$ nur etwa 10% ausmacht [12]. Die Gründe dieser Vormachtstellung sind vielseitig und erklären sich unter anderem mit einer einfachen und kostengünstigen Verfügbarkeit qualitativ hochwertiger und großflächiger Substrate, sehr guten Dotierungsmöglichkeiten, einem nativen isolierenden Oxid sowie mit einem langjährigen historischen Entwicklungsvorsprung.

Schon früh wurde versucht, Gruppe-III-Nitride auch auf Si-Substrat epitaktisch zu wachsen, um diese Vorteile zu nutzen. Anfänglich meist vergleichend mit zum Beispiel Saphir oder SiC, um über-

---

\* englisch: metalorganic vapor phase epitaxy

\*\* englisch: hydrid vapor phase epitaxy

haupt ein geeignetes Trägermaterial zu ermitteln, wurde 1971 erstmals kristallines AlN mittels MOVPE auf Si(111) abgeschieden [13]. Die ersten einkristallinen und bereits gezielt auf Si-Substraten gewachsenen AlN-Schichten wurden 1981 publiziert [14] und das erste einkristalline GaN auf Silizium wurde 1993 mit Hilfe einer passivierenden AlN-Keimschicht realisiert [15], da das direkte GaN-Wachstum auf Si bei typischen Wachstumstemperaturen oberhalb 800°C durch einen chemischen Reaktionsprozess erschwert wird [16]. Die ersten GaN-basierten, mittels Molekularstrahlepitaxie (MBE\*) hergestellten LEDs auf Si(111) wurden 4 Jahre später veröffentlicht [17], woraufhin die Forschungen auf diesem Gebiet wiederum stark zunahmten und heute ist das Wachsen von GaN-basierten Bauelementen auf Si(111) bereits etabliert [18]. Dabei ist zur Zeit der Haupteinsatzbereich von Si-Substraten noch der tiefpreisige LED-Massenmarkt sowie die elektronischen Bauelemente; kommerzielle Laserdioden werden nach wie vor nur auf HVPE-GaN-Substraten oder seltener auf Saphir oder SiC produziert.

Trotz der beschriebenen Erfolge und der Vorteile von Siliziumsubstrat hinsichtlich Kostenreduktion und zum Beispiel seiner thermischen Eigenschaften sind der Markt der Verbindungshalbleiter und der dominante Silizium-Halbleitermarkt immer noch zwei parallel verlaufende Entwicklungsbereiche. Insbesondere die Integration einer GaN-basierten Optoelektronik in die Silizium-Technologie wäre aber voraussichtlich einer der vielversprechendsten und nutzbringendsten Überlegungen, da auf Si basierende optoelektronische Bauelemente aufgrund ihrer indirekten Bandlücke nur äußerst ineffizient realisiert werden können [19]. Ein bisher hemmender Umstand einer solchen möglichen Integration war jedoch die nicht übereinstimmende Kristallorientierung der Substrate. Während die Standardorientierung der Silizium-Technologie eine (001)-orientierte Oberfläche nutzt, wurden gänzlich alle bis zum Beginn dieser Untersuchungen publizierten GaN-basierten Bauelemente auf Si auf einem (111)-orientierten Substrat gewachsen. Dies begründet sich in der dreizähligen Gittersymmetrie einer solchen Si(111)-Fläche, welche kompatibel zu der hexagonalen Grundstruktur des GaN-Wurtzitkristalls und dessen Basalfläche ist und daher eine einfachere Herangehensweise für die Epitaxie bietet. Der kristalline Aufbau der einzelnen Materialien wird im nächsten Kapitel noch näher beschrieben.

Die Thematik dieser Arbeit besteht nun primär darin, das Wachstumsverhalten von GaN auf (001)-ausgerichteten Si-Substraten in der MOVPE eingehend zu untersuchen und wenn möglich durch Veränderung der Prozessparameter so zu beeinflussen, dass einkristalline Schichten auf dieser Oberflächenorientierung erreicht werden können. Durch weitere Optimierungsschritte soll anschließend die Qualität der Schichten soweit gesteigert werden, dass als erhofftes Ziel dieser Untersuchungen die Realisierung von ersten funktionierenden GaN-basierten Bauelementen auf Si(001)-Substraten steht.

Eine erfolgreiche Umsetzung dieser Aufgabenstellung würde damit eine einfachere Integration in die Silizium-Technologie ermöglichen. Durch einfaches Strukturieren der (001)-Oberfläche mit SiN könnte das MOVPE-Wachstum der GaN-Schichten lokal definiert und die Maskierung anschließend wieder entfernt werden. Aufgrund der hohen chemischen und thermischen Beständig-

---

\* englisch: molecular beam epitaxy

keit des GaN könnten die Wafer dann einem etablierten lithografischen Standardverfahren der Silizium-Technologie sowie der anschließenden Prozessierung zugeführt werden und somit die monolithische Integration von GaN-basierter Optoelektronik umgesetzt werden.

Neben diesen Hauptargumenten besteht auch ein allgemeineres wissenschaftliches Interesse am Wachstum auf einer alternativen Substratorientierung. Zum einen verspricht die theoretisch parallele Ausrichtung von Oberflächenstufen auf vizinalen Si(001)-Flächen eine eventuell bessere Anlagerung der Keimschicht-Kristallite und somit eine mögliche Verringerung der Verdrehungsunordnung des kolumnar gewachsenen GaN. Zum anderen kann die Wahl der Oberflächenorientierung des Substrates die kristalline Ausrichtung einer epitaktisch gewachsenen Schicht beeinflussen, wie dies am Beispiel von a-plane orientiertem GaN auf r-plane Saphir bereits genutzt wird [20]. Eine Realisierung von nichtpolaren optischen oder sensorischen Bauelementen auf Silizium könnte somit eine kostengünstige Alternative zum Saphir darstellen. Die aufgeführten Überlegungen bilden somit die Grundlage und die Motivation für die nachfolgende Arbeit.

## **1.2. Stand der Forschung und parallele Entwicklungen**

Der Versuch, GaN auf Si(001) epitaktisch abzuscheiden, ist wahrscheinlich so alt wie das Wachsen von GaN auf Fremdsubstraten überhaupt, da, wie bereits erwähnt, aus Mangel an Homosubstraten erst ein geeignetes Material gefunden werden musste. Die erste Publikation, die explizit auch die Si(001)-Orientierung aufführt, stammt aus dem Jahre 1978 und beschäftigt sich mit der chemischen Reaktion von GaN mit der Substratoberfläche und berichtet über polykristallines GaN auf einer amorphen  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Zwischenschicht [21]. Zwei Jahre später wird dann AlN auf verschiedenen Silizium-Oberflächenorientierungen abgeschieden und erstmals eine eindeutige einzelne kristalline Ausrichtung zwischen hexagonalem AlN und Si(001)-Substrat beschrieben. Der heutige Kenntnisstand sowie eine entsprechende korrekte Interpretation der gezeigten damaligen Messungen belegen jedoch eindeutig, dass es sich nicht um einkristalline Schichten handelte, sondern vielmehr zwei um  $90^\circ$  gegeneinander verdrehte Phasen nicht erkannt wurden [14]. Danach wurden nur noch sehr vereinzelt Untersuchungen mit einer Si(001)-Orientierung veröffentlicht und das Interesse stieg erst wieder mit dem allgemeinen Fortschritt in der GaN-Technologie [22]. Im Jahre 1991 wurde dann erstmals gezielt allein die Si(001)-Orientierung genutzt, mit der Absicht, kubisches GaN auf der kristallographisch kompatiblen Oberfläche mittels MBE zu wachsen [23, 24]. Je nach Depositionstemperatur der Keimschicht konnte stark texturiertes polykristallines GaN sowohl in Wurtzit- als auch in Zinkblende-Struktur realisiert werden, wobei kleine Anteile der hexagonalen Anordnung immer vorhanden waren.

Trotz immenser Fortschritte im Wachstum von kubischem GaN in den letzten Jahren, insbeson-

dere auch auf GaAs-Substraten, ist jedoch bis heute praktisch keine relevante Umsetzung dieser metastabilen Phase in Bauelemente gelungen, so dass im Rahmen dieser Arbeit ausschließlich die Epitaxie der hexagonalen Konfiguration angestrebt wurde.

In den folgenden Jahren wurde die Verwendung verschiedener Wachstumsmethoden [25-29] und Precursoren [30] untersucht, mit welchen jedoch nur polykristallines GaN auf Si(001) realisiert werden konnte. 1995 wird dann eine epitaktische GaN-Schicht auf Si(001) beschrieben, deren Photolumineszenz viel intensiver war als bei vergleichenden Schichten auf Si(111) und Saphir. Da jedoch keine Messungen präsentiert werden, welche die kristalline Qualität der ersten Probe analysieren, ist dieser Effekt wahrscheinlich auf eine bessere Lichtauskopplung aufgrund der rauerer Oberfläche einer polykristallinen Schicht zurückzuführen [31]. Willmott et al. [32] publizierten 1998 eine c-achsenorientierte GaN-Schicht, die mittels PLD\* direkt auf Si(001) abgeschieden wurde, und beschrieben erstmals das Auftreten zweier konkurrierender, um 90° gegeneinander verdrehter Kristallausrichtungen des GaN, die ein Koaleszieren der Schicht verhindern. Dieses mit der Oberflächensymmetrie des Substrates zu begründende Phänomen sollte sich als eines der herausforderndsten Probleme beim Wachstum von einkristallinem GaN auf Si(001) herausstellen. Verschiedene Puffermaterialien und -strukturen wurden anschließend untersucht, um diese epitaktische Vorgabe des Si(001) abzuändern sowie um die chemische Reaktion zwischen GaN und Silizium bei hohen Depositionstemperaturen [16] zu verhindern. Auf einer kubischen  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Zwischenschicht gelang es 1998 dann erstmals, hexagonales GaN mit nur einer definierten kristallinen Ausrichtung mittels MOVPE auf Si(001) abzuscheiden [33]; leider folgten jedoch keine weiteren, detaillierteren Messungen oder weitere Entwicklungen mit diesem Ansatz. Andere, spätere Methoden waren beispielsweise die Verwendung von Keimschichten aus SiC [34], Borphosphid (BP) [35, 36], GaAs [37] oder aus amorphem Si<sub>x</sub>N<sub>y</sub> [38] sowie das Wachsen auf porösem, geätzttem Silizium. Die erreichten Kristallqualitäten waren aber jeweils nicht ausreichend für eine weitere Prozessierung. Auf einem Si(001)-Template mit einer gesputterten, etwa 100 nm dicken und stark texturierten AlN-Schicht wurde durch anschließende MOVPE rein c-achsenorientiertes GaN gewachsen und 2001 als rissfreie GaN-Schicht publiziert. Die einzelnen Kolumnen zeigten jedoch eine völlig zufällige Ausrichtung in der Basalebene, weshalb wiederum ein Koaleszieren der Schicht verhindert wurde [39] und sich somit Verspannungen einfach abbauen konnten.

Auf einem gänzlich anderen Ansatz basieren Methoden, welche das Substrat vor der Epitaxie strukturieren und dann ausnutzen, dass sich GaN viel bevorzugter auf den Si(111)-Flächen aufgrund der dort besseren Symmetrieübereinstimmung anlagert. Erste diesbezügliche Veröffentlichungen stammen aus dem Jahre 2001 und beschreiben das Wachsen von einkristallinen GaN-Streifen auf Si(001)-Substraten an den (111)-Innenflächen von geätzten Längsgräben [40]. Dieses Verfahren wurde anschließend durch eine 7° Fehlorientierung der Substrate weiter optimiert, wodurch wegen der Winkelbeziehungen der Netzebenen im GaN eine (1 $\bar{1}$ 01)-Orientierung der Oberfläche erreicht wird [41, 42]. Eine Vielzahl von weiteren Untersuchungen an diesen semipolaren Schichten wurde bis zum heutigen Tag publiziert und die erreichten Kristallqualitäten sind vielversprechend. Bis jetzt

\* englisch: pulsed laser deposition

wurden jedoch noch keine Bauelemente präsentiert, obwohl dies wahrscheinlich möglich wäre. Eine andere Arbeitsgruppe berichtete 2005 über die Umwandlung von hexagonalem GaN, welches initial an den gegenüberliegenden (111)-Facetten von V-Gräben wächst, in die kubische Kristallkonfiguration im Koaleszenzgebiet. Durch weiteres Überwachsen wird dann eine geschlossene GaN(001)-Oberfläche gebildet. Die hexagonale Phase bleibt jedoch in wohldefinierten schmalen Streifen erhalten und setzt sich bis zur Probenoberfläche fort [43]. Ein Erfolg dieser Methode bleibt in den nächsten Jahren abzuwarten.

Am naheliegendsten, am einfachsten umzusetzen und letztlich auch am erfolgreichsten war jedoch der Ansatz, eine Pufferstruktur zu verwenden, die auf Gruppe-III-Nitrid-Verbindungen basiert, wobei die Erfahrungen durch die Untersuchungen zum GaN auf Si(111) oder Saphir sicher vorteilhaft waren. Die Standard-Keimschicht ist demnach AlN und erste Ergebnisse wurden im Jahr 2000 von Lebedev et al. veröffentlicht. Mittels PAMBE\* wurde eine 500 nm dicke, rein c-achsenorientierte AlN-Schicht abgeschieden und die zwei beobachteten azimutalen Ausrichtungen wurden mit der kristallinen Struktur des Si(001) korreliert [44]. Ein Jahr später konnte dann diese Arbeitsgruppe die ersten einkristallinen AlN-Schichten auf 5° fehlorientiertem Si(001) wachsen [45]. Aufgrund der Eindeutigkeit der Messungen, der Reproduzierbarkeit durch andere Arbeitsgruppen und in Übereinstimmung mit den eigenen Ergebnissen und war dies trotz der etwas früheren Referenz [33] wohl die erste wirkliche Realisierung einer hexagonalen Gruppe-III-Nitrid-Schicht auf Si(001) überhaupt.

Parallel zu den eigenen Arbeiten zur Realisierung von GaN-basierten Bauelementen auf Si(001) gab es zahlreiche weiterführende Untersuchungen, unter anderem Versuche mit InN-Keimschichten [46] oder Tieftemperatur-AlN-Keimschichten [47]. Im Jahre 2005 wurden dann die ersten einkristallinen GaN-Schichten auf Si(001) publiziert, welche sowohl mittels MBE [48] als auch mittels MOVPE [49] gewachsen wurden und auf einem ähnlichen Ansatz wie dem von Lebedev et al. basierten. Nur wenige Monate darauf konnten dann die ersten funktionierenden Bauelemente von einer französischen Arbeitsgruppe [50, 51] sowie von uns realisiert werden [52-54]. Die zeitlichen Abfolgen innerhalb dieser letztgenannten Entwicklungen, die verwendeten Probenstrukturen, die Umsetzungen der Wachstumsparameter, die aufgetretenen Probleme und die gefundenen Lösungsansätze bis hin zu diesem erreichten Ziel sowie deren physikalische Grundlagen und Erklärungen sind Thema dieser Dissertation und werden in den nächsten Kapiteln ausführlich beschrieben.

---

\* englisch: plasma-assisted molecular beam epitaxy

## 2. Grundlagen

Im folgenden Kapitel werden die kristallinen Strukturen und die für das Wachstum wichtigen Materialparameter der verwendeten Halbleiter sowie die grundlegenden Wachstumsprozesse der metallorganischen Gasphasenepitaxie beschrieben. Des Weiteren sollen kurz die Standard-Analysemethoden vorgestellt werden, die bei der Untersuchung der hergestellten Proben hauptsächlich zum Einsatz kommen. Anschließend wird auf vorbereitende Arbeiten eingegangen, welche die Realisierung einer praktikablen *in-situ* Probenkrümmungsmessung sowie einer optionalen simultanen Oberflächentemperatur-Messung ermöglichen.

### 2.1. Eigenschaften von Gruppe III-Nitriden und Si

#### 2.1.1. Kristallstruktur und Materialparameter

Unter Normalbedingungen kann GaN in zwei kristallinen Konfigurationen existieren, zum einen in einer kubischen ( $c$ -,  $\beta$ -) Zinkblende-Struktur, zum anderen in einer hexagonalen ( $h$ -,  $\alpha$ -) Wurtzit-Struktur, wobei letztere die energetisch günstigere und somit thermodynamisch stabile Form darstellt. In beiden Fällen hat jedes Atom im Kristallgitter genau vier nächste Nachbarn und ist mit diesen in einer hybridisierten, tetragonalen Anordnung verbunden. Der Unterschied zwischen beiden Konfigurationen besteht in der Stapelfolge der Atomlagen, welche durch ABABAB... für die hexagonale Struktur und ABCABC... für die kubische Struktur gegeben ist. Somit kann der stabile Wurtzit-Typ durch zwei hexagonal dichteste Kugelpackungen aus Stickstoff- bzw. Galliumatomen beschrieben werden, die um  $3/8$  der  $c$ -Gitterkonstante gegeneinander verschoben sind. Die zwei Basisvektoren  $\vec{a}$  und  $\vec{b}$  dieser Struktur haben die gleiche Länge und schließen einen Winkel von  $120^\circ$  ein, während der dritte Vektor  $\vec{c}$  senkrecht zu diesen beiden angeordnet ist. Aufgrund der sich ausbildenden Form der GaN-Kristallite werden gewöhnlich drei primitive Zellen zu einer hexagonalen Basiszelle zusammengefasst, wie sie in Abbildung 2.1 dargestellt ist. Durch Einführen eines vierten Basisvektors  $\vec{i} = -(\vec{a} + \vec{b})$  kann somit jede Richtung und Kristallebene im hexagonalen GaN

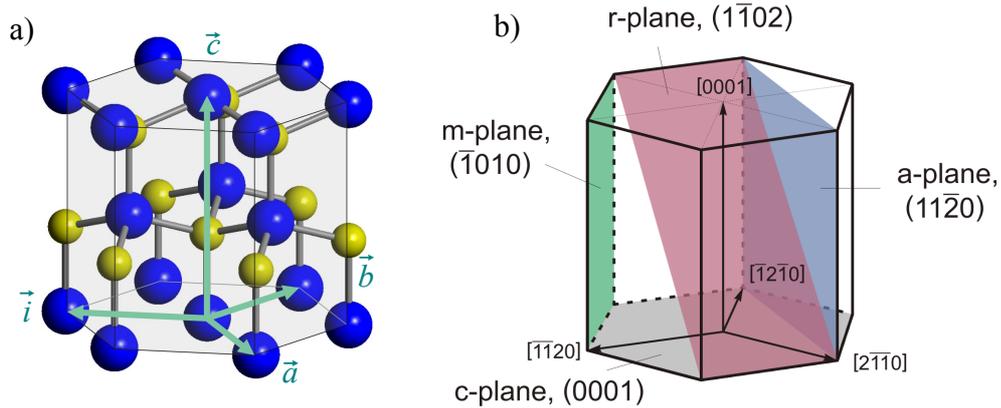


Abbildung 2.1: Kristallkonfiguration des hexagonalen GaN (blau: Ga, gelb: N) und dessen Basisvektoren (links) und die Nomenklatur von niedrig indizierten Standard-Gitterflächen (rechts).

gemäß der Miller-Bravais-Indizierung eindeutig definiert werden [55]. Zusätzlich wird für niedrig-indizierte und häufig betrachtete Netzebenen eine vereinfachende Nomenklatur verwendet, wie sie für einige Beispiele in Abbildung 2.1b gegeben ist; kristallographisch äquivalente Flächen haben dabei die gleichen Bezeichnungen.

Stickstoffatome besitzen im Vergleich zu Galliumatomen je nach verwendeter Skala eine etwa doppelt so starke Elektronegativität, was innerhalb der kovalenten Ga-N-Bindungen zu einer starken Lokalisierung der negativen Ladung am Stickstoffatom führt. Aufgrund der Anisotropie der Wurtzit-Struktur entlang der c-Achse und der sich nicht kompensierenden Dipole kommt es daher zur Ausbildung einer resultierenden spontanen elektrischen Polarisation  $\vec{P}_{sp}$ , die senkrecht zur Basalebene ausgerichtet ist. Je nachdem, welches Atom-Untergitter die Oberfläche von c-achsenorientiertem GaN bildet, wird sich somit die spontane elektrische Polarisation in einer solchen Schicht invertieren. Als positive  $\vec{c} = \text{GaN}[0001]$ -Richtung ist der Abschluss mit Gallium definiert, wie er in Abbildung 2.1a gezeigt ist. Senkrecht zur c-Achse ist das Feld im relaxierten GaN konstant Null. Die verwandten Gruppe-III-Nitride AlN und InN sowie ternäre und quaternäre Mischungen aus diesen besitzen die gleiche grundlegende Struktur und unterscheiden sich nur in den absoluten Größen.

Wird der Kristall zudem mechanisch verformt, kann in Abhängigkeit der Richtung der Verspannung eine zusätzliche piezoelektrische Polarisation  $\vec{P}_{pz}$  induziert werden. In einem System aus mehreren Schichten überlagern sich die einzelnen Polarisationsfelder und bilden so ein resultierendes

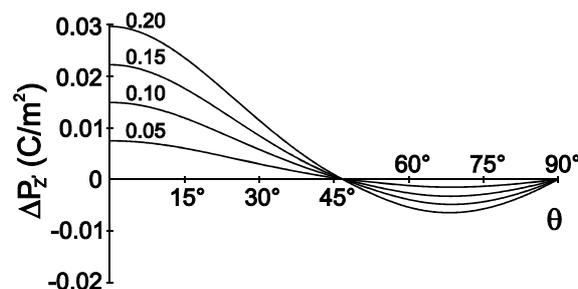


Abbildung 2.2: Resultierende Gesamtpolarisationstärke in einer voll verspannten  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Schicht auf GaN in Abhängigkeit der Winkellage  $\theta$  der Grenzfläche zur c-Achse und der Indium-Konzentration [56].

internes elektrisches Feld im Kristall. Wachsen zwei Schichten aus unterschiedlichen Materialien und unterschiedlichen Gitterkonstanten voll verspannt zueinander auf, so ist die Polarisationsstärke von der Lage der Grenzfläche zur c-Achse abhängig. Das Vorzeichen der Gesamtpolarisation kann sich dabei sogar umkehren. Bei einem materialspezifischen, kritischen Schnittwinkel werden sich die einzelnen Feldstärken dann gegenseitig kompensieren und die Polarisation in der verspannten Schicht wird zu Null (Abbildung 2.2). Der theoretische kritische Winkel schwankt dabei stark mit den gewählten Literaturwerten der elastischen und piezoelektrischen Konstanten, beispielsweise für  $\text{In}_{0,15}\text{Ga}_{0,85}\text{N}/\text{GaN}$  zwischen  $46^\circ$  bis  $90^\circ$  [57].

Vergleicht man die Gibbsche Energie  $G = H - S \cdot T$  eines Gruppe III-Nitrid-Kristalls mit der Summe der Einzelwerte des entsprechenden Metalls und des gasförmigen Stickstoffs, so wird mit steigender Temperatur der dissoziierte Zustand aufgrund der größeren Entropie bevorzugt. Die sehr hohe Bindungsenergie des molekularen Stickstoffs  $\text{N}_2$  von 4,9 eV/Atom [58] bewirkt einen vergleichsweise niedrigen Gesamtwert der Gibbschen Energie in einem Reaktionssystem mit freiem Stickstoff, wodurch in Abhängigkeit des Drucks bereits bei relativ niedriger Dekompositionstemperatur, welche bei Normdruck unterhalb der Schmelztemperatur liegt, ein Zerfall des GaN-Kristalls energetisch möglich ist. Die relevanten Materialparameter von AlN, GaN, InN und Silizium sind in Tabelle 1 zusammengefasst.

Tabelle 1: *Eigenschaften von Gruppe-III-Nitriden und Silizium bei 300K [2, 58, 59]*

	AlN	GaN	InN	Si
Gitterkonstante $a$ [nm]	0,3112	0,3189	0,3533	0,5431
Gitterkonstante $c$ [nm]	0,4982	0,5185	0,5693	0,5431
thermischer Ausdehnungskoeffizient $\alpha_{  }$ [ $\text{K}^{-1}$ ]	$4,2 \cdot 10^{-6}$	$4,2 \cdot 10^{-6}$ [60]	$3,8 \cdot 10^{-6}$	$2,6 \cdot 10^{-6}$
Elastizitätsmodul $E_{xx}$ [GPa]	508	478	133	$E_{[110]} = 177$ $E_{[100]} = 130$
Schmelztemperatur [K]	3000	2800	1373	1685
Dekompositionstemperatur [K], (1 bar)	$\sim 2700$	$\sim 1100$	$\sim 630$	—

Das verwendete Substratmaterial Silizium kristallisiert in der Diamant-Struktur, deren Einheitszelle in Abbildung 2.3 dargestellt ist. Zwei kubisch-flächenzentrierte Gitter aus Si-Atomen sind dabei um ein Viertel der Raumdiagonalen gegeneinander verschoben.

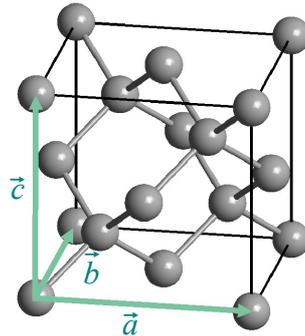


Abbildung 2.3: Kristallstruktur der Silizium-Elementarzelle.

### 2.1.2. Oberflächenrekonstruktion des Siliziums (001)

Spaltet man modellhaft einen Silizium-Einkristall entlang der Si(001)-Fläche, dann verbleiben an der neu entstehenden Oberfläche je abschließenden Si-Atom zwei freie, ungesättigte  $sp^3$ -Orbitale. Die Oberflächenenergie einer solchen idealisierten Konfiguration kann aus der Dissoziationsenergie der getrennten Si-Si-Bindungen gewonnen werden und beträgt 2,2 eV je Oberflächenatom [61]. Eine energetisch günstigere Anordnung stellt jedoch die Dimerisation dar. Dabei verbinden sich zwei freie Orbitale zweier gegenüberliegender Silizium-Atome zu einer gemeinsamen  $\sigma$ -Bindung und erreichen somit, trotz notwendiger leichter Deformation des Kristalls, einen deutlich

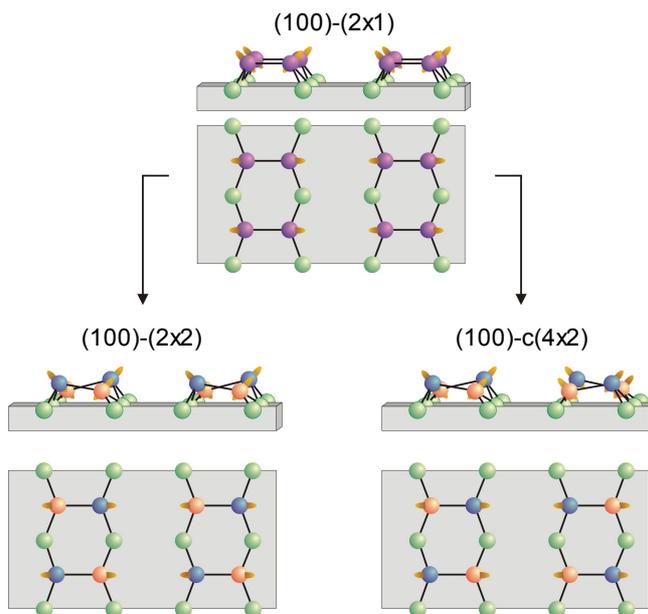


Abbildung 2.4: Oberflächenrekonstruktion der Si(001)-Fläche durch Dimerbildung der freien Orbitale sowie Beispiele der Symmetrien höherer Ordnung [63].

tieferen Energiezustand. Die dazu benötigte Aktivierungsenergie ist etwa 30 meV, so dass es bei Raumtemperatur praktisch zu einer spontanen Umstrukturierung der Si(001)-Oberfläche kommt [62]. Der energetische Vorteil beträgt etwa 1,8 eV je Dimerbindung. Eine einmal erfolgte Dimerisation ist somit thermisch äußerst stabil und nahezu irreversibel und bis oberhalb 1500 K experimentell nachgewiesen [62]. Leichte energetische Unterschiede der resultierenden Oberflächenenergie des Siliziums ergeben sich nun aus der räumlichen Korrelation der Dimere

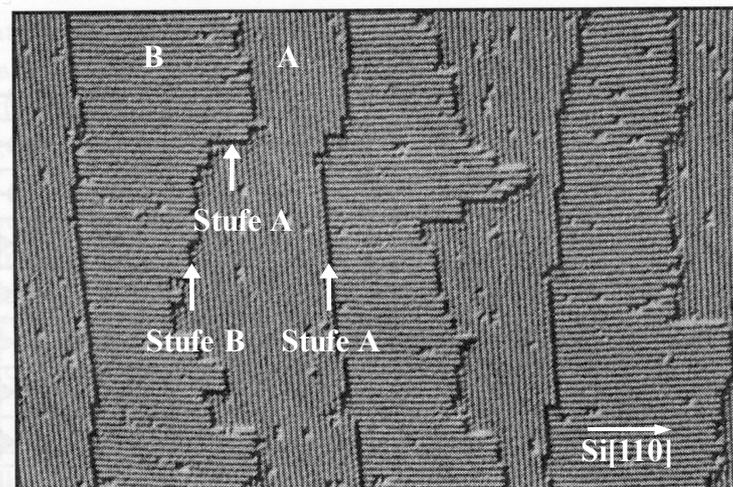


Abbildung 2.5: STM-Bild einer  $0,3^\circ$  fehlorientierten Si(001)-Oberfläche [62] und Bezeichnung der Flächen- und Stufentypen.

auf der Oberfläche. Die einfachste regelmäßige, periodische Struktur stellt die  $(2 \times 1)$ -Rekonstruktion dar, bei der sich die Dimere in parallel verlaufenden Reihen anordnen, wie sie in Abbildung 2.4 oben gezeigt ist. Zusätzlich kann durch eine leichte Verkippung der Atombindungen zur Si(001)-Netzebene eine weitere Absenkung der Energie erreicht werden. Die verschiedenen Rekonstruktionssymmetrien unterscheiden sich dann nur in den Periodizitäten der Dimeranordnungen, wobei die energetisch günstigste mögliche Konfiguration durch die  $c(4 \times 2)$ -Symmetrie beschrieben wird. Der Unterschied in den resultierenden Oberflächenenergien ist vergleichsweise gering und beträgt für die beiden Extremfälle etwa 30 meV je Oberflächenatom ( $E_{(2 \times 1)} = 1,32$  eV,  $E_{c(4 \times 2)} = 1,29$  eV) [61]. Bei den in dieser Arbeit verwendeten Substrat-Temperaturen von oberhalb 1000 K während der MOVPE ist daher nur die  $(2 \times 1)$ -Symmetrie als relevanter Anteil nachzuweisen [62, 64] und wird deshalb im Weiteren ausschließlich betrachtet, insbesondere da sich an der grundsätzlichen Orientierung der Dimere bezüglich der Si[100]-Richtung nichts ändert.

Eine reales Substrat ist nicht ideal glatt, sondern weist energetisch bedingt eine Vielzahl atomarer Oberflächenstufen auf. Die Diamantstruktur des Siliziumkristalls bedingt nun, dass sich, je nachdem welches der kubisch-flächenzentrierten Si-Untergitter die Oberfläche des Substrates bildet, die Ausrichtungen der freien Orbitale und somit die der resultierenden Dimere orthogonal voneinander unterscheiden. Die sich ausbildenden Dimerreihen der  $(2 \times 1)$ -Rekonstruktion verlaufen dementsprechend in Si[110]- oder in Si[1 $\bar{1}$ 0]-Richtung. Unter isotropen Bedingungen sind beide Möglichkeiten äquivalent und gleich wahrscheinlich. Eine makroskopische Substratoberfläche ist daher mit beiden Orientierungen zu statistisch gleichen Anteilen bedeckt.

Durch eine gezielte Fehlorientierung der nominellen Substratoberfläche zur kristallographischen Si(001)-Ebene kann nun eine bestimmte Richtung ausgezeichnet werden. Aufgrund der diskretisierten Höhenstufen des Atomgitters von  $a/4 = 0,136$  nm kommt es zur Ausbildung einer gerichteten Streifenstruktur aus atomar glatten Teilflächen senkrecht zur Fehlorientierung. In Abbildung 2.5 ist

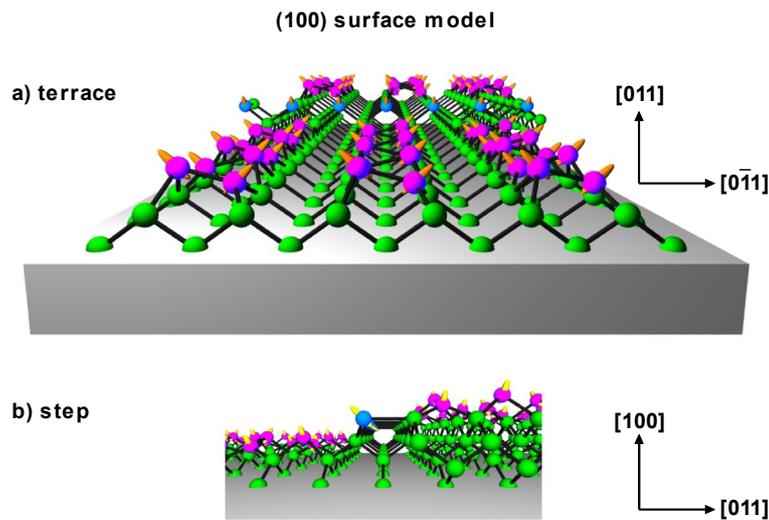


Abbildung 2.6: Modell der Bindungsrekonfiguration einer atomaren Doppelstufe vom Typ B auf der Oberfläche eines Si(001)-Substrates [63].

eine rastertunnelmikroskopische Aufnahme (STM<sup>\*</sup>) eines Siliziumsubstrates gezeigt, welches eine solche Abweichung von  $0,3^\circ$  in die Si[110]-Richtung aufweist. Je nach paralleler oder senkrechter Ausrichtung der Dimerreihen bezüglich der Stufen wird dabei zwischen zwei allgemeinen Flächen- und Stufentypen *A* und *B* unterschieden, die entsprechend gekennzeichnet sind.

Eine atomare Stufe stellt eine Störung der Oberfläche dar, zu deren Erzeugung zusätzliche Energie benötigt wird. Die verschiedenen notwendigen Gitterrekonstruktionen der jeweiligen Stufentypen an den Kanten bedingen eine unterschiedliche Bildungsenergie von  $E_{SA} = 52 \text{ meV}/2\tilde{a}$  und  $E_{SB} = 120 \text{ meV}/2\tilde{a}$  [65] mit  $\tilde{a} = a/\sqrt{2} = 0,384 \text{ nm}$  als nomineller Atomabstand auf der Oberfläche. Neben diesen Monostufen besteht die Möglichkeit der Formierung von atomaren Doppelstufen mit einer Stufenhöhe einer halben Gitterkonstanten, wodurch der jeweilig andere Flächentyp übersprungen wird. Die dazu notwendigen Bildungsenergien betragen etwa  $E_{DB} = 100 \text{ meV}/2\tilde{a}$  und  $E_{DA} = 300 \text{ meV}/2\tilde{a}$  [65]. Eine Doppelstufe vom Typ *A* wird somit in ein energetisch günstigeres Paar aus Typ *A* und Typ *B* Monostufen zerfallen, und ihr Anteil ist experimentell vernachlässigbar klein bzw. nicht nachzuweisen. In Abbildung 2.6 ist die Rekonfiguration der freien Bindungen an der Kante einer Typ *B* Doppelstufe dargestellt. Die Dimerreihen verlaufen demnach senkrecht zu den Stufen und sind auf benachbarten Flächen um ein Viertel der Gitterkonstanten gegeneinander versetzt.

Die Dimerisation der Oberfläche verursacht eine Verformung und eine Verspannung der Silizium-Kristallstruktur und bewirkt somit einen zusätzlichen Beitrag zur Grenzflächenenergie. Der Spannungstensor in der Oberfläche ist anisotrop und direkt mit den beiden Dimerausrichtungen gekoppelt. Vernachlässigt man den leicht unterschiedlichen Einfluss im Randbereich der verschiedenen Stufen, so existiert ein Minimum der freien Oberflächenenergie genau dann, wenn die Flächentypen *A* und *B* zu gleichen Anteilen auftreten und sich die Spannungsfelder gegenseitig kom-

\* englisch: scanning tunneling microscope

pensieren. Der Energiegewinn durch eine Zwei-Domänen-Struktur kann in Abhängigkeit des Bedeckungsverhältnisses wie folgt näherungsweise berechnet werden [65-67]:

$$E = -2C \ln\left(\frac{L}{\pi \tilde{a}} \cos\left(\frac{\pi}{2} p\right)\right) \quad (2.1)$$

mit  $C$  als Materialkonstante,  $l_a$  Breite der Minoritätsdomäne,  $l_b$  Breite der Majoritätsdomäne,  $L = (l_b + l_a)/2$ , und  $p = (l_b - l_a)/(2L)$  als Bedeckungsparameter. Dieser energetische Vorteil ist abhängig von der Stufenbreite und bei einer rein doppelstufigen Oberfläche durch den Wegfall der Domänenstruktur nicht mehr vorhanden. Der kritische Winkel des Übergangs von Monostufen zu Doppelstufen auf einer fehlorientierten Si(001)-Oberfläche kann durch einen Vergleich der notwendigen Gesamtenergien bestimmt werden [65, 68].

$$E_{DB} = E_{SA} + E_{SB} - 2C \ln\left(\frac{\lambda_c}{\pi \tilde{a}}\right) \quad (2.2)$$

mit  $C = 25 \text{ meV}/2\tilde{a}$  für Si(001) [65] und  $\lambda_c = 0,135 \text{ nm}/\tan(\theta_c)$  als mittlere Stufenbreite. Der kritische Winkel lässt sich dann durch Einsetzen der Stufenenergien mit  $\theta_c = 1,5^\circ$  berechnen, in guter Übereinstimmung mit den experimentellen Ergebnissen. Die Messungen belegen das Auftreten

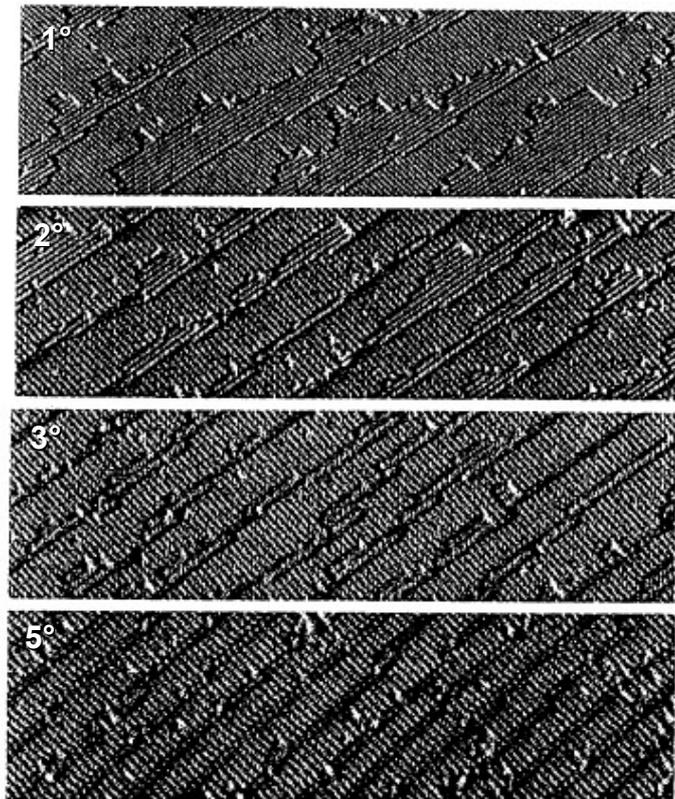


Abbildung 2.7: STM-Bild einer Si(001)-Oberfläche mit steigendem Winkel der Fehlorientierung in Si[110]-Richtung [67].

einer Mischphase aus Mono- und Doppelstufen oberhalb eines kritischen Wertes von etwa  $1^\circ$ - $2^\circ$  mit zunehmendem Anteil der Doppelstufen bei steigendem Winkel. Oberhalb von etwa  $6^\circ$  Fehlorientierung sind bei einer vizinalen Si(001)-Fläche bei Raumtemperatur dann nur noch Doppelstufen nachzuweisen [62, 67, 68]. In Abbildung 2.7 sind STM-Aufnahmen einer Serie von Silizium-Substraten dargestellt, die eine zunehmende Fehlorientierung der Oberfläche in Si[110]-Richtung aufweist.

Bei den bisherigen Überlegungen wurde der Einfluss der Temperatur vernachlässigt. Für die Bildung und den Zerfall von Oberflächenstufen oder für den Übergang zwischen den verschiedenen Typen werden Aktivierungsenergien benötigt, wodurch bei einer Substrattemperatur unterhalb dieser Energieäquivalenz die Stufenstruktur der Oberfläche praktisch eingefroren wird. Die angegebenen Literaturwerte der notwendigen Grenztemperaturen schwanken zwischen 450 K [68] und 770 K [62]. Die Wachstumstemperaturen während der MOVPE erreichen Werte bis zu 1500 K, wodurch die Oberflächenrekonstruktion von einer starken thermischen Verteilung überlagert wird. Das Verhältnis zwischen dem Anteil der Monostufenpaare zum Anteil der Doppelstufen kann durch eine Boltzmann-Verteilung abgeschätzt werden [69].

$$\frac{N_{\text{Mono}}}{N_{\text{Doppel}}} = \exp\left(\frac{E_{\text{DB}} - E_{\text{SA}} - E_{\text{SB}} - E_{\text{Domänen}}}{k_{\text{B}} T}\right) \quad (2.3)$$

In einem offenen System ist die bevorzugte Konfiguration der beschreibenden Systemparameter durch den Zustand der kleinstmöglichen freien Energie  $F$  charakterisiert.

$$F = U - T \cdot S \quad (2.4)$$

Für kleine Temperaturen ( $T = 0$  K) wird der günstigere Zustand demnach nur durch den Unterschied in den Bindungs- und Verspannungsenergien bestimmt, während mit steigender Temperatur

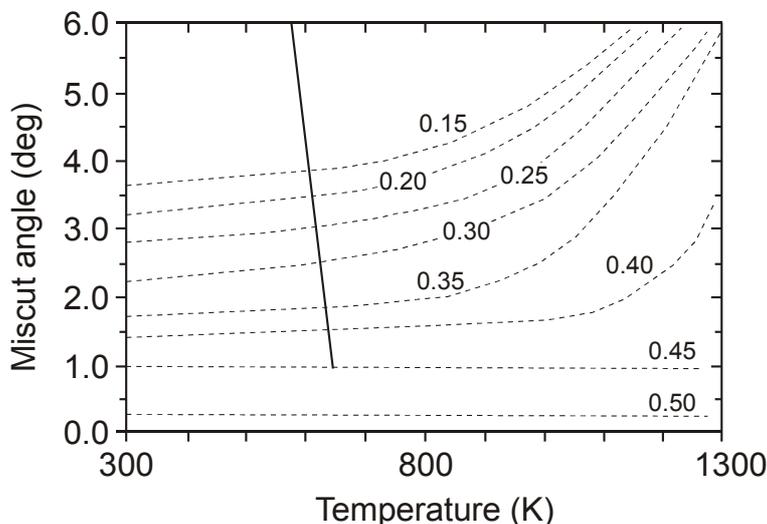


Abbildung 2.8: Anteil des Minoritätsflächentyps A auf einer vizinalen Si(001)-Oberfläche in Abhängigkeit von der Temperatur und des Winkels der Fehlorientierung [71].

dann der Unterschied in der Entropie  $S$  an Bedeutung gewinnt. Die Ausbildung von Doppelstufen stellt dabei einen höher geordneten Zustand dar, bei dem durch den Wegfall des Freiheitsgrades der lateralen Position einer verschwindenden Monostufe die Entropie um  $k_B \cdot \ln(2)$  verringert wird. Zudem zeigen Monostufen starke Mäanderformen an den Kanten, die zusätzliche Verteilungsmöglichkeiten in der Zustandssumme generieren. Oberhalb einer kritischen Temperatur wird deshalb aufgrund des Entropiegewinns und trotz der höheren Bildungsenergie die Monostufen-Konfiguration bevorzugt und die Doppelstufen werden zerfallen. Die kritische Temperatur ist abhängig von der Fehlorientierung des Substrates und kann für einen Winkel von  $2^\circ$  mit etwa 500 K berechnet werden [68, 70].

In Abbildung 2.8 ist der experimentell bestimmte Anteil des Flächentyps  $A$  auf einem vizinalen Si(001)-Substrat in Abhängigkeit der Fehlorientierung und der Temperatur dargestellt. Demnach nähert sich das Belegungsverhältnis der beiden Dimerorientierungen mit steigender Temperatur einer Gleichverteilung an. Bei Wachstumstemperaturen der Keimschicht von über 1500 K ist bei einer typischen Fehlorientierung von  $4^\circ$  nur noch eine sehr kleine Präferenz des Typs  $B$  von deutlich unter 60% zu erwarten.

Eine dimerisierte Si(001)-Oberfläche besitzt einen anisotropen Spannungstensor und ist ohne äußeren Einfluss parallel zu den Dimerbindungen tensil verspannt, wohingegen sie senkrecht zu den Bindungen eine betragsmäßig gleiche, kompressive Verspannung aufweist [72]. Die sich kompensierende Gleichgewichtssituation mit gleichen Flächenanteilen der beiden Dimerausrichtungen bei nicht fehlorientierten Substraten kann durch eine zusätzliche Verspannungskomponente, zum Beispiel durch eine externe Krafteinwirkung oder durch einen Gradienten in der thermischen Ausdehnung, gestört werden. Der zusätzliche Energieeintrag ist abhängig vom Betrag der Verspannung, deren Richtung sowie vom Verhältnis der Teilflächen, wodurch sich die resultierende freie Oberflächenenergie pro Einheitszelle für monoatomare Stufen berechnen lässt mit [67]:

$$F_{\text{Mono}} = E_{\text{SA}} + E_{\text{SB}} + p\varepsilon(\sigma_{\perp} - \sigma_{\parallel})\tilde{a}L - 2C \ln\left(\frac{L}{\pi\tilde{a}} \cos\left(\frac{\pi}{2}p\right)\right) - T \cdot S_{\text{Mono}} \quad (2.5)$$

mit  $\varepsilon$  als externe Verspannung und  $\sigma_{\perp}$  und  $\sigma_{\parallel}$  als senkrechte und parallele Komponenten des Spannungstensors bezüglich der Dimerausrichtungen ( $\Delta\sigma = 0,9 \text{ eV}/\tilde{a}^2$  [69]). Für kleine Stufenabstände mit  $\tilde{a}/L \rightarrow 1$  sind zudem die Wechselwirkungen der Dipolmomente zweier benachbarter Stufen sowie die Stufenverformungen bei steigenden Spannungsfeldern zu berücksichtigen [67].

$$\tilde{F}_{\text{Mono}} = F_{\text{Mono}} + E_{\text{Dipol}}\left(\frac{\tilde{a}}{2L}\right)^2 - \sqrt{3CE_{\text{Dipol}}}\tan\left(\frac{\pi p}{2}\right)\frac{\tilde{a}}{L} \quad (2.6)$$

Für Doppelstufen entfallen die domänenbedingten Wechselwirkungsterme und die freie Energie vereinfacht sich zu:

$$F_{\text{Doppel}} = E_{\text{DB}} + 2\varepsilon\tilde{\alpha}L\sigma_{\perp} - T \cdot S_{\text{Doppel}} \quad (2.7)$$

Eine Verzerrung des Kristalls aufgrund einer externen Spannung führt somit auf einer monostufigen Oberfläche zu einer Änderung des Bedeckungsverhältnisses  $p$ . Der optimale Wert für  $p$  wird in Abhängigkeit des externen Stresses durch eine Minimierung der freien Energie bestimmt und kann aus Gleichung (2.5) abgeleitet werden:

$$p = \frac{2}{\pi} \arctan\left(\frac{\tilde{\alpha}L\varepsilon(\sigma_{\perp} - \sigma_{\parallel})}{\pi C}\right) \quad (2.8)$$

Der Effekt des sich ändernden Verhältnisses der Monostufen-Flächenanteile ist nur vom lokalen Betrag und der Richtung der Oberflächenspannung abhängig, nicht jedoch von einem Spannungsgradienten über das Substrat oder von Volumeneffekten. Er ist völlig reversibel und nur durch die kristallographische Ausrichtung der Dimere bestimmt, nicht jedoch durch die Richtung des Fehlschnittes oder der Stufen. Zudem ist er oberhalb der thermischen Aktivierungsenergie unabhängig von der Temperatur. In Abbildung 2.9 ist der Verlauf der Monostufen auf einer  $0,3^{\circ}$  fehlorientierten Si(001)-Fläche dargestellt, einmal ohne externe Verspannung (a) und einmal unter 0,04% tensiler Verspannung in Si[110]-Richtung (b). Die experimentell bestimmten Flächenanteile (c) in Abhängigkeit der Verspannung folgen in guter Übereinstimmung dem Verlauf der theoretischen Überlegungen aus Gleichung (2.8).

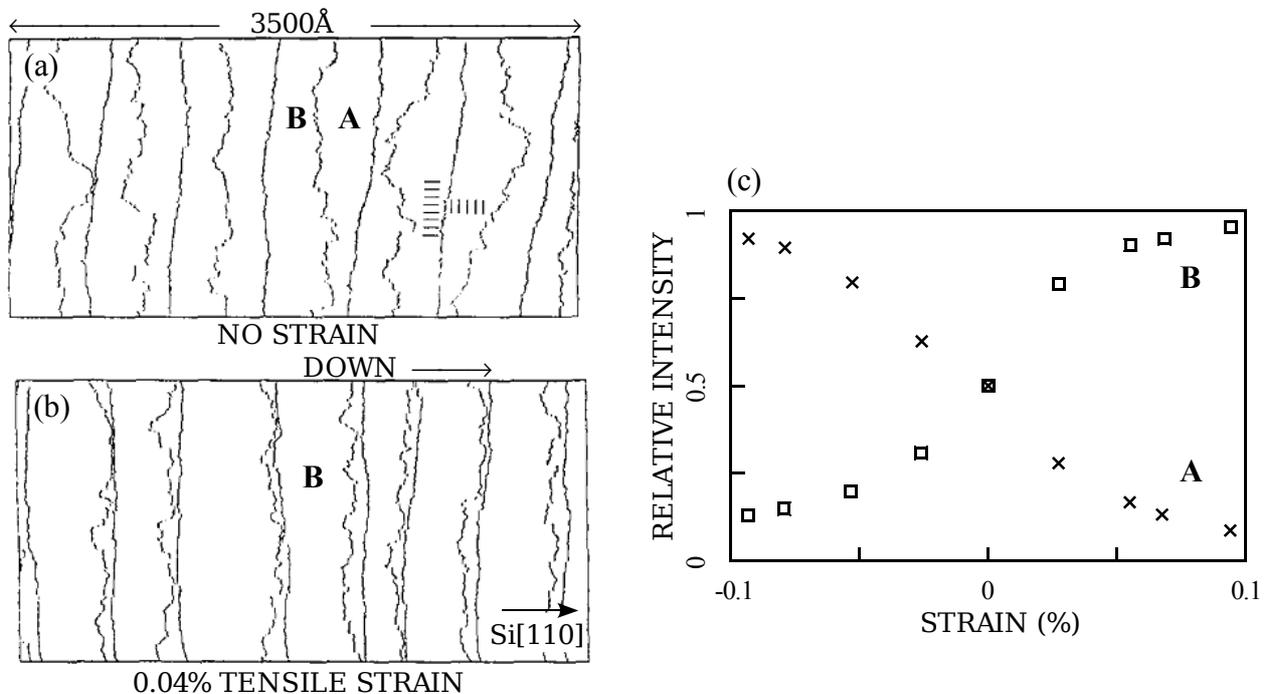


Abbildung 2.9: Mittels STM gemessene Domänenverteilung einer  $0,3^{\circ}$  fehlorientierten Si(001)-Oberfläche ohne äußere Verspannung (a), die gleiche Oberfläche bei einer tensilen Verzerrung von 0,04% in Si[110]-Richtung (b) [72], und die relative Häufigkeit der Flächentypen in Abhängigkeit vom Betrag der Verzerrung (c) [73].

---

Das totale Flächenverhältnis Typ  $B$  / Typ  $A$  der beiden Domänen unterschiedlicher Dimerausrichtung auf einem Si(001)-Substrat ist also durch das Verhältnis von doppelstufigen zu monostufigen Phasen sowie durch den Bedeckungsparameter  $p(T, \varepsilon, \theta)$  der monostufigen Phasen gegeben. Ein elegantes mathematisches Modell zur Abschätzung des Phasenverhältnisses bei verspannten, vizinalen Oberflächen mit endlichen Temperaturen ist die Darstellung der freien Energien nach Gleichung (2.6) und (2.7) in Abhängigkeit von  $\theta$  für gegebene  $T$  und  $\varepsilon$ . Die Berührungspunkte der Tangente an beiden Energiekurven ergeben die kritischen Winkel, zwischen denen eine Mischphase auftritt [70, 74].

## 2.2. Metallorganische Gasphasenepitaxie

### 2.2.1. Grundprinzipien

Die im Rahmen dieser Arbeit untersuchten Proben werden mittels metallorganischer Gasphasenepitaxie hergestellt, wobei als Standardsystem eine AIX 200/4 RF-S MOVPE-Anlage mit einem Niederdruckreaktor und horizontaler Probenorientierung verwendet wird. Bei dieser Wachstumsmethode werden die hochreinen Ausgangssubstanzen mit Hilfe von Trägergasen in einem nahezu laminaren Gasstrom über das Substrat geleitet. Wegen der hohen Prozess Temperatur oberhalb des Suszeptors werden die Moleküle der Precursoren zerlegt und aufgrund des Konzentrationsgradienten diffundieren diese dann in Richtung der Substratoberfläche. Dort werden die Edukte adsorbiert, können chemisch miteinander reagieren und werden in das kristalline Gitter der abgeschiedenen Schicht epitaktisch eingebaut. Eventuell noch anhaftende funktionelle Gruppen der Ausgangsstoffe desorbieren und werden anschließend mit dem Gasstrom abtransportiert. Die einzelnen detaillierten Reaktionsabläufe während des Wachstumsprozesses im MOVPE-Reaktor werden dabei u.a. durch komplexe Interaktionen zwischen den chemischen Vorreaktionen und Zerlegungen in der Gasphase, den Diffusionsprozessen im Reaktor und auf der Substratoberfläche, den chemischen Wechselwirkungen der Ausgangsstoffe auf dem Substrat, sowie den Sorptions- und Desorptionsprozessen beschrieben. Je nach verwendeten Prozessparametern und den beteiligten Ausgangsstoffen können dabei einzelne Teilschritte dominierend oder vernachlässigbar für das MOVPE-Wachstum werden. Allgemein lässt sich das MOVPE-Wachstum in drei charakteristische Temperaturbereiche unterteilen, bei denen die Geschwindigkeit des epitaktischen Schichtwachstums unterschiedlich limitiert wird. Bei geringen Temperaturen ist die pyrolytisch stimulierte Zerlegung der Ausgangsstoffe innerhalb der Verweildauer oberhalb des Substrates nicht vollständig und die Ablaufgeschwindigkeit der chemischen Reaktionen sowie die Kinematik auf der Oberfläche sind thermisch begrenzt, weshalb in diesem Regime mit steigender Temperatur die Wachstumsrate annähernd exponentiell ansteigt. Oberhalb einer Grenztemperatur, ab der alle chemischen Zerlegungen und Reaktionen nahezu vollständig ablaufen können und die für das GaN-Wachstum typischer Weise um 600°C beträgt [75], wird die Wachstumsgeschwindigkeit der epitaktischen Schicht primär durch die Oberflächendiffusionsprozesse der Edukte sowie durch die Differenz  $\Delta\mu$  der chemischen Potentiale zum Gleichgewichtszustand bestimmt [76]:

$$\Delta\mu = RT \ln \left( \frac{p_A p_B}{p_A^e p_B^e} \right) \quad (2.9)$$

mit  $R$  = allg. Gaskonstante,  $p_{A,B}$  = Partialdruck des Stoffes A bzw. B, und  $p_{A,B}^e$  = Gleichgewichtsdampfdruck.

Da die Diffusion oberhalb von 600°C nur noch eine schwache Temperaturabhängigkeit aufweist [77] und die Gasphase im MOVPE-Reaktor beim Abscheideprozess deutlich übersättigt ist, wird die Wachstumsrate hauptsächlich durch das begrenzte Angebot der vorhandenen Ausgangsstoffe limitiert und wird somit nur noch wenig von einer weiteren Temperatursteigerung beeinflusst. Oberhalb einer kritischen Substrattemperatur, von ungefähr 1000°C für das Beispiel von GaN [75], nimmt die Wachstumsrate dann wieder nahezu exponentiell ab. Dies kann unter anderem mit einer zunehmenden Desorption der Atome von der Probenoberfläche aufgrund der ausreichend hohen kinetischen Energie der Teilchen sowie mit stattfindenden Vorreaktionen bereits in der ausgedehnten heißen Reaktorzone erklärt werden. Die höhere laterale Beweglichkeit der Atome auf der Probenoberfläche reduziert jedoch die Wahrscheinlichkeit des Einbaus einer Störung in der kristallinen Struktur der epitaktischen Schicht und wirkt zudem glättend auf Oberflächenstufen. Daher wird GaN standardmäßig in diesem Temperaturregime oberhalb 1100°C abgeschieden, trotz der geringeren Wachstumsrate. Weiterführende und detailliertere Darstellungen der kinematischen Wachstumsmodelle sowie der theoretischen Beschreibungen der einzelnen thermodynamischen Prozesse werden zum Beispiel im quasi Standardwerk zur MOVPE von Stringfellow [78] oder in kompakterer Form in Ref. [76, 77] gegeben.

Bei dem in dieser Arbeit untersuchten speziellen Fall des Wachstums von Gruppe-III-N-basierten Schichtsystemen liegen die metallorganischen Ausgangsstoffe in Form von Gruppe-III-Methylverbindungen vor und als Trägergase werden Wasserstoff und Stickstoff verwendet. Da molekularer Stickstoff unter den Standardreaktorbedingungen faktisch nicht dissoziiert und somit nicht aktiv zum Reaktionsablauf beiträgt, wird als Standardstickstoffquelle Ammoniak verwendet, welcher jedoch unter Gleichgewichtsbedingungen in mehreren Zwischenschritten ebenfalls zu molekularem N<sub>2</sub> und H<sub>2</sub> zerfällt. Die typischen Prozesstemperaturen beim Wachstum von GaN-Schichten liegen deutlich über 1200 K, und somit oberhalb der Dekompositionstemperatur [2, 79] des GaN, bei der es unter Abgabe von atomarem Stickstoff zerfällt und auf der Substratoberfläche Ga-Tröpfchen bildet:



Aufgrund der nur sehr langsam verlaufenden Reaktionskinetik des Ammoniaks sind bei 1200 K im Reaktorgasstrom jedoch nur etwa 4% des NH<sub>3</sub> zerlegt [76]. Die Dissoziation der Stickstoffquelle geschieht daher hauptsächlich katalytisch initiiert auf der Probenoberfläche, wobei insbesondere GaN und metallisches Gallium äußerst effektiv zur NH<sub>3</sub>-Dekompositionsrate von bis zu 50% an der Oberfläche beitragen. Die freien Stickstoffradikale können sich dort mit den freien Gallium-Atomen verbinden und wirken auf diese Weise der Dekompositionsreaktion des GaN wirkungsvoll entgegen:



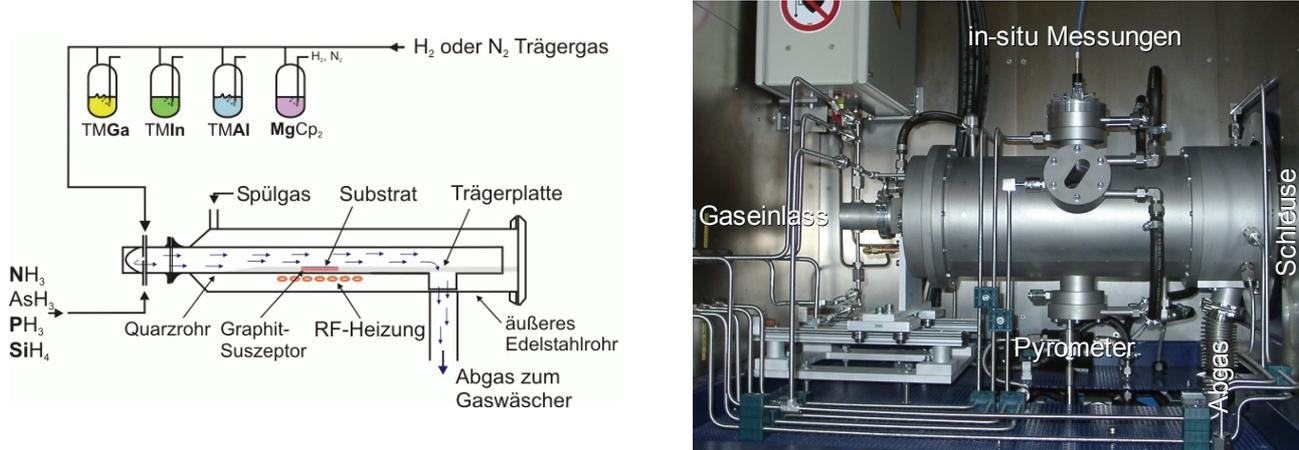


Abbildung 2.10: Prinzipskizze des MOVPE-Reaktors (links) und eine Fotografie des Reaktors der verwendeten MOVPE-Anlage AIX 200/4 RF-S (rechts).

Ein Überangebot von Ammoniak im MOVPE-Reaktor kann somit die GaN-Schicht bei Wachstumstemperaturen stabilisieren, obwohl der Stickstoff-Partialdruck im Reaktor kleiner ist als der Gleichgewichtsdampfdruck. Typische V/III-Verhältnisse der Partialdrücke beim GaN-Wachstum liegen daher im Bereich zwischen  $10^3$  und  $10^4$ . Für eine detaillierte theoretische Beschreibung der einzelnen chemischen Zwischenschritte sowie der Reaktionskinetik sei auf Ref. [76] verwiesen.

Eine schematische Darstellung des Reaktoraufbaus sowie ein Bild des Reaktors der verwendeten MOVPE-Anlage AIX 200/4 RF-S sind in Abbildung 2.10 gezeigt.

### 2.2.2. Spezielle Ansätze für das GaN-Wachstum auf Si-Substraten

#### Substratpräparation

Um eine definierte und chemisch reine Substratoberfläche für das epitaktische Wachstum zu gewährleisten, muss das Silizium gereinigt werden. Zudem muss die nach Kontakt mit dem Luft-sauerstoff normalerweise auftretende oxidierte Oberflächenschicht des Si entfernt werden. Dies kann z.B. durch einen initialen Ausheizprozess im MOVPE-Reaktor bei über  $1100^\circ\text{C}$  unter H<sub>2</sub>-Atmosphäre erfolgen, welcher die Si-Oberfläche leicht anätzt. Eine weitere Möglichkeit, welche im Rahmen dieser Arbeit standardmäßig zum Einsatz kommt, ist die nasschemische Reinigung des Substrates direkt vor dem Wachstumsdurchgang. Dazu werden die Substrate in Isopropanol in einem Ultraschallbad vorgereinigt. Anschließend wird die Oberfläche mittels einer Lösung aus H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:H<sub>2</sub>O im Verhältnis von 3:1:1 für ca. 1 Minute angeätzt und dabei vollständig oxidiert, wodurch anhaftende Partikel und Fremdatome von der Si-Oberfläche aufgeschwemmt und abgelöst werden [80]. Danach wird die Oberfläche für ca. 30 s mit 5-prozentiger HF-Säure behandelt, welche die Oxidschicht gänzlich entfernt und die freien Si-Orbitale mit Wasserstoffatomen terminiert. Die Prozedur wird zweimal wiederholt, wobei zwischen den einzelnen Ätzschritten die

Substrate mit  $\text{H}_2\text{O}$  solange gespült werden, bis jeweils  $\text{pH} = 7$  im Abwasser erreicht ist. Die so gebildeten Si-H-Bindungen sind unter Atmosphäre und Raumtemperatur relativ stabil, so dass in der Zeit bis zur Einschleusung kein Luftsauerstoff mit der Si-Oberfläche reagieren kann. Im MOVPE-Reaktor brechen die Si-H-Bindungen oberhalb einer Temperatur von ca.  $425^\circ\text{C}$  auf, so dass dann eine chemisch reine Si-Oberfläche für das epitaktische Wachstum vorliegt [62].

### Keimschichten

Eine Herausforderung beim MOVPE-Wachstum von GaN-basierten Schichtsystemen auf Si-Substraten ist die mögliche chemische Reaktion von Gallium mit dem Silizium, dem sogenannten „Meltback etching“, bei der die gewachsene Schicht oberhalb einer Prozesstemperatur von etwa  $700^\circ\text{C}$  völlig zerstört wird und teilweise tiefe Löcher in das Substrat geätzt werden. Die lokal begrenzt einsetzenden Reaktionen breiten sich dabei innerhalb kurzer Zeit nahezu radial aus und können so die gesamte Probe zerstören, wobei in den beschädigten Bereichen neben gallium- und siliziumreichen Phasen auch  $\text{Si}_x\text{N}_y$  nachgewiesen werden kann [81]. Für eine Realisierung epitaktischer GaN-Schichten auf Si-Substraten muss die Si-Oberfläche daher passiviert werden, um so den Kontakt bzw. die Reaktion mit Ga zu unterbinden. Neben verschiedenen anfänglichen Ansätzen mit beispielsweise  $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$  [33], SiC [34], Borphosphid (BP) [35], GaAs [37], AlAs [82] oder amorphem  $\text{Si}_x\text{N}_y$  [38] als Keimschicht, hat sich als Standardmethode eine Passivierung mit einer AlN-Keimschicht weitgehend durchgesetzt, weshalb letztere auch in dieser Arbeit verwendet wird. Dabei wird auf Si(111)-Substraten, ähnlich wie auf Saphir(0001), meist eine ca. 10-100 nm dicke Tieftemperaturbekeimung gewachsen bei einer Depositionstemperatur um etwa  $630^\circ\text{C}$ . Dies führt zur Ausbildung einer fast polykristallinen und nicht koaleszierten AlN-Keimschicht, welche jedoch den Unterschied in den Gitterkonstanten zwischen Substrat und eigentlicher Probenschicht effektiv überbrückt. Eine nachfolgende Hochtemperaturschicht überwächst dann die Nukleationskeime, wobei insbesondere die c-achsenorientierten Kristallite geometrisch bevorzugt werden und sich eine geschlossene einkristalline Schicht bilden kann.

Um ein vorzeitiges Nitridieren der Substratoberfläche zu unterbinden, wird vor dem eigentlichen AlN-Keimschichtwachstum gewöhnlich eine kurze, ca. 10 s lange, initiale Metallisierung der Siliziumoberfläche mit reinem Aluminium durchgeführt.

### Spannungskompensation

Wird GaN epitaktisch abgeschieden, bewirkt das kolumnare Wachstum der GaN-Kristallite und die dadurch auftretenden Korngrenzen eine tensile Verspannung in der gewachsenen Schicht. Die im Schichtsystem vorliegende Spannung skaliert dabei nahezu linear mit der Schichtdicke und beträgt bei nominell undotiertem GaN etwa  $0,1\text{-}0,2\text{ GPa}/\mu\text{m}$  [83]. Durch eine zusätzliche Si-n-Dotierung kann sich dieser Wert, insbesondere bei einer hohen Versetzungsdichte, nochmals deutlich steigern auf bis zu  $0,5\text{ GPa}/\mu\text{m}$  bei einer Dotierkonzentration von  $5 \cdot 10^{18}\text{ cm}^{-3}$ , wohingegen der

Effekt bei einer Mg-p-Dotierung deutlich geringer ausfällt. Oberhalb eines kritischen Spannungswertes von etwa 0,2-0,3 GPa wird die Verspannungsenergie in der Schicht dann durch die Ausbildung von Rissen abgebaut [84].

Darüber hinaus besitzen III-N-Halbleiter im Vergleich zum Silizium einen größeren lateralen thermischen Ausdehnungskoeffizienten (vergleiche Tabelle 1). Die GaN-basierten Schichtsysteme, die auf Si-Substraten abgeschieden wurden, weisen daher nach dem Abkühlen von Wachstum- auf Raumtemperatur mit wachsender Schichtdicke eine zusätzliche tensile Verspannung von etwa 0,6-0,7 GPa/ $\mu\text{m}$  auf [83], aufgrund des resultierenden Temperaturunterschiedes von etwa 1100 K.

Eine Standardmethode zur Vermeidung dieser thermisch begründeten Rissbildung ist die Kompensation des tensilen Stresses durch eine gezielte kompressive Vorverspannung des Schichtsystems bereits bei hohen Temperaturen während des MOVPE-Wachstums. Der Einbau von Tieftemperatur(LT\*)-AlN-Zwischenschichten in die Pufferschicht ist dabei ein möglicher und häufig verwendeter Ansatz, eine solche ausgleichende Vorverspannung zu erzielen, welcher bereits bei GaN-Schichten auf Si(111) und Saphir erfolgreich angewendet wurde [85]. Die geringere Oberflächenbeweglichkeit der Al-Atome führt zu einer schnellen Relaxation der LT-AlN-Zwischenschicht bereits nach wenigen Nanometern Dicke [86]. Das anschließende, bei höheren Temperaturen abgeschiedene GaN wächst dann pseudomorph auf dem AlN auf und aufgrund der größeren Gitterkonstante ist die GaN-Schicht dann kompressiv auf dem AlN verspannt. Die exakte Schichtdicke, die Wachstumstemperatur, die Anzahl der LT-AlN-Zwischenschichten sowie deren Abstand im GaN-Puffer sind dabei individuell an die kristalline Qualität der Pufferstruktur anzupassen. Typische Wachstumstemperaturen betragen zwischen 600°C und 1000°C, bei einer Schichtdicke von etwa 10 nm bis 50 nm. Im Allgemeinen wird mit steigender Abscheidetemperatur, wegen der dann langsameren Relaxation, eine längere Depositionsdauer verwendet. Zudem ist bei einer schlechteren Pufferqualität meist die Anzahl der AlN-Schichten zu erhöhen.

### Dotierung

Die elektrische Leitfähigkeit der Silizium-Substrate ist sowohl für den p- als auch für den n-Leitungstyp im Bereich von niederohmig ( $<0,01 \Omega\text{cm}$ ) bis hochohmig ( $>10000 \Omega\text{cm}$ ) kommerziell erhältlich und kann entsprechend der gewünschten Spezifikation gewählt werden. Um die elektrische Leitfähigkeit der epitaktischen GaN-Schichten festzulegen, müssen die jeweiligen Strukturen während des MOVPE-Wachstums gezielt mit Fremdatomen dotiert werden, wodurch insbesondere die Leistungsparameter von GaN-basierten Bauelementstrukturen variiert werden können.

Für die Realisierung der n-Leitung wird GaN standardmäßig mit Si-Atomen dotiert, welche sich im Kristallgitter auf Ga-Plätze einbauen und somit als Donatoren wirken. Die Aktivierungsenergie des Donators beträgt nur etwa 17 meV, weshalb bereits bei Raumtemperatur faktisch alle Si-Atome ionisiert sind [87]. Die benötigten Si-Atome werden mittels  $\text{SH}_4$  dem MOVPE-Reaktor zugeführt. Durch zwei zusätzliche Verdünnernstufen kann die Konzentration des Silan-Gasflusses bis in den

\* englisch: low temperature

Bereich von wenigen nmol/min homogen reduziert werden. Für typische Bauelementanwendungen wird ein Fluss von etwa 20 nmol/min bis 80 nmol/min eingestellt, welcher nahezu linear mit einer, von den individuellen Reaktorparametern abhängigen, resultierenden Ladungsträgerdichte von etwa  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$  bis  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  im GaN korreliert [88]. Für  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Schichtsysteme ist bei gleichen Wachstumsparametern eine geringere freie Ladungsträgerkonzentration zu erwarten, die mit steigender Al-Konzentration stetig abnimmt. Insbesondere in den unteren Bereichen der GaN-Pufferschichten tritt dabei auf Si-Substraten häufig eine zusätzliche Hintergrund-Si-Dotierung auf, da Si-Atome aus dem Substrat in die darüber liegenden epitaktischen Schichten bei Wachstumstemperatur eindiffundieren können [83].

Die p-Leitung im GaN wird standardmäßig mit Hilfe einer Magnesiumdotierung realisiert, wobei die Mg-Atome auf den Ga-Plätzen eingebaut werden und als Akzeptoren wirken. Als Standard-Magnesium-Precursor wird dabei Biscyclopentadienylmagnesium ( $\text{Cp}_2\text{-Mg}$ ) verwendet. Wegen der hohen Aktivierungsenergie der Mg-Akzeptoren von etwa 200 meV [89] sind bei Raumtemperatur im thermodynamischen Gleichgewicht aber nur etwa 1 bis 2 Prozent der Mg-Atome ionisiert, weshalb die resultierende Ladungsträgerkonzentration im p-leitenden GaN im Vergleich zur Si-Dotierung bei gleichem Dotierlevel entsprechend deutlich geringer ist. Ein weiterer Effekt, der die erreichbare p-Leitfähigkeit im GaN zusätzlich abschwächt, ist der Einfluss von parasitärem Wasserstoff in der epitaktischen Schicht. Während des MOVPE-Wachstums von GaN mit einem  $\text{NH}_3$ -Precursor ist beim Abscheidungsprozess auf der Probenoberfläche zwangsläufig atomarer Wasserstoff vorhanden, welcher auf Zwischengitterplätzen in die kristalline GaN-Schicht mit eingebaut werden kann. Wasserstoff wirkt dabei im GaN als flacher Donator und die positiven freien Ladungen im Mg-dotierten p-GaN werden infolge dessen teilweise kompensiert. Darüber hinaus kann Wasserstoff an den stark polaren Mg-N-Bindungen lokalisiert und gebunden werden und dort einen Mg-N-H-Komplex ausbilden, wodurch die Mg-Akzeptoren elektrisch passiviert werden und nicht mehr zur p-Leitung beitragen [90]. Für eine Steigerung der Leitfähigkeit des p-GaN muss daher der Wasserstoff nach dem MOVPE-Wachstum aus der GaN-Schicht entfernt werden. Dies wird gewöhnlich mit Hilfe eines zusätzlichen Ausheizschrittes unter Stickstoff- oder Inertgasatmosphäre bei ca.  $700^\circ\text{C}$  erreicht, durch den die Komplexe aufbrechen und die freien H-Atome aus der Probe herausdiffundieren können [92].

## 2.3. Analysemethoden

### 2.3.1. Röntgenbeugung

Strukturuntersuchungen mittels Röntgenbeugungsmethoden bieten eine vergleichsweise schnelle und zerstörungsfreie Methode, die kristallographischen Eigenschaften der hergestellten Proben zu analysieren. An praktisch allen gewachsenen Proben wurden daher entsprechende Messungen durchgeführt, weshalb die röntgenografischen Untersuchungen einen Schwerpunkt der Probenauswertung in dieser Arbeit darstellen. Deshalb sollen im Folgenden die Grundlagen der Beugungstheorie und die verwendeten Messaufbauten etwas ausführlicher dargestellt werden.

Ein vielfach verwendeter und oft hinreichender Ansatz zur Erklärung der Beugungserscheinungen an einem Kristall legt die folgenden Vereinfachungen zugrunde: jede einfallende Welle, die außerhalb des Kristalls allgemein durch den Wellenvektor  $\vec{k}_0$  beschreiben wird, kann ungestört in den Kristall eindringen und wird dort an einer Gitternetzebene reflektiert. Anschließend soll keine weitere Wechselwirkung mit dem Kristallgitter oder der einfallenden Welle mehr stattfinden. Aus dieser kinematischen Betrachtung kann die bekannte Bragg-Gleichung gewonnen werden, auf deren Herleitung hier verzichtet wird [92].

$$n\lambda = 2d_{\text{hkl}} \sin(\theta) \quad (2.12)$$

mit  $\lambda$  = Röntgenwellenlänge,  $d_{\text{hkl}}$  = Netzebenenabstand,  $2\theta$  = Winkel zwischen einfallender und gebeugter Welle. Ein Beugungsmaximum tritt demnach immer dann auf, wenn der Unterschied in den optischen Weglängen der an verschiedenen Lagen einer Netzebenenschar reflektierten Wellen ein Wellenlängenvielaches beträgt. Die verwendeten Analyseprogramme nutzen einen etwas anderen Ansatz zur Beschreibung des Beugungsbildes. Zudem sind in einigen Messungen zusätzliche Substratreflexe zu beobachten, deren Erklärung eine Erweiterung des obigen Modells voraussetzt.

Der Grundansatz der dynamischen Streutheorie liegt darin, nach Lösungen der Maxwell'schen Gleichungen im Inneren eines Kristalls zu suchen.

$$\begin{aligned} \operatorname{div} \vec{D} &= \rho & , & & \operatorname{rot} \vec{E} &= -\dot{\vec{B}} \\ \operatorname{div} \vec{B} &= 0 & , & & \operatorname{rot} \vec{H} &= -\dot{\vec{D}} + \vec{j} \end{aligned} \quad (2.13)$$

Dringt eine elektromagnetische Welle in einen Kristall ein, so wird das Material polarisiert und die Verschiebungsdichte beträgt  $\vec{D} = \epsilon \epsilon_0 \vec{E}$ . Durch nochmalige *rot*-Operation der zweiten Maxwellgleichung folgt mit  $\vec{B} = \mu_0 \vec{H}$  die Ausbreitungsgleichung für das E-Feld innerhalb des Kristalls.

$$\text{rot rot } \vec{E} - k^2 \epsilon \vec{E} = 0 \quad (2.14)$$

Für typische Werte der Elektronendichte und der Röntgenwellenlänge ist die Suszeptibilität  $\chi$  sehr klein gegen 1, so dass mit  $\vec{E} \approx \vec{D}(1-\chi)/\epsilon_0$  folgt:

$$\text{rot rot } (\chi \vec{D}) + k^2 \vec{D} + \Delta \vec{D} = 0 \quad (2.15)$$

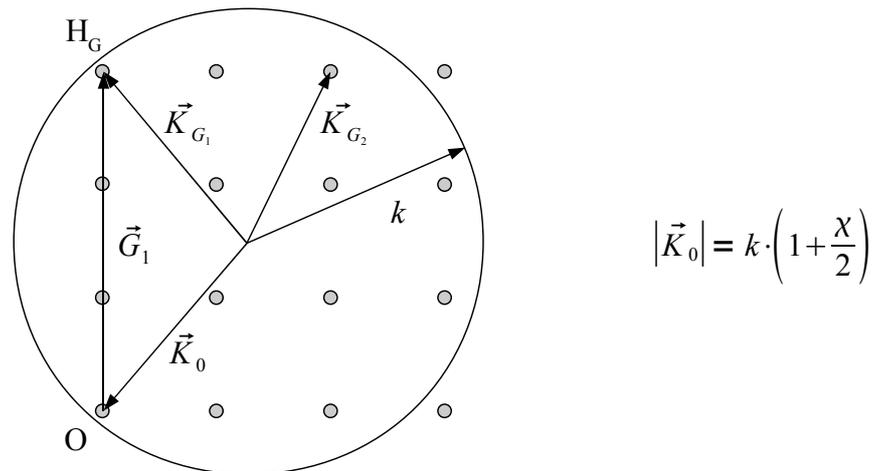
Die Suszeptibilität  $\chi$  ist als Eigenschaft des Kristallgitters periodisch mit der Gitterkonstanten und kann daher in eine Fourierreihe zerlegt werden. Das elektrische Feld wird also durch ein periodisches Potential gestört. Als Lösung für  $\vec{D}$  bietet sich daher ein Bloch-Wellen-Ansatz an:

$$\begin{aligned} \chi &= \sum_G \chi_G \cdot e^{i\vec{G}\vec{r}} = \sum_{G'} \chi_{G-G'} \cdot e^{i(\vec{G}-\vec{G}')\vec{r}} \\ \vec{D} &= e^{i\vec{K}_0\vec{r}} \cdot \sum_G \vec{D}_G \cdot e^{i\vec{G}\vec{r}} = \sum_G \vec{D}_G \cdot e^{i\vec{K}_G\vec{r}} \end{aligned} \quad \text{mit } \vec{K}_G = \vec{K}_0 + \vec{G} \quad (2.16)$$

wobei  $\vec{K}_0$  die einfallende Welle im Innern des Kristalls beschreibt. Durch Einsetzen dieser Ansätze in die Wellengleichung (2.15) erhält man nach Ausführung der Differentialoperatoren eine Gleichung mit zwei Summen über  $G$ . Der Koeffizientenvergleich führt dann auf die sogenannte Grundgleichung der dynamischen Streutheorie.

$$\vec{D}_G = \frac{\vec{K}_G^2}{\vec{K}_G^2 - k^2} \cdot \sum_{G'} \chi_{G-G'} \cdot \vec{D}_{G'} \quad (2.17)$$

Damit existiert ein unendliches System linearer Gleichungen zur Bestimmung der Fourierkoeffizienten  $\vec{D}_G$ . Aufgrund des Quotienten vor der Summe werden besonders die Koeffizienten beitragen, bei denen die Beträge der Wellenvektoren der gebeugten Welle im Material  $|\vec{K}_G|$  und der von außen einfallenden Welle  $k = |\vec{k}_0|$  übereinstimmen. Dabei wurden bisher keine Einschränkungen für  $\vec{K}_0$  vorgenommen. Nach Gleichung (2.16) ist jedoch  $\vec{K}_G = \vec{K}_0 + \vec{G}$ , d.h.  $\vec{K}_G$  muss wieder auf einem Gitterpunkt enden. Das heißt aber, dass besonders die Gittervektoren  $\vec{K}_{G_x}$  beitragen, die in der Nähe der Ewaldkugel mit dem Radius  $k$  enden. Da die Röntgenwellenlänge in der Größenordnung der Gitterkonstanten eines Kristalls liegt, sind dies jedoch nur einige mögliche Gitterpunkte (Abbildung 2.11). Somit reduziert sich die Grundgleichung (2.17) auf ein Gleichungssystem mit wenigen Komponenten, mit dem sich dann Näherungslösungen finden lassen. Für den Fall, dass neben dem Ursprung O nur noch *ein* weiterer Gitterpunkt  $H_G$  in der Nähe der Ewaldkugel ist (Zwei-



$$|\vec{K}_0| = k \cdot \left(1 + \frac{\chi}{2}\right)$$

Abbildung 2.11: Konstruktion der Ewaldkugel zur Bestimmung nicht vernachlässigbarer Wellenvektoren.

strahlfall), hat das charakteristische Gleichungssystem daher zwei Komponenten. Vernachlässigt man zudem die Suszeptibilität, folgt dann aus den geometrischen Betrachtungen in Abbildung 2.12 wieder die Bragg-Gleichung (2.12).

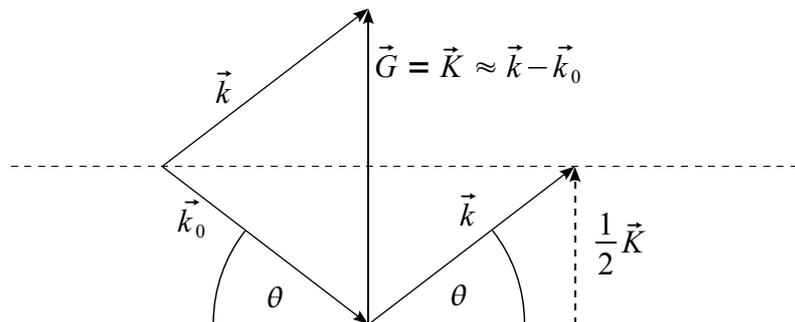


Abbildung 2.12: Geometrischer Zusammenhang zwischen dem Gittervektor und dem Einfallswinkel  $\theta$ .

$$\Rightarrow |\vec{G}| = \frac{2\pi}{d_{hkl}} = |\vec{K}| = 2|\vec{k}| \cdot \sin(\theta) = 2 \frac{2\pi}{\lambda} \cdot \sin(\theta) \quad (2.18)$$

Um die Abweichungen von der Ewaldkugel zu quantifizieren, wird ein so genannter Anregungsfehler definiert,

$$\frac{K_G - k}{k} = \varepsilon_G \quad \rightarrow \quad \frac{K_G^2 - k^2}{K_G^2} \approx 2\varepsilon_G, \quad \text{wegen } \chi \ll 1 \quad (2.19)$$

mit dem sich, bei Zerlegung in die jeweiligen Polarisationsanteile, das folgende zu lösende charakteristische Gleichungssystem ergibt:

$$\left. \begin{aligned}
 (\chi_0 - 2\varepsilon_0) D_{0\sigma} + \chi_{-G} D_{G\sigma} &= 0 \\
 \chi_G D_{0\sigma} + (\chi_0 - 2\varepsilon_G) D_{G\sigma} &= 0
 \end{aligned} \right\} \sigma\text{-Polarisation}$$

$$\left. \begin{aligned}
 (\chi_0 - 2\varepsilon_0) D_{0\pi} + \chi_{-G} \cos(2\theta) D_{G\pi} &= 0 \\
 \chi_G \cos(2\theta) D_{0\pi} + (\chi_0 - 2\varepsilon_G) D_{G\pi} &= 0
 \end{aligned} \right\} \pi\text{-Polarisation}$$
(2.20)

Im Weiteren soll nur der senkrechte Schwingungsanteil betrachtet werden. Führt man einen Parameter  $\xi_G = K_G - k(1 + \frac{1}{2}\chi_0)$  gemäß Abbildung 2.13 ein, so ergibt sich unter Verwendung von Gleichung (2.19) und durch Nullsetzen der Koeffizientendeterminanten der folgende Zusammenhang:

$$\xi_0 \xi_G = \frac{1}{4} k^2 (2\varepsilon_0 - \chi_0)(2\varepsilon_G - \chi_G) = \frac{1}{4} k^2 \chi_G \chi_{-G} = \text{const.}$$
(2.21)

Dieser Ausdruck ist sowohl für positive als auch für paarweise negative Werte von  $\xi$  erfüllt. Damit liegen die Lösungen des Gleichungssystems auf zwei Dispersionsflächen  $S_1$  und  $S_2$ , die sich in Form von Hyperbeln an zwei Asymptoten  $T_1$  und  $T_2$  durch den sogenannten Lorentzpunkt  $E$ , der die Bragg-Bedingung im Kristallinnern beschreibt, anschmiegen\* (Abbildung 2.13).

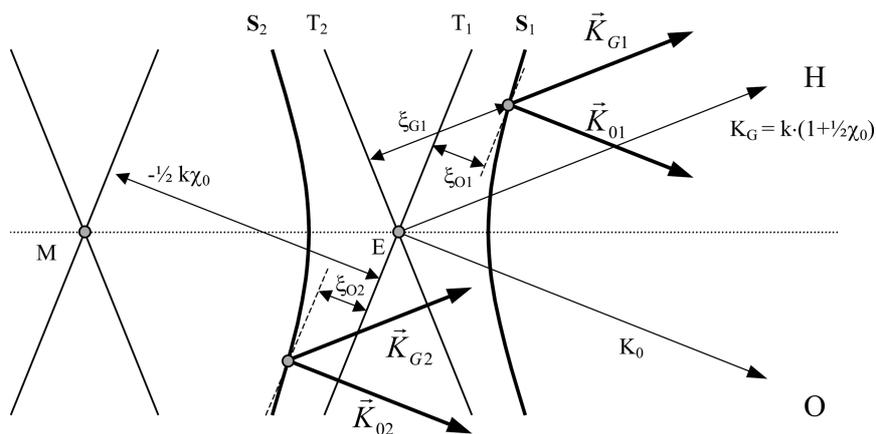


Abbildung 2.13: Dispersionsflächen im Kristall.

Welche Punkte als mögliche Lösungen auf den Dispersionsflächen schließlich angeregt werden, wird von der Beugungsgeometrie vorgegeben. Je nach Einfallswinkel einer außenliegenden Primärwelle  $\vec{k}_0$  wird auf dem Kreisbogen um  $O$  und dem Radius  $k$  ein Punkt ausgezeichnet. Aufgrund der Übergangsbedingungen an Grenzflächen ist die Tangentialkomponente der Wellenvektoren an der Kristalloberfläche stetig. Die eventuellen Schnittpunkte der Oberflächennormalen durch diesen Punkt mit  $S_1$  und  $S_2$  definieren somit die erlaubten Lösungen der Wellenfelder im Innern des Kristalls. Die Intensität der gestreuten Welle ist abhängig von der Größe des Anregungsfehlers und lässt sich berechnen mit  $D_G/D_0 = 2\xi_0/(k\chi_{-G})$ , womit durch Einsetzen in den Blochwellenansatz in Gleichung (2.16) das resultierende Wellenfeld vollständig beschrieben wird. Die Anbindung der gebeugten Welle an den Außenraum des Kristalls gelingt durch Beachtung der Stetigkeits-

\* Der sogenannte Lauepunkt  $M$  beschreibt die Bragg-Bedingungen für die außerhalb des Kristalls verlaufende einfallende und gebeugte Welle.

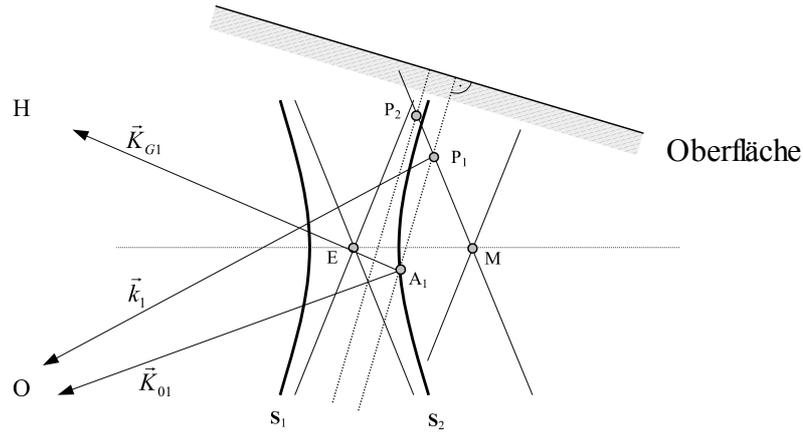


Abbildung 2.14: Dispersionsflächen im Bragg-Fall.

bedingungen und der phasenrichtigen Summation der möglichen Lösungsanteile im Kristall.

In der in dieser Arbeit verwendeten Bragg-Geometrie, das heißt der gebeugte Strahl tritt wieder aus der Oberfläche aus, kann es in Abhängigkeit des Einstrahlwinkels vorkommen, dass kein Schnittpunkt der Tangentialkomponente der einfallenden Welle  $\vec{k}_1$  mit den Dispersionsflächen  $S$  existiert. In Abbildung 2.14 entspricht dies dem Anregungspunkt  $P_2$ . Die Lösung für  $\vec{K}_G$  wird dann imaginär und bewirkt ein exponentielles Abklingen des resultierenden Wellenfeldes. Das heißt aber, dass über einen begrenzten Winkelbereich keine Energie durch einen genügend dicken Kristall hindurch dringen kann und die einfallende Welle daher total reflektiert wird. Zudem zeigt sich, dass aufgrund der Brechung des eindringenden Strahles die Winkellage der Mitte des Reflexionsbereiches etwas vom Wert der rein geometrischen Betrachtung abweicht. Diese Effekte sind mit Werten von etwa 0-10 Bogensekunden [93] jedoch vergleichsweise klein und können in Abhängigkeit der Kristallqualität oft vernachlässigt werden.

Bei einigen röntgenografischen Messungen in dieser Arbeit treten Beugungsmaxima auf, die mit den bisherigen Überlegungen nicht hinreichend erklärt werden können. Die Fourierkoeffizienten  $\chi_G$  der Suszeptibilität in Gleichung (2.16) können je nach atomarer Struktur der Einheitszelle und der Wahl von  $\vec{G}$  alle identisch 0 sein [92], so dass keine gebeugte Intensität auftritt (verbotener Reflex)\*. Eine Erweiterung auf den Dreistrahlfall ermöglicht eine Erklärung der gemessenen Maxima, bei dem dann drei Gitterpunkte O, G, und H nahe der Ewaldkugel liegen. Das charakteristische Gleichungssystem hat somit drei Komponenten und ist allgemein nicht mehr analytisch lösbar. Im Fall der  $\sigma$ -Polarisation gibt es genau dann nichttriviale Lösungen, wenn folgende Dispersionsgleichung erfüllt ist, die dann nicht verschwindende Terme enthält [93]:

$$\begin{aligned}
 & (\vec{K}_0^2 - K^2)(\vec{K}_H^2 - K^2)(\vec{K}_G^2 - K^2) - (\vec{K}_0^2 - K^2)k^4 \chi_{G-H} \chi_{H-G} - (\vec{K}_H^2 - K^2)k^4 \chi_G \chi_{-G} \\
 & + (\vec{K}_G^2 - K^2)k^4 \chi_H \chi_{-H} - k^6 \chi_H \chi_{-G} \chi_{G-H} - k^6 \chi_G \chi_{-H} \chi_{H-G} = 0
 \end{aligned} \quad (2.22)$$

mit  $K = k(1 + \frac{1}{2}\chi_0)$ . Veranschaulicht werden kann dieser Fall durch das Modell einer Umweg- oder Mehrfach-Reflexion der eingestrahlten Welle an zwei zusätzlichen Gitternetzebenen. In Abbil-

\* die Bedingungen für diese Sonderfälle für Silizium sind im Anhang 6.1.1 aufgeführt

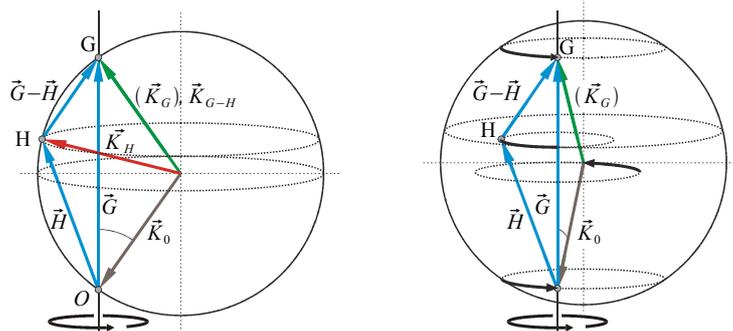


Abbildung 2.15: Ewaldkugel zur Veranschaulichung einer Umweganregung (links) und die Bewegung der Wellenvektoren bei einem Renninger-Scan um  $\vec{G}$  (rechts).

Abbildung 2.15 sind auf der linken Seite die Beugungsbedingungen für eine eingestrahelte Welle  $\vec{K}_0$  sowohl im Punkt H als auch im Punkt G erfüllt, so dass es zwei mögliche gebeugte Wellen  $\vec{K}_G$  und  $\vec{K}_H$  gibt. Letztere wird dann aber auch am Gittervektor  $\vec{G}-\vec{H}$  zu einer resultierenden Welle  $\vec{K}_{G-H}$  gebeugt, die mit  $\vec{K}_G$  richtungsgleich ist. Durch eine azimuthale Drehung der Ewaldkugel um  $\vec{G}$  geht dieser Effekt verloren, da dann die Beugungsbedingungen für H nicht mehr erfüllt sind.

Reale Kristallstrukturen weisen Imperfektionen in der Gitterperiodizität auf, wodurch, wegen der Integration über das endliche Streuvolumen, der nulldimensionale reziproke Gitterpunkt (hkl) in eine dreidimensionale Verteilungsfunktion im reziproken Raum überführt wird. Die Strukturanalyse mittels Röntgenbeugungsverfahren vermisst diese Intensitätsverteilung. Der schematische Verlauf einiger Standardscans entlang spezieller k-Raumrichtungen ist in Abbildung 2.16 gezeigt. Welche Kristallparameter aus den Messungen gewonnen werden können, hängt letztlich von der Wahl der Beugungsreflexe sowie der verwendeten Beugungsgeometrie ab. Die in dieser Arbeit verwendeten Varianten werden im Folgenden vorgestellt.

Bei der Bragg-Brentano-Geometrie wird ein divergenter Röntgenstrahl so auf die Probe eingestrahlt, dass die Fokuspunkte der einfallenden und gebeugten Strahlen auf einem Kreis mit der Probe im Zentrum liegen, wie es in Abbildung 2.17 dargestellt ist. Dadurch ist gewährleistet, dass

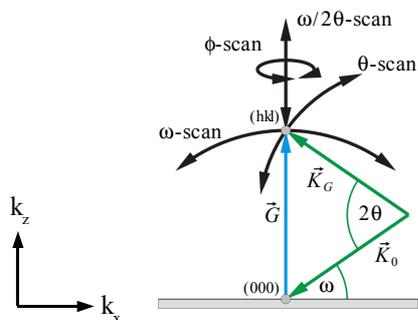


Abbildung 2.16: Verläufe der Standardscans im reziproken Raum.

trotz unterschiedlichem Einfallswinkel immer der gleiche Netzebenenabstand detektiert wird\*. Der divergente Einfallsstrahl bewirkt zudem, dass auch leicht verkippte Kristallite zur gebeugten Intensität beitragen. Diese Geometrie wird daher primär zur quantitativen Analyse von Kristallorientierungen und -typen benutzt.

Zur Bestimmung einer Textur der Kristallite wird die Polfigurmessung angewandt. Dabei wird ein punktförmiger Röntgenstrahl unter stets

\* der leichte Abbildungsfehler bei ebenen Proben wird vernachlässigt

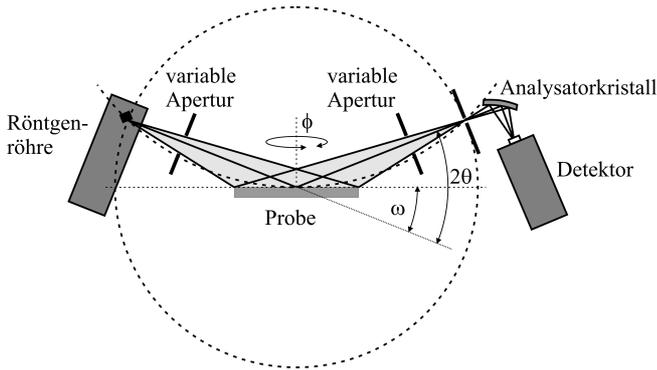


Abbildung 2.17: Bragg-Brentano Geometrie.

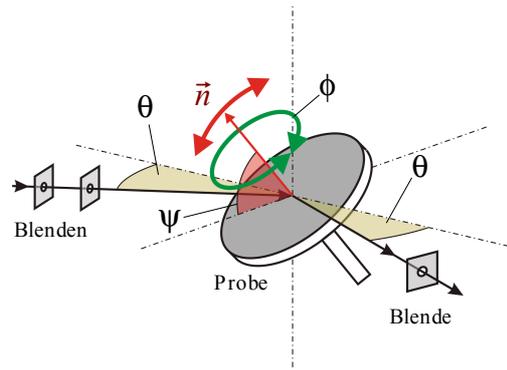


Abbildung 2.18: Probenbewegung bei einer Polfigurmessung.

symmetrischen Bedingungen auf die Probe eingestrahlt und diese wird dann um die Oberflächennormale gedreht und zur Beugungsebene verkippt (Abbildung 2.18). Dadurch können die Intensitätsanteile der verschiedenen Kristallorientierungen über den gesamten Halbraum über der Probenoberfläche analysiert werden.

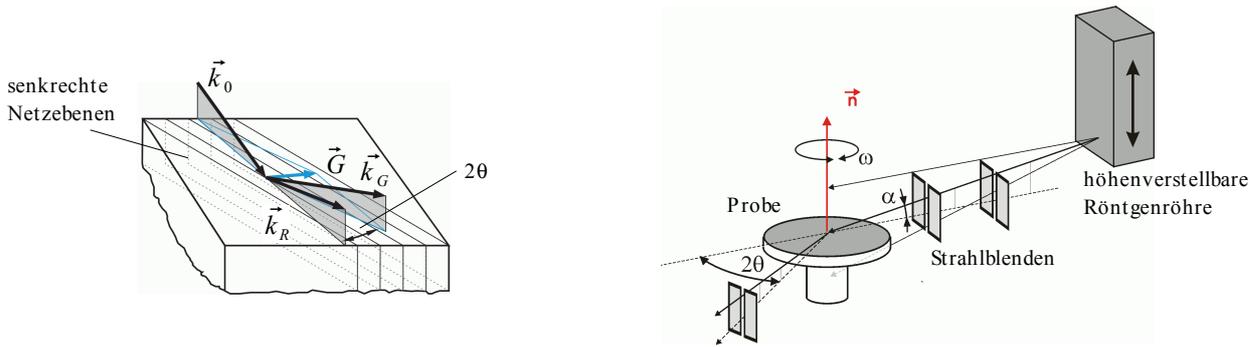


Abbildung 2.19: Orientierung der beugenden Netzebenen (links) und schematischer Strahlenverlauf bei Messungen unter streifendem Einfall (rechts).

Um Netzebenen zu untersuchen, die senkrecht zur Probenoberfläche ausgerichtet sind, wird der Röntgenstrahl unter streifendem Einfall auf die Probe geführt (Abbildung 2.19). Da nur der evaneszente Wellenanteil im Kristall zur Intensität der gebeugten Welle  $\vec{k}_G$  über der Oberfläche beiträgt, ist diese Messmethode zudem sehr oberflächensensitiv. Der Einfallswinkel  $\alpha$  ist bei nicht tiefenaufösenden Messungen standardmäßig auf den kritischen Winkel der Totalreflexion eingestellt ( $\theta_c \approx 0,4^\circ$ ), da so ein Maximum an Beugungsintensität erreicht wird.

Für hochauflösende Messungen werden die Divergenz  $\Delta\theta \approx 12''$  und die Wellenlängenverteilung

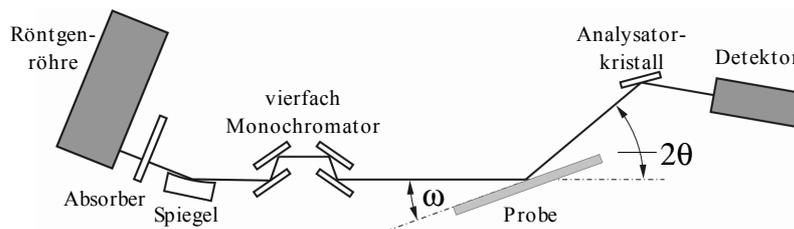


Abbildung 2.20: Strahlenverlauf bei hochauflösenden Messungen.

$\Delta\lambda/\lambda \approx 2,3 \cdot 10^{-5}$  des Primärstrahls durch einen Vierfach-Monochromator definiert\*. Die Winkelverteilung der gebeugten Intensität wird mit Hilfe einer weiteren Reflexion an einem Analysatorkristall vermessen (Abbildung 2.20).

Bei einem sogenannten reciprocal-space-map (RSM) wird die Umgebung eines Beugungsreflexes im reziproken Raum vermessen. Dazu werden einzelne  $\omega$ -scans mit sukzessiv veränderten  $2\theta$ -Werten zu einer flächigen Darstellung der gebeugten Intensität aneinander gefügt.

### 2.3.2. Rasterelektronenmikroskopie (REM / FE-REM)

Beim Rasterelektronenmikroskop wird ein Elektronenstrahl punktförmig auf die Oberfläche der Probe fokussiert. Durch die hohe Bewegungsenergie der Elektronen von etwa 20 keV werden energieärmere Sekundärelektronen aus der Probenoberfläche ausgelöst, deren Anzahl dann integral über den gesamten Probenraum als Intensität detektiert wird. Das Ortsraumbild entsteht durch eine schrittweise Abrasterung der Oberfläche mit jeweiliger Intensitätsmessung. Ein Hell-Dunkel-Kontrast in der resultierenden Oberflächenabbildung entsteht primär durch geometrische Effekte wie Kanten oder Erhöhungen, bei denen mehr Sekundärelektronen an den Seitenflächen austreten können, sowie durch Materialunterschiede, zum Beispiel aufgrund unterschiedlicher Austrittsarbeiten. Ein Vorteil des REM ist die große Tiefenschärfe der Abbildungen, da der Elektronenstrahl nur eine sehr kleine Eingangsdivergenz aufweist. Ein Nachteil ist die mögliche elektrische Aufladung der Proben durch den Elektronenbeschuss, weshalb nur leitfähige Materialien untersucht werden können oder diese vorher metallisch beschichtet werden müssen. Die in dieser Arbeit untersuchten Halbleiterstrukturen wiesen alle eine hinreichende Leitfähigkeit auf und mussten nicht vorher präpariert werden. Die Stärke der Ablenkung der Einzelelektronen im Einfallstrahl durch das Linsensystem ist abhängig von der jeweiligen Geschwindigkeit der beschleunigten Elektronen. Bei einer Glühemission der Elektronen aus der Kathode ist diese Geschwindigkeit von einer thermischen Verteilung überlagert, was letztlich zu einer Verringerung des Auflösungsvermögens führt. Eine höhere Bildqualität kann durch die Verwendung eines Feldemissions(FE)-REM erreicht werden. Durch ein hohes äußeres Feld an der Spitze einer Kathode wird der Potentialwall für die Elektronen dort so schmal, dass diese aus einer kalten Kathode heraustunneln können und so die thermische Verteilung minimiert wird.

---

\* Die Zahlenwerte sind abhängig vom Material des Monochromatorkristalls sowie von der Reflexionsordnung, die angegebenen Werte entsprechen einer vierfachen Ge(220)-Reflexion.

### 2.3.3. Rückstreuелеktronenbeugung (EBSD\*)

Die Rückstreuелеktronenbeugung ist eine spezielle Methode der Rasterelektronenmikroskopie. Sie erlaubt eine orts aufgelöste Darstellung der Kristallorientierungen der hergestellten Schichten. Dazu trifft der Elektronenstrahl in einem Winkel von gewöhnlich  $20^\circ$  auf die Probe und wird dabei, wie beim REM, punktförmig auf die Oberfläche fokussiert. Ein kleiner Anteil der Elektronen wird im Material in alle Richtungen unelastisch gestreut, wobei mit steigender Winkelabweichung zur Einstrahlrichtung eine Reduzierung der Rückstreuewahrscheinlichkeit auftritt. Der Energieverlust der Primärelektronen ist im Vergleich zur kinetischen Energie von typischerweise 20 keV vernachlässigbar klein, so dass die unelastisch gestreuten Elektronen dann als neue Primärstrahlen wirken können, welche anschließend elastisch am Gitter gestreut werden und Beugungseigenschaften zeigen. Da alle Streurichtungen vorkommen, existiert für jede Netzebenenschar immer ein entsprechender Anteil der rückgestreuten Elektronen, der die Bragg-Gleichung (2.12) erfüllt. An einer Gitternetzebene kann beidseitig unter einem Bragg-Winkel von  $\theta_B$  beziehungsweise  $-\theta_B$  reflektiert werden. Der jeweilige Winkel zwischen dem Einfallsstrahl und den beiden, die Beugungsbedingung erfüllenden, Rückstreuелеktronen-Teilstrahlen ist dabei, bei nicht parallel zum Primärstrahl ausgerichteten Netzebenen, unterschiedlich groß. Wegen der resultierenden unterschiedlichen Rückstreuewahrscheinlichkeiten werden sich deshalb die Intensitätsgewinne und -verluste nicht vollständig gegenseitig kompensieren. Somit kommt es im Intensitätshintergrund der Rückstreuелеktronen zur Ausbildung eines Maximums und eines Minimums im Winkelabstand von  $2\theta_B$ . Aufgrund der räumlichen Gitterstruktur liegen diese Extrema auf Streuекegeln und beschreiben auf dem Detektor zwei konzentrische Kreisausschnitte. Diese werden Kikuchi-Linien genannt. Wegen der unterschiedli-

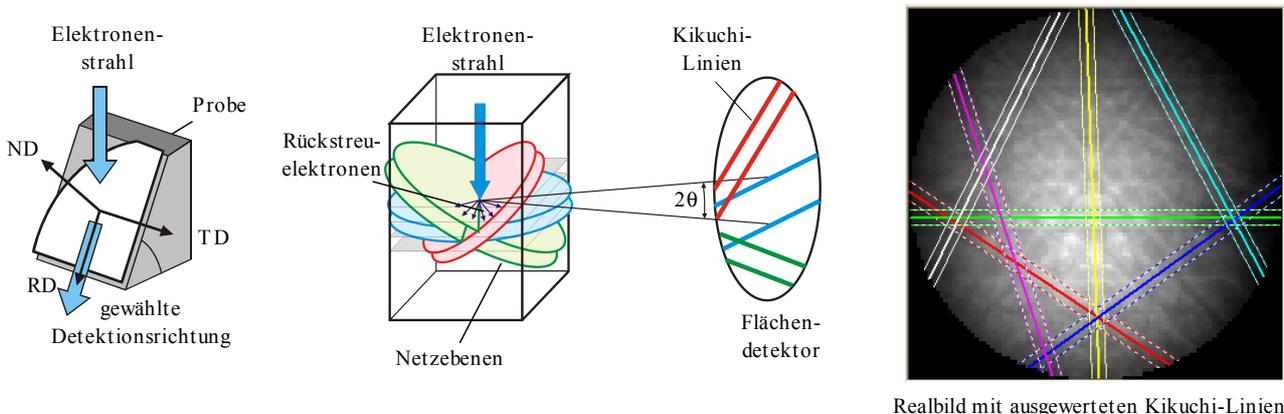


Abbildung 2.21: Einstrahlrichtung und mögliche Detektionsrichtungen bei der EBSD-Analyse (links), Entstehung des Kikuchi-Linien-Musters aufgrund verschiedener Netzebenenorientierungen (Mitte) und mittels Software ausgewertetes Realbild des Beugungsmusters (rechts).

\* englisch: electron back scatter diffraction

chen möglichen Gittervektoren kommt es zur Ausbildung eines komplexen Beugungsmusters.

Das Kikuchi-Beugungsmuster ist spezifisch für jede Gitterstruktur und deren Orientierung, so dass durch Zuordnung der Netzebenenordnungen zu den Intensitätslinien die Kristallitausrichtungen in der Schicht eindeutig bestimmt werden können. Das laterale Auflösungsvermögen ist begrenzt durch das Streuvolumen in der sogenannten Anregungsbirne und beträgt etwa 20 nm und die Winkelauflösung beträgt etwa  $0,1^\circ$ - $1^\circ$  [95]. Die Abbildung der inversen Polfigur ermöglicht eine direkte, meist farbcodierte Visualisierung der Flächenverteilung der Kristallorientierungen in der gewachsenen Schicht. Dabei ist jedoch zu berücksichtigen, dass eventuelle Mischphasen innerhalb des Anregungsvolumen nicht dargestellt werden können, da nur die Orientierung des Majoritätsanteils farblich codiert wird.

### 2.3.4. Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Die Transmissionselektronenmikroskopie erlaubt eine Analyse der Probenstrukturen bis hin zu atomaren Dimensionen. Dazu werden Elektronen durch eine typische Spannung von etwa 200 kV in Richtung der Probe beschleunigt. Mit Hilfe von Ablenkspulen und -platten, den Kondensoren, wird der Elektronenstrahl dann so eingestellt, dass er homogen und mit möglichst kleiner Divergenz auf das zu untersuchende Probengebiet auftrifft. In der Probe werden die einfallenden Elektronen dann aufgrund der periodischen Gitterstruktur gebeugt. Die Beschreibung der Beugungserscheinungen ist ähnlich der bei Röntgenstrahlen, wobei die periodische Störung der geladenen Elektronen primär durch die Coulombwechselwirkung gegeben ist. Für eine ausführliche Herleitung sowie eine vertiefende Erklärung der TEM-Analyse sei zum Beispiel auf [94] verwiesen. Die Elektronen sollen die Probe durchdringen können, weshalb nur sehr dünne Querschnitte von etwa 100 nm untersucht werden können. Die Proben werden dazu meist keilförmig gedünnt und der präparative Aufwand ist entsprechend hoch. Die Schichtdicke ist ein Kompromiss zwischen kleinstmöglicher Absorption und Extension, sowie größtmöglichem Beugungscontrast. Die gebeugten Strahlen werden anschließend durch das Objektiv auf die Abbildungsebene des Beugungsbildes fokussiert. Der Strahlengang und die Lage der Bildebenen sind in Abbildung 2.22 schematisch dargestellt. Wird ein Teil der eingestrahelten Elektronen durch die Probenstruktur weggebeugt, so nimmt die Intensität des Primärstrahls entsprechend ab. Unterschiede in der Beugungsfähigkeit der Probe entlang der ausgeleuchteten Fläche, zum Beispiel durch andere Ordnungszahlen der Atome oder durch unterschiedliche Gitterkonstanten oder Kristallstrukturen, werden in der Projektion des Intensitätsbildes im Ortsraum daher als Hell-

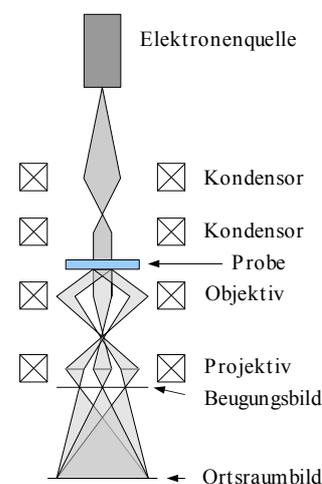


Abbildung 2.22: Schematischer Strahlengang in einem TEM.

Dunkel-Kontrast dargestellt. Durch geeignete Wahl eines gebeugten Teilstrahls in der Ortsraumdarstellung kann zudem, je nach Beugungsreflex, der Verlauf von spezifischen Versetzungstypen in der Probe sichtbar gemacht werden, da diese die periodische Gitterstruktur anisotrop ändern.

### 2.3.5. Nomarski-Mikroskopie

Für eine einleitende Qualitätsbeurteilung der gewachsenen Proben wurde deren Oberfläche mit Hilfe eines Nomarski-Mikroskops untersucht. Laterale Unterschiede in der optischen Weglänge des reflektierten Lichtes, zum Beispiel durch Höhenschwankungen oder durch Risse, werden dabei als ein Relieffkontrast dargestellt. Das einfallende Licht wird dazu polarisiert und anschließend in einem Nomarski-Prisma in zwei kohärente Teilstrahlen aufgespalten, die senkrecht zueinander und jeweils um  $45^\circ$  zum Einfallstrahl polarisiert sind und wegen des polarisationsabhängigen Brechungsindex unter einem leicht unterschiedlichen Winkel aus dem Prisma austreten. Ein Kondensator parallelisiert diese Teilstrahlen, die dann lateral versetzt auf die Probenoberfläche auftreffen. Der Strahlabstand ist dabei kleiner oder gleich dem optischen Auflösungsvermögen des Mikroskops. Die Teilstrahlen werden an der Probenoberfläche reflektiert und durchlaufen anschließend ein weiteres Mal ein Nomarski-Prisma, wodurch die Polarisations Ebenen der reflektierten Teilstrahlen an der inneren Grenzfläche des Prismas zu einer resultierenden polarisierten Lichtwelle vereint werden. Ein senkrecht zur einfallenden Polarisationsrichtung orientierter Analysator löscht diese entstehende Lichtwelle aus. Durch eine Veränderung der optischen Laufwege der aufgespaltenen Teilstrahlen, zum Beispiel durch ein Verschieben der beiden Prismenteile, kann eine Phasendifferenz zwischen den beiden Teilstrahlen eingestellt werden, wodurch es zur Ausbildung einer resultierenden elliptisch

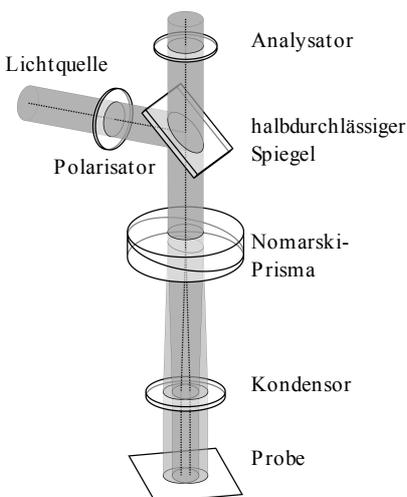


Abbildung 2.23: Strahlengang im Nomarski-Mikroskop [96].

polarisierten Austrittswelle kommt. Ein bestimmter Größenanteil des Lichtes kann dadurch den Analysator passieren, wodurch der Hintergrundgrauwert festgelegt wird. Ein Hell-Dunkel-Kontrast in der Probenabbildung entsteht nun immer dann, wenn durch Inhomogenitäten an der Probenoberfläche eine zusätzliche Phasendifferenz zwischen den reflektierten Teilstrahlen induziert wird und infolgedessen mehr oder weniger Licht durch den Analysator gelangen kann. Für einen größtmöglichen Kontrast ist die Auflösung des Mikroskops daher so zu wählen, dass der Strahlabstand in der Größenordnung der zu untersuchenden lateralen Oberflächenvariationen liegt. Typische noch aufzulösende Höhendifferenzen liegen dabei im Bereich von wenigen Nanometern. Ein schematischer Aufbau ist in Abbildung 2.23 gezeigt.

### 2.3.6. Rasterkraftmikroskopie und Oberflächenpotentialmessung (AFM / SSPM\*)

Die Rasterkraftmikroskopie erlaubt die Abbildung der Oberflächentopographie der Proben, wobei Höhenunterschiede bis zu atomaren Stufen aufgelöst werden können. Dazu wird die Oberfläche mit einer meist pyramidalen Spitze abgerastert, welche sich an einem federnden Cantilever befindet. Um eine hohe laterale Auflösung zu erreichen und die Oberflächenstrukturen möglichst präzise in Größe und Form abzubilden, muss die Spitzenform sehr schmal sein, idealer Weise mit einem einatomigen Spitzenabschluss. Die eigenen Untersuchungen wurden im sogenannten „contact-mode“ durchgeführt, d.h. die Spitze aus  $\text{Si}_3\text{N}_4$  oder Silizium gleitet direkt auf der Oberfläche. Die Auslenkungen des Cantilevers aus der Nulllage aufgrund der Höhenstruktur der Probe werden optisch detektiert und dann durch Ändern der Probenposition mittels eines Piezotisches kompensiert. Das Oberflächenbild entsteht aus der Darstellung der dazu benötigten elektrischen Spannungen als Hell-Dunkel-Kontrast.

Die Oberflächenpotentialmessung ist eine Erweiterung der AFM-Messung und ermöglicht die Analyse der elektrischen Potentialverteilung an der Probenoberfläche. Die Untersuchungsmethode erlaubt somit beispielsweise Rückschlüsse auf lokalisierte Ionisierungszustände oder auf die Polarisations-eigenschaften der Kristallite. Zuerst wird dazu die Topographie der Probe im AFM-Modus vermessen und der Profilverlauf gespeichert. Anschließend fährt die Spitze ein weiteres Mal über die Probenoberfläche, jedoch jetzt in einem stets konstanten, dem Höhenprofil folgenden Abstand von etwa 30 nm. An die elektrisch geladene und leitfähige Spitze aus Silizium wird dann eine zusätzliche Wechselspannung  $V_{ac}$  angelegt. Die entstehende Kraft  $F_{\omega}$  zwischen Probe und Spitze wird näherungsweise durch Gleichung (2.23) beschrieben und ist primär durch die Coulombwechselwirkung mit den gebundenen, lokalisierten Ladungsträgern  $Q_s$  in der Probe gegeben, sowie durch die induzierten Scheinladungen aufgrund des Spannungsunterschiedes im Modell eines geladenen Kondensators [97].

$$F_{\omega} = V_{ac} \sin(\omega t) \left( \frac{Q_s C}{4\pi \epsilon_0 z^2} - \frac{\partial C}{\partial z} (V_{dc} - V_s) \right) \quad (2.23)$$

$$V_{dc} = V_s + \frac{Q_s C}{4\pi \epsilon_0 z^2 \cdot \partial C / \partial z} \quad (2.24)$$

mit:  $C$  = Kapazität zwischen Probe und Spitze,  $V_s$  = Oberflächenpotential,  $z$  = Probenabstand  
Die Spitzengleichspannung  $V_{dc}$  wird während der Messung nun so angepasst, dass die resultierende Kraftwirkung gleich Null wird. In diesem Fall ist dann Gleichung (2.24) erfüllt. Die Schwankungen

\* englisch: atomic force microscopy / scanning surface potential microscopy

in  $V_{dc}$  korrelieren somit linear mit den Änderungen des Oberflächenpotentials  $V_s$ , beispielsweise aufgrund anderer Kristallit-Polaritäten in pyroelektrischen Materialien. Der gewählte Spitzenabstand ist ein Kompromiss zwischen kleinstmöglicher Verfälschung durch geometrische Kanten- effekte an den Oberflächenstrukturen und größtmöglicher lateraler Auflösung, welche etwa 10 nm beträgt [98].

### **2.3.7. Photo-, Elektro- und Kathodolumineszenz**

Mit Hilfe lumineszenzspektroskopischer Methoden können die optischen Emissionseigenschaften der Proben untersucht werden. Dazu werden in den halbleitenden Materialien Elektron-Loch-Paare generiert. Die dafür benötigte Energie wird bei der Photolumineszenz (PL) durch Photonenbeschuss zugeführt und ist im Allgemeinen größer als der Bandkantenabstand des zu untersuchenden Halbleiters; bei den in dieser Arbeit untersuchten Proben erfolgte die Anregung mittels eines HeCd-Lasers (325 nm). Der als Licht abgegebene Teil der Anregungsenergie bei einer anschließenden Rekombination wird integral über einen weiten Raumwinkel detektiert und spektral analysiert. Aus der energetischen Lage und der Form des Lumineszenzsignals können dann Rückschlüsse auf die Materialeigenschaften des Halbleiters gezogen werden. In dieser Arbeit wird insbesondere die Emissionsenergie der kompositionsabhängigen bandkantennahen Lumineszenz bestimmt. Niederenergetische Lumineszenzanteile erlauben zudem eine Beurteilung der GaN-Schichtqualität sowie der Art und der Häufigkeit von kristallinen Störstellen, die als strahlende Rekombinationszentren wirken. Die PL-Messungen wurden standardmäßig bei Raumtemperatur durchgeführt, wobei die angeregte Probenfläche etwa 1 mm<sup>2</sup> beträgt, über die dann integral ausgewertet wird. Der verwendete Messaufbau in der  $\mu$ -PL erlaubt hingegen sowohl bei Anregung als auch bei Detektion eine laterale Ortsauflösung von etwa 1  $\mu$ m [99]. Bei der Elektrolumineszenz (EL) erfolgt die Stimulation der Elektronen durch das Anlegen einer externen elektrischen Spannung. Das maximale laterale Auflösungsvermögen der Detektion ist mit der  $\mu$ -PL identisch. Aufgrund der erforderlichen physischen Kontaktierung mit einer Elektrode, ist die Ortsauflösung der Anregung jedoch deutlich geringer und hängt unter anderem von der Elektroden- bzw. Kontaktgeometrie und der Stromaufweitung in der Probe ab. Bei der Kathodolumineszenz (KL) wird die notwendige Anregungsenergie mittels eines Elektronenstrahls zugeführt und die Messung wird bei  $T = 4,2$  K durchgeführt. Aus der verwendeten Beschleunigungsspannung von 5 keV und der mittleren Eindringtiefe der Elektronen ergibt sich die stärkste Anregung im GaN etwa 60 nm unterhalb der bestrahlten Oberfläche. Der Radius der angeregten Flächen kann mit der Bethe-Reichweite der Sekundärelektronen gleichgesetzt werden und beträgt in diesem Fall etwa 170 nm [100]. Die KL eignet sich daher besonders für hochortsaufgelöste Messungen, die z.B. eine Darstellung des vertikalen Schichtaufbaus einer Probe ermöglichen. Bei der Detektion wird das emittierte Licht dann über die gesamte Probe und alle Winkel integriert und spektral analysiert.

## 2.4. Optische in-situ Messungen

### 2.4.1. Krümmungsmessung

Bei der Heteroepitaxie von Halbleiterschichtsystemen kommt es im Allgemeinen zu Verspannungen innerhalb der Kristallstruktur aufgrund der unterschiedlichen Gitterkonstanten oder -symmetrien der beteiligten Halbleitermaterialien. Des Weiteren verursachen Unterschiede in den thermischen Ausdehnungskoeffizienten eine zusätzliche Verspannung der Proben, was insbesondere beim Abkühlen von Wachstum- auf Raumtemperatur relevant wird (vergleiche Tabelle 1). Die Verspannungsenergie des Schichtsystems kann sich durch eine Verformung der Wafer reduzieren, und aufgrund der vertikalen Schichtabfolge erfolgt dies hauptsächlich durch eine Krümmung der Proben. Die Kenntnis des Krümmungsradius erlaubt somit Rückschlüsse auf den jeweiligen Verspannungszustand des Schichtsystems.

Ein einfacher und häufig verwendeter Ansatz die mittlere Schichtspannung abzuschätzen, ist das Modell von Stoney, welches die zur Biegung notwendige Oberflächenspannung des Substrates mit der aus der Krümmung resultierenden Restspannung der Schicht gleichsetzt. Dabei werden folgende Annahmen gemacht: die Schichtdicke sei vernachlässigbar klein gegenüber der Substratdicke; die Deformationen des Kristalls sind so klein, dass das lineare Hookesche Gesetz gilt; die Krümmung ist sphärisch; alle Materialparameter sind homogen und lateral isotrop; die Biegung der Schicht verursacht keinen relevanten zusätzlichen Energieanteil; die neutrale Faser im Substrat ist radial und tangential spannungsfrei. Diese Überlegungen führen auf die Stoney-Gleichung (2.25), die einen linearen Zusammenhang zwischen Spannung und Krümmung beschreibt [101, 102]:

$$\sigma_f = \frac{E_s h_s^2 K}{6(1-\nu_s)h_f} \quad (2.25)$$

mit  $\sigma_f$  = mittlere Schichtspannung,  $E_s$  = laterales Elastizitätsmodul des Substrats,  $h_s$  = Substratdicke,  $K$  = Krümmung,  $\nu_s$  = Poissonverhältnis des Substrats,  $h_f$  = Schichtdicke. Für kleine Biegungen und dünne Schichten ist dieses Modell oft hinreichend genau. Im Fall einer Si(001)-orientierten Oberfläche ist der Elastizitätsmodul des Substrates lateral nicht isotrop. Jedoch sind  $\nu$  und  $E$  über die elastischen Konstanten im kubischen Kristallsystem gerade so miteinander gekoppelt, dass der Quotient  $M = E/(1-\nu)$  für alle Winkel in der (001)-Ebene konstant ist [103] (Silizium:

$M_s = 180 \text{ GPa}$  [2]) und somit das Modell für die zu untersuchenden Proben gültig ist. Für eine Erweiterung auf beliebig dicke Schichten muss die Verspannungsenergie der Schicht mit berücksichtigt werden, und die Berechnung ist daher nicht mehr unabhängig von den elastischen Parametern der Schicht. Die Minimierungsforderung der elastischen Gesamtenergie des Wafers führt bei Annahme einer sphärischen Krümmung auf die Freundsche Gleichung [104]:

$$K = \sigma_f \cdot \frac{6h_f}{M_s h_s^2} \left( \frac{1+h}{1+mh(4+6h+4h^2)+m^2h^4} \right), \text{ mit } m = \frac{M_f}{M_s}, h = \frac{h_f}{h_s}, M_{f,s} = \frac{E_{f,s}}{(1-\nu_{f,s})} \quad (2.26)$$

Aktuelle, mathematisch umfangreiche Lösungsansätze bieten zudem die Möglichkeit, die Probenkrümmung aus der minimierten Gesamtenergie zu berechnen, ohne dabei Einschränkungen des Biegungsverlaufes oder der Schichthomogenitäten vorzugeben. Zudem wird die dreidimensionale Waferausdehnung immanent mit berücksichtigt, was besonders bei großflächigen Substraten zu nichtlinearen Abweichungen von Gleichung (2.26) führt [105]. Allgemein ergibt sich im nichtlinearen Modell bei gleicher Krümmung eine größere berechnete Verspannungsenergie als bei den linearen Lösungsansätzen (Abbildung 2.24).

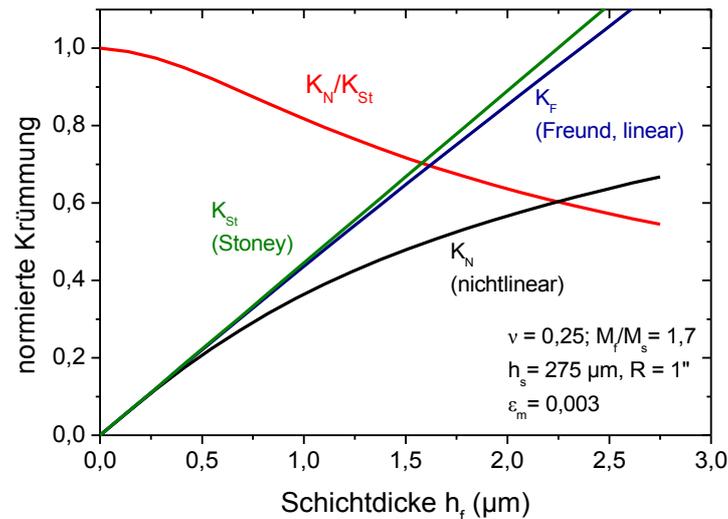


Abbildung 2.24: Vergleich des normierten Krümmungsverlaufs in Abhängigkeit der Schichtdicke in linearer und nichtlinearer Theorie [nach 105].

Wird ein Substrat stetig auf der Unterseite erhitzt und auf einer konstanten Temperatur gehalten, die deutlich über der Strahlungstemperatur der Umgebung liegt, dann wird die Oberfläche des Substrates ständig Energie an die Umgebung in Form von thermischer Strahlung abgeben. Vernachlässigt man den Wärmetransport des Restgases im Reaktor, wird sich bei Annahme eines linearen Temperaturprofils eine Temperaturdifferenz von  $\Delta T = e \cdot \sigma_{\text{SB}} \cdot T_0^4 \cdot h_s / \lambda_{\text{th}}$  einstellen, mit  $e$  = Emissivität,  $\sigma_{\text{SB}}$  = Stefan-Boltzmann Konstante,  $T_0$  = Oberflächentemperatur,  $\lambda_{\text{th}}$  = thermische Leitfähigkeit. Die resultierenden unterschiedlichen thermischen Ausdehnungen der Ober- und Unterseite führen daher, sogar bei noch unbeschichteten Substraten, zu einer konkaven Krümmung, und zwar

umso stärker je höher die Oberflächentemperatur ist. Bei Verwendung der linearen Berechnungsmodelle folgt dann, dass trotz der berechneten sphärischen Krümmung nach Gleichung (2.27) eine völlig spannungsfreie Oberfläche vorliegt, da die Unterschiede in den Gitterkonstanten exakt durch die Biegung ausgeglichen werden [106]:

$$K = \alpha \cdot e \cdot \sigma_{SB} \cdot T_0^4 / \lambda_{th} \quad (2.27)$$

mit  $\alpha$  als lateraler thermischer Ausdehnungskoeffizient.

Im nichtlinearen Berechnungsmodell werden die tangentialen Stauchungen der Randbereiche wegen der dreidimensionalen Probenwölbung voll berücksichtigt. Zerlegt man die Oberflächenspannung in eine radiale und eine tangentielle Komponente, so ergibt sich, selbst bei Annahme eines linearen Temperaturgradienten, eine von Null verschiedene Oberflächenspannung. Die Größendifferenz der senkrecht zueinander orientierten Spannungskomponenten kann dabei in Abhängigkeit der Substratparameter und der Probenposition sogar das Vorzeichen wechseln (Abbildung 2.25) [107].

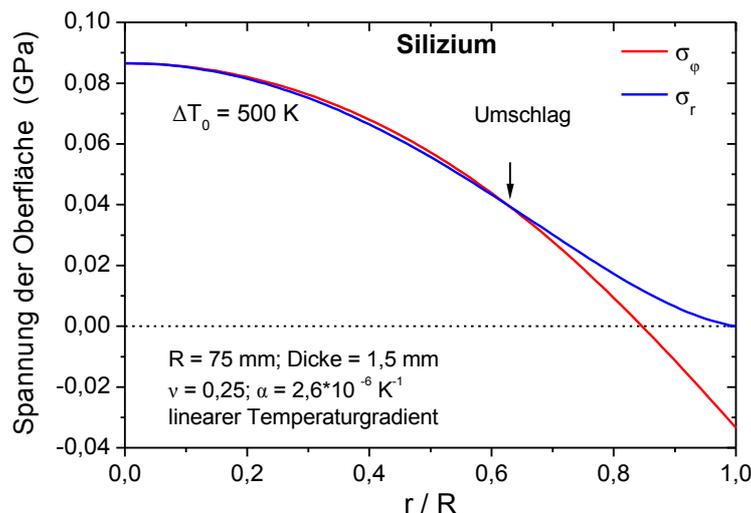


Abbildung 2.25: Spannungskomponenten in der Oberfläche eines 150 mm Siliziumsubstrates in Abhängigkeit der radialen Position unter Annahme eines linearen, vertikalen Temperaturgradienten [107].

Insbesondere für die von der Oberflächenspannung abhängige Oberflächenrekonstruktion der Si(001)-Substrate ist ein derartiges Verhalten interessant, da es die Präferenz einer Dimerausrichtung mit beeinflusst. Für eine vollständige theoretische Darstellung der Spannungsverläufe müsste jedoch die leichte Asymmetrie der kreisförmigen Substrate aufgrund des Flats noch mit in die Berechnung einfließen, aus der dann vermutlich eine zusätzliche, überlagerte, leicht sattelförmige Biegung folgen könnte. Derartige theoretische Untersuchungen sind bis zum jetzigen Zeitpunkt jedoch noch nicht vollständig abgeschlossen.

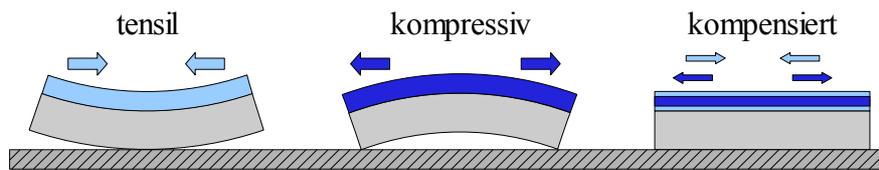


Abbildung 2.26: Konkave (links), konvexe (Mitte) und flache Waferkrümmung (rechts) aufgrund unterschiedlich verspannter Schichtsysteme.

Nach Abbildung 2.26 ergibt sich die finale Krümmung der Proben aus der Integration der Spannungsanteile über das gesamte Schichtsystem. Um jedoch den jeweiligen Einfluss jeder gewachsenen Einzelschicht gezielt aufzulösen, war eine Analysemethode zu verwenden, die bereits während der MOVPE die Krümmung der Wafer vermessen kann. Eine kommerzielle Lösung einer in-situ Krümmungsmessung stand zu Beginn der Arbeiten noch nicht zur Verfügung, weshalb eine eigene Apparatur entwickelt werden musste.

Um den epitaktischen Abscheidungsprozess nicht, beziehungsweise nur möglichst wenig zu beeinflussen, wurde eine rein optische Charakterisierungsmethode verwendet, welche auf der Reflexion mehrerer paralleler Laserstrahlen an der gekrümmten Waferoberfläche basiert [108]. Ein Problem bei einer solchen in-situ Messung ist das leichte Taumeln der rotierenden Wafer, wodurch sich die Richtungen der reflektierten Laserstrahlen ständig geringfügig ändern und somit präzise Messungen erschwert werden. Erste Prototypen mit einem geeigneten Flächendetektor und seitlicher Ein- und Auskopplung des Laserlichtes waren bereits vorgestellt worden sowie erste Messergebnisse für das MOVPE-Wachstum von GaN [109].

Für den in dieser Arbeit verwendeten Reaktortyp war ein Krümmungssensor entwickelt worden, der auf dem gleichen Reflexionsprinzip beruht. Bedingt durch die Konstruktion des MOVPE-Reaktors, musste jedoch ein senkrechter Ein- und Ausfall der Laserstrahlen verwendet werden, mit den damit verbundenen zu lösenden Schwierigkeiten der Mehrfachreflexionen. Ein erster Prototyp mit ersten Messergebnissen stand zu Beginn der Arbeit bereits zur Verfügung, dessen schematischer Strahlengang in Abbildung 2.27 gezeigt ist [110]. Der Strahl eines HeNe-Lasers mit einer Wellenlänge von 633 nm wird demnach an einem Etalon in zwei parallele Teilstrahlen aufgespalten, die etwa auf die Probenmitte gerichtet sind und anschließend an der gekrümmten Oberfläche reflektiert werden. Mittels eines halbdurchlässigen Spiegels werden die beiden reflektierten Teilstrahlen dann auf einen Flächendetektor abgelenkt.

Aus einfachen geometrischen Überlegungen\* folgt dann

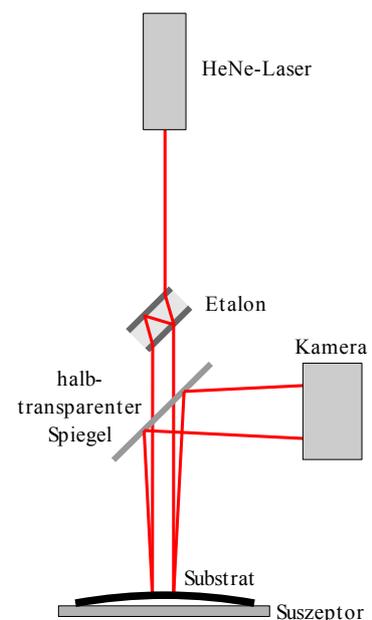


Abbildung 2.27: Schematischer Strahlengang des in-situ Krümmungssensors.

\* siehe Anhang 6.1.3

bei Annahme eines näherungsweise sphärischen Verlaufs für die Waferkrümmung:

$$K = \frac{1}{R} \approx \frac{d_0 - d}{2d_0 \cdot L} \quad (2.28)$$

mit  $R$  = Krümmungsradius,  $d_0$  = Abstand der Laserpunkte auf dem Wafer,  $d$  = Abstand der Laserpunkte auf dem Detektor,  $L$  = Abstand zwischen Oberfläche und Detektor.

Zusätzliche Informationen über das Probenwachstum können aus der Messung der Intensität des aufgenommenen Bildes gewonnen werden. Zum einen wird die thermische Strahlungsintensität durch die Oberflächentemperatur gemäß dem Stefan-Boltzmann-Gesetz  $I \sim T^4$  bestimmt und bewirkt somit einen Intensitätsuntergrund im analysierten Bild. Zum anderen kommt es aufgrund der Kohärenzeigenschaften des Laserlichtes und der Reflexionen an den verschiedenen Grenzflächen zu Fabry-Pérot-Oszillationen in der Intensität der reflektierten Laserpunkte. Diese sind dem thermischen Verlauf überlagert. Allgemein wird dabei die Amplitude der Oszillationen durch die optische Welligkeit des Schichtsystems beeinflusst, und eine Oberflächenrauigkeit bewirkt ein globales Abfallen der Oszillationsintensität. Der Brechungsindex ist sowohl von der Materialkomposition als auch von der Temperatur abhängig, zudem ist das Emissionsvermögen der Schichten nicht genau bekannt. Die gemessenen Intensitätstransienten eignen sich daher nur für eine in-situ Kontrolle des Wachstumsprozesses und für eine erste, einleitende Analyse der Schichtdicken, der Wachstumsraten oder der Temperatur. Sie sind jedoch äußerst hilfreich für den direkten Vergleich innerhalb von Probenserien, um den Einfluss einzelner geänderter Parameter gegeneinander darzustellen. Für eine weiterführende Auswertung des Intensitätssignals und die zugrunde liegenden Theorien sei zum Beispiel auf die Arbeiten in [111] verwiesen.

Um die Wachstumsparameter der Probenserien effektiv optimieren zu können, war ein routinemäßiger und standardisierter Einsatz des in-situ Krümmungssensors zu gewährleisten. Deshalb wurde zu Beginn der eigenen Arbeiten eine Steuersoftware programmiert, die folgende Voraussetzungen erfüllen musste:

- eine hohe Programmstabilität bei außergewöhnlichen Messresultaten, zumindest aber für alle bis dahin aufgetretenen oder zu erwartenden Unregelmäßigkeiten
- eine hohe Sicherheit gegen Datenverlust durch eine sukzessive, minütliche Datenspeicherung während der Messung
- eine einfache Möglichkeit zur Weiterverarbeitung der Messdaten durch Export als tabellarisches ASCII-Format
- eine manuelle Abbruchmöglichkeit der Messung ohne Datenverlust, sowie eine automatische Beendigung durch eine Zeitvorgabe gemäß der Dauer des Wachstumsprozesses
- eine optionale Ausgabe der gemessenen Waferkrümmung als 0 V-10 V Spannungssignal
- eine in-situ Darstellung der interpolierten und geglätteten Transienten auf dem Bildschirm für eine einfache Prozesskontrolle

- eine in-situ Darstellung des von der Kamera aufgenommenen Bildes
- unabhängig gegen leichte Veränderungen der Messgeometrie, beispielsweise der Neigung des Etalons, der Probenhöhe oder der Kameraposition.

Eine schematische Darstellung des Programmablaufes ist im Anhang in den Abbildungen 6.24 bis 6.29 gegeben. Falls möglich, waren zudem das Signal-Rausch-Verhältnis und die Messgenauigkeit gegenüber dem Prototypen zu verbessern. Da jedoch die vorhandene Kamera weiter genutzt werden sollte, konnte keine höhere Auflösung als  $1024 \times 1024$  Pixel verwendet werden. Eine einfache Vergrößerung des Abstandes  $L$  zwischen Detektor und Probe, die nach Gleichung (2.28) bei gleicher Krümmung eine Zunahme der Auslenkung  $|d_0 - d|$  der reflektierten Laserpunkte bewirken würde, war ebenfalls nicht möglich. Bei einem zu starken Taumeln der Probe würden die Punkte dann zeitweise außerhalb des Detektorbereichs liegen.

Durch die Selektion eines verkleinerten auszuwertenden Kamerabereiches von  $600 \times 400$  Bildpunkten konnte die zu verarbeitende Datenmenge auf etwa ein Viertel reduziert werden, ohne dabei das Auflösungsvermögen zu verringern. Um jedoch die volle Kamerafläche nutzen zu können und die Positionsänderung der Laserpunkte aufgrund der Probenbewegung auszugleichen, mussten die Koordinaten dieses Auslesebereiches bezüglich der Gesamtfläche kontinuierlich angepasst werden, was durch eine ständige Zentrierung des Abstandsmittelpunktes der beiden Laserreflexionen geschieht. In Abbildung 2.28 ist der Bildausschnitt im Vergleich zur Gesamtdetektorfläche dargestellt. Da außerdem der relative Flächenanteil der Laserpunkte zunimmt, konnte eine deutliche Verstärkung der Amplituden der superpositionierten Fabry-Pérot-Oszillationen in den gemessenen Intensitätstransienten erreicht werden. Die durchschnittliche Bildaufnahme­frequenz konnte von etwa 2 Hz beim Prototypen auf etwa 22 Hz in der optimierten Standardkonfiguration gesteigert werden [112]. Eine Limitierung ist dabei durch die gewählte Belichtungszeit von 17 ms und der

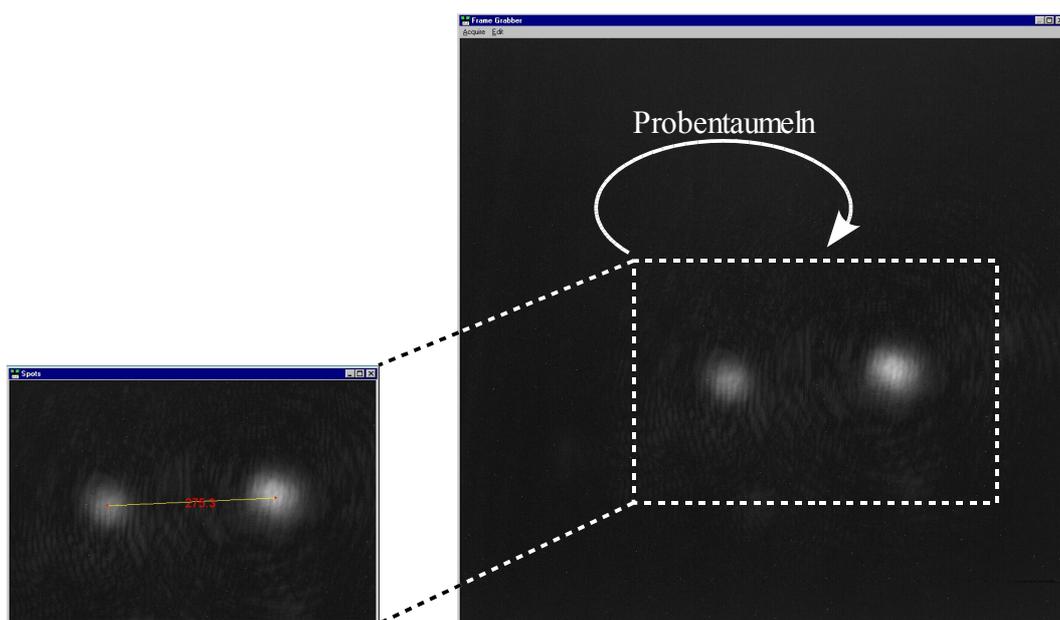


Abbildung 2.28: Definition des auszuwertenden Kamera-Ausschnitts durch Zentrierung der Laserpunkte.

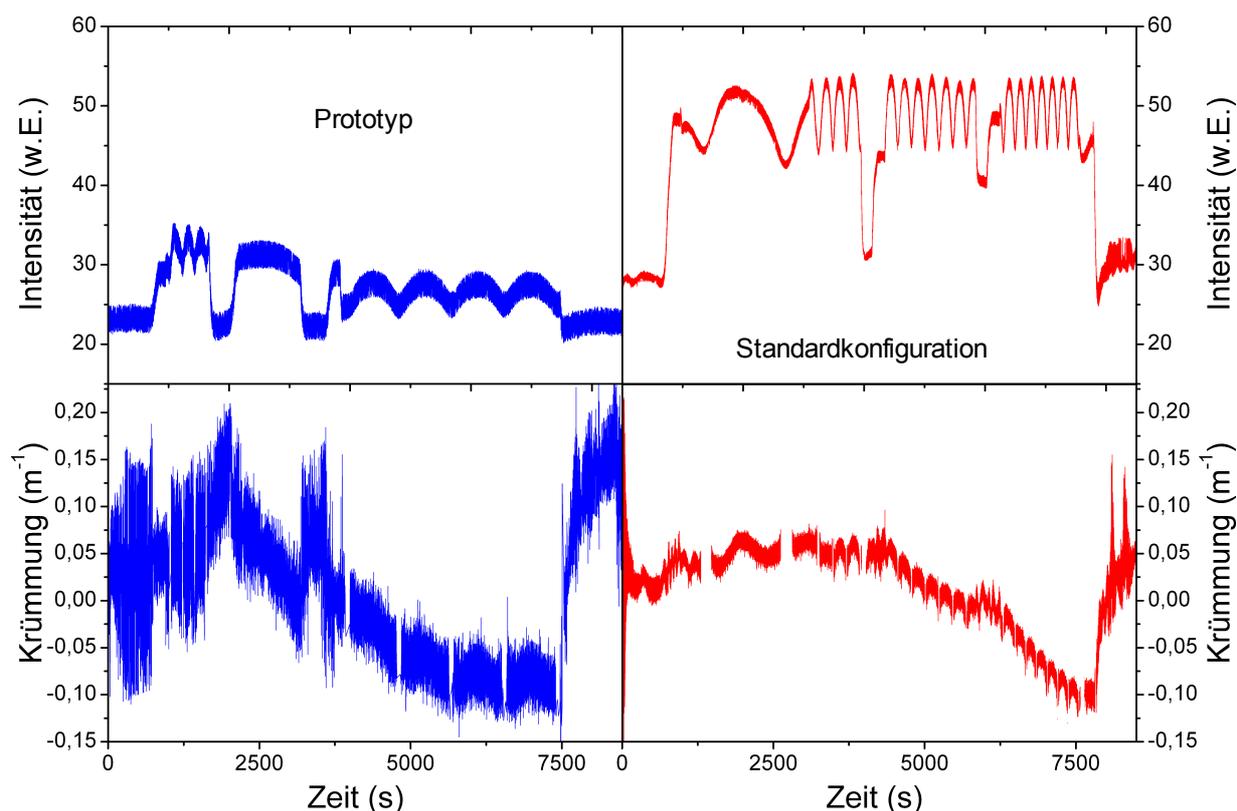


Abbildung 2.29: Vergleich der Messtransienten des in-situ Krümmungsmessung-Prototyps (links) und in der Standardkonfiguration (rechts). Dargestellt sind die Rohdaten, d.h. ungeglättet und innerhalb der Drucker- auflösung alle Messwerte.

notwendigen Bildauslesezeit der Kamera vorgegeben, welche linear mit der Größe der untersuchten Fläche skaliert. Dadurch ergibt sich bei stark taumelnden Proben, bei denen der Bewegungsbereich der Laserspots größer als der eingeschränkte Analyseausschnitt ist, eine maximal zulässige Rotationsfrequenz von näherungsweise 5 Umdrehungen pro Sekunde, um eine hinreichend schnelle Positionskorrektur zu gewährleisten. Oberhalb dieser Frequenz oder bei nicht detektierbaren Reflexionen im Oszillationsminimum wird automatisch der gesamte Kamerabereich ausgelesen und eine entsprechende Flächenkorrektur des Intensitätssignals der Temperaturstrahlung vorgenommen. Durch die höhere Anzahl der Messwerte im Vergleich zum Prototypen konnten zudem die statistischen Schwankungen des Krümmungssignals durch eine anschließende Glättung der Messkurven reduziert werden. In Abbildung 2.29 sind typische Krümmungs- und Intensitätstransienten vor und nach der Optimierung gegenübergestellt. Obwohl die absoluten Werte unterschiedlicher Proben aus unterschiedlichen Wachstumsserien nur eingeschränkt miteinander vergleichbar sind, werden jedoch die höhere Dynamik in der Intensität und das bessere Signal-Rausch-Verhältnis offensichtlich. Das Auflösungsvermögen der Krümmungsmessung kann nach einer Glättung der Messkurven auf besser als  $0,02\text{ m}^{-1}$  abgeschätzt werden [112].

### 2.4.2. Integration von simultaner Oberflächentemperatur-Messung

Die Temperatur der Substratoberfläche ist ein extrem kritischer Parameter während des epitaktischen Wachstums von Verbindungshalbleitern und beeinflusst zum Beispiel maßgeblich das Kompositionsverhältnis von ternären Mischsystemen [113]. Die durch die MOCVD-Anlage vorgegebene Prozess- und Suszeptortemperatur kann dabei erheblich von der Oberflächentemperatur des Wafers abweichen. Aufgrund der thermischen Übergangswiderstände an der Grenzschicht zwischen Suszeptor und Wafer, sowie der thermischen Strahlungsverluste ist die Oberflächentemperatur im allgemeinen kleiner als die im Prozess vorgegebene Temperatur mit publizierten Differenzen von über 100 K [114, 115]. Eigene pyrometrische in-situ Messungen an vergleichsweise dicken, 1,5 mm starken Siliziumsubstraten ergaben Abweichungen von bis zu 150 K.

Der thermische Übergangswiderstand ist abhängig von der Kontaktqualität, beziehungsweise der effektiven Kontaktfläche. Bei gekrümmten Wafern und bei Verwendung flacher Suszeptoren liegt die Unterseite der Substrate nicht gleichmäßig auf dem Suszeptor auf. Je nach Vorzeichen der Probenkrümmung wird sich der Waferrand bei einer konkaven Biegung, bzw. die Wafermitte bei einer konvexen Biegung, leicht vom Suszeptor abheben. Unter Annahme einer sphärischen Krümmung und bei nicht zu kleinen Krümmungsradien kann der maximale Abstand  $\Delta z$  zwischen der Waferunterseite und dem Suszeptor wie folgt abgeschätzt werden:

$$\Delta z = R \cdot \left( 1 - \cos \left( \frac{D_w}{2R} \right) \right), \text{ mit } D_w \ll R \quad (2.29)$$

mit  $D_w$  = Waferdurchmesser,  $R$  = Krümmungsradius. Ohne direkte Wärmekopplung und unter Vernachlässigung der thermischen Leitfähigkeit des Restgases ist der Energieübertrag dann nur noch rein strahlend. Bei gekrümmten Wafern kommt es somit während des Wachstums zur Ausbildung lokaler Temperaturmaxima an den auftretenden, einzelnen Auflagepunkten. In Abbildung 2.30 ist ein schematischer Temperaturverlauf innerhalb der Wafer während des Wachstums für verschiedene Probenkrümmungen dargestellt. Demnach ist zum Beispiel bei einer isotropen konvexen

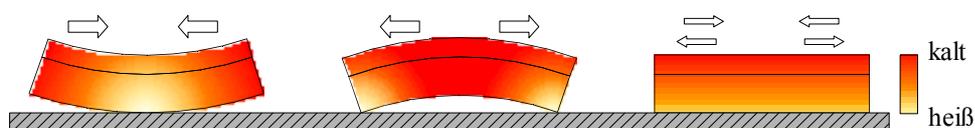


Abbildung 2.30: Schematische Darstellung der anisotropen Temperaturgradienten innerhalb der Proben während des Wachstums aufgrund unterschiedlicher Auflagepunkte in Abhängigkeit der Krümmungsrichtung.

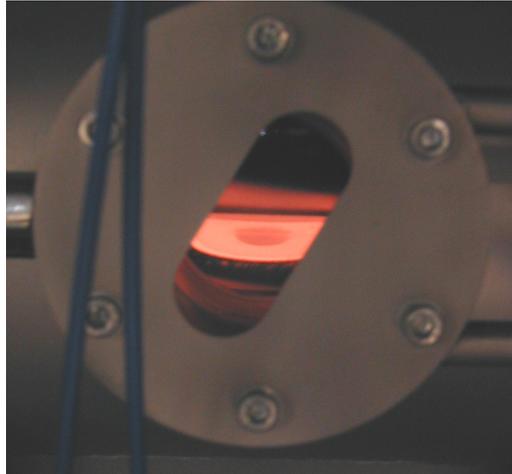


Abbildung 2.31: Fotografie eines rotglühenden Wafers im MOVPE-Reaktor während des Wachstumsprozesses mit einer Oberflächentemperatur von etwa 1000 °C. Eine konvexe Probenkrümmung führt zu einer Erniedrigung der Temperatur in der Wafermitte und somit zu einer deutlich sichtbaren Intensitätsabnahme der Temperaturstrahlung.

Biegung auf der Probenoberfläche ein radialer Temperaturgradient zu erwarten, mit einem Temperaturminimum in der Wafermitte. Ein solcher lateraler Temperaturgradient in der Probenoberfläche bewirkt einen Unterschied in der thermischen Strahlungsintensität. In Abbildung 2.31 ist eine stark konvexe Teststruktur im MOVPE-Reaktor während des Wachstumsprozesses gezeigt, die eine Oberflächentemperatur von etwa 1000 °C besitzt und bei der, trotz etwa homogener Oberflächenqualität, eine deutlich sichtbare Abnahme der emittierten Intensität in der etwas kühleren Probenmitte erkennbar ist.

Um diesen Temperatureffekt quantifizieren zu können und um eine direkte Korrelation zur Krümmung nachzuweisen, musste eine simultane Messung der Probenkrümmung und der Oberflächentemperatur realisiert werden. Dazu wurde der vorhandene Krümmungssensor mit der kommer-

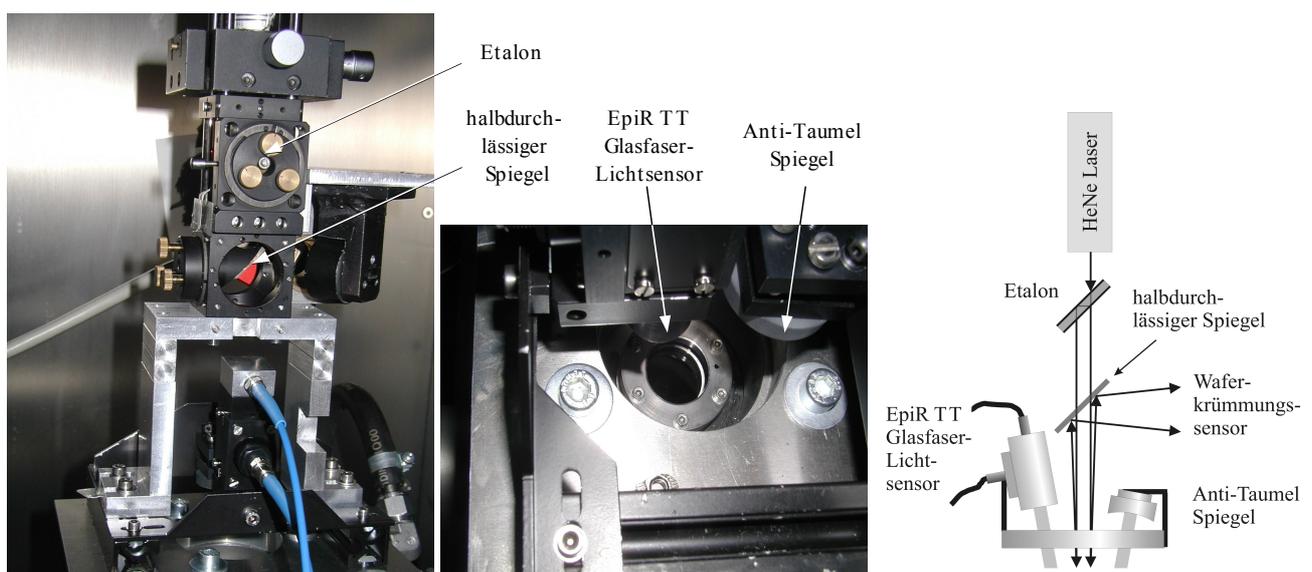


Abbildung 2.32: Fotografie des kombinierten Messaufbaus zur simultanen Erfassung der Probenkrümmung und der Oberflächentemperatur (links), Reaktorfenster für die Ein- und Auskopplung der optischen Signale (Mitte) und die schematische Darstellung der Messanordnung (rechts).

ziellen, pyrometrischen Temperatur-Messapparatur EpiR TT der Firma LayTec kombiniert. Diese basiert auf der Auswertung des emissionskorrigierten Planckschen Strahlungsspektrums der Probe, wie in [111, 116] beschrieben. Die experimentelle Herausforderung bestand dabei in der notwendigen gemeinsamen Nutzung des Reaktorfensters zur optischen Signalauskopplung sowie der nur 5 mm großen Bohrung im Liner-Rohr. Die gewählte Umsetzung sowie eine schematische Darstellung des kombinierten Messaufbaus sind in Abbildung 2.32 gezeigt.

Damit der jeweilige Einfluss der verschiedenen Probenkrümmungen auf die Oberflächentemperatur gezielt untersucht werden konnte, wurden zwei GaN-basierte Teststrukturen auf Si(111) gewachsen, die ein gegensätzliches Biegungsverhalten während des Wachstums aufwiesen. Die Probe, die eine zunehmende konkave Krümmung zeigte, besteht aus einer AlN-Keimschicht und einer etwa 200 nm dicken GaN-Pufferschicht auf der anschließend eine etwa 700 nm dicke, hoch Silizium-dotierte ( $n = 8 \cdot 10^{18}$  [117]) GaN-Schicht abgeschieden wurde, die dadurch eine tensile Verspannung aufweist [118-120]. Bei der konvex gekrümmten Probe wurde nach der Pufferschicht zusätzlich eine etwa 10 nm dicke AlN-Tieftemperatur-Zwischenschicht gewachsen, auf der dann eine 700 nm dicke, nominell undotierte GaN-Schicht kompressiv verspannt aufwächst [85]. In Abbildung 2.33 sind die jeweiligen simultanen Entwicklungen der Oberflächentemperatur und der Probenkrümmung, beide gemessen in der Wafermitte, in Abhängigkeit der Wachstumszeit gezeigt. Demnach steigt mit zunehmender konkaver Probenkrümmung (positiver Wertebereich) die Temperatur kontinuierlich an, was mit einem höheren Auflagedruck des Wafers im Zentrum und der damit verbundenen besseren Kontaktqualität erklärt werden kann. Der gemessene Anstieg beträgt etwa 7 K bei einer Krümmung von  $0,14 \text{ m}^{-1}$  und einer zeitlich konstanten Prozesstemperatur von  $1145 \text{ }^\circ\text{C}$ . Eine zunehmende konvexe Probenkrümmung von bis zu  $-0,14 \text{ m}^{-1}$  führt hingegen bei gleicher Prozesstemperatur zu einer kontinuierlichen Abkühlung der Probenmitte um etwa 6 K. In diesem Fall verliert die Waferunterseite den Kontakt zum Suszeptor, und mit Gleichung (2.29) ergibt sich für die verwendeten 2 Zoll Substrate ein Abstand von  $43 \text{ } \mu\text{m}$ . Die überlagerte periodische Schwankung im Temperatursignal der gezeigten in-situ Messungen liegt in der noch nicht

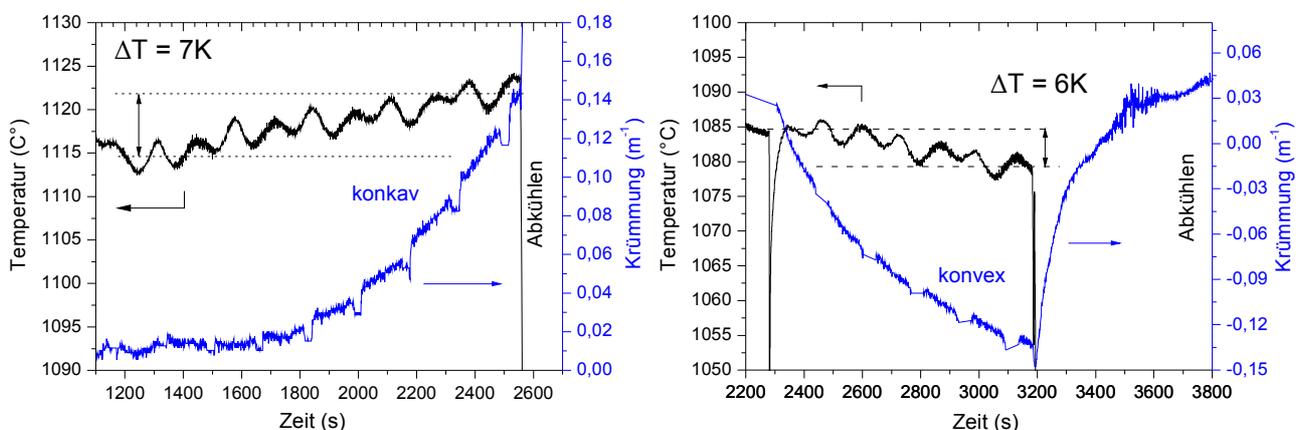


Abbildung 2.33: Zeitliches Verhalten der Oberflächentemperatur in der Wafermitte im direkten Vergleich zur Entwicklung der Probenkrümmung zweier GaN-Teststrukturen auf Si(111). Temperaturanstieg bei einer sich konkav krümmenden Probe (links) und Temperaturabfall im Zentrum einer sich konvex krümmenden Probe (rechts).

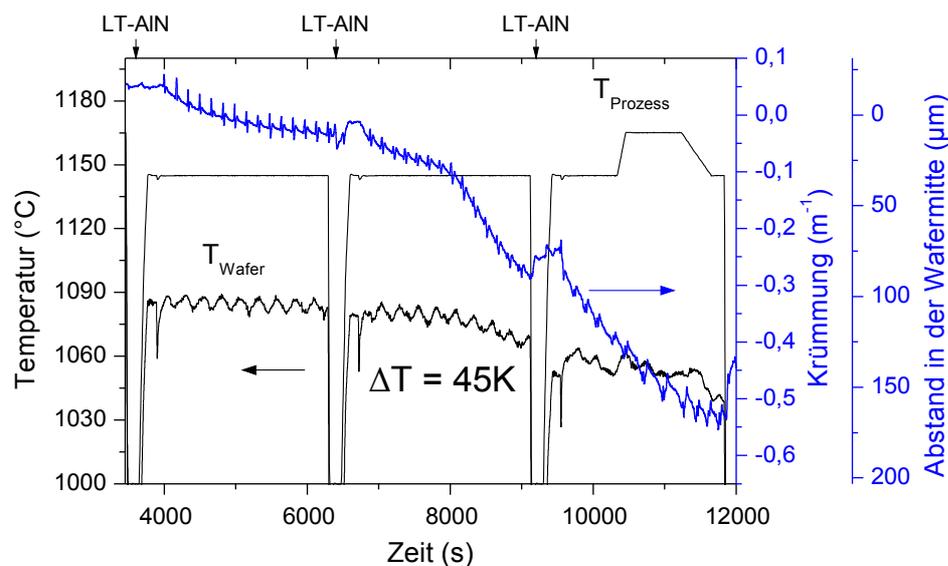


Abbildung 2.34: Oberflächentemperatur in der Wafermitte, eingestellte Prozesstemperatur und Probenkrümmung einer kompletten GaN-Bauelementstruktur auf Si(111) mit einer abschließenden Dicke von etwa  $5 \mu\text{m}$  in Abhängigkeit der Wachstumszeit.

idealen Absorptionskorrektur des Strahlungsspektrums begründet, weshalb auftretende Fabry-Pérot-Oszillationen die Temperaturmessung leicht beeinflussen [116]. Der tendenzielle Verlauf der gemittelten Temperaturkurve ist jedoch offensichtlich.

Aufgrund der mit der Schichtdicke skalierenden thermischen Verspannungsenergie, zeigen komplette, GaN-basierte Bauelementstrukturen auf Silizium ein entsprechend ausgeprägtes Krümmungsverhalten beim Abkühlen auf Raumtemperatur, welches durch geeignete Pufferschichten kompensiert werden kann [85, 110, 112]. In Abbildung 2.34 sind die in-situ Messung der Oberflächentemperatur in der Wafermitte, die Prozesstemperatur und die Probenkrümmung einer abschließend  $5 \mu\text{m}$  dicken Bauelementstruktur als zeitliche Entwicklung während des MOVPE-Wachstums aufgetragen. Das Einfügen von drei Tieftemperatur-AlN-Zwischenschichten bei 3600 s, 6400 s und 9200 s führt aufgrund der kompressiv verspannten GaN-Schichten zu einer zunehmenden konvexen Waferkrümmung von bis zu  $-0,52 \text{ m}^{-1}$ , was einem theoretischen Waferabstand von mehr als  $160 \mu\text{m}$  vom Suszeptor entspricht. Der verstärkte Abfall bei etwa 8000 s ist auf eine plastische Verformung der Silizium-Substrate zurückzuführen [121]. Die Oberflächentemperatur in der Wafermitte erniedrigt sich bei dieser starken Biegung um etwa 45 K. Insbesondere für großflächige Substrate, bei denen der resultierende Kontaktverlust noch stärker ausfällt, bzw. der laterale Abstand zu den Auflagepunkten noch größer ist, wird ein solcher inhomogener Temperaturverlauf relevant für das homogene Wachstumsverhalten über die Waferfläche. Durch die Verwendung von dickeren Substraten kann nach Gleichung (2.25) die resultierende Krümmung jedoch reduziert werden, wodurch der Temperatureffekt abgeschwächt wird. Stehen zudem mehrere radiale Heizzonen zur Verfügung, wie dies in einigen industriell genutzten MOVPE-Reaktoren der Fall ist, könnte durch eine entsprechende Anpassung der Suszeptortemperaturen eine gleichmäßigere Temperaturverteilung auf der Waferoberfläche erreicht werden.

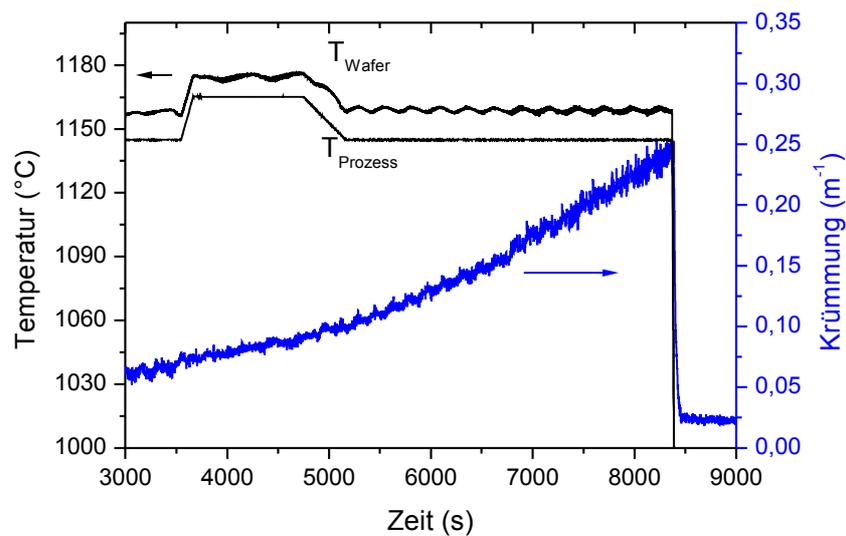


Abbildung 2.35: Zeitliche Entwicklung der Probenkrümmung, der Prozess- und Wafertemperatur einer GaN-basierten Schichtstruktur auf Saphir.

Um systematische Fehlereffekte der Messapparatur auszuschließen, wurden vergleichende Analysen an GaN-Schichtsystemen durchgeführt, die auf Saphir-Substraten abgeschieden wurden. Saphir ist für den Wellenlängenbereich des sichtbaren Lichtes nahezu transparent [122], wodurch bei der pyrometrischen Temperaturmessung hauptsächlich die Strahlung des unterliegenden Suszeptors gemessen wird. Die detektierten Laserreflexionen der Krümmungsmessung stammen jedoch von der Waferoberfläche, da der transmittierte Anteil der einfallenden Laserstrahlen an der rauen Suszeptoroberfläche diffus gestreut wird. In Abbildung 2.35 ist das Krümmungsverhalten einer Vergleichsprobe aus tensil verspannten Ga(Al)N-Schichten auf Saphir in Abhängigkeit der Wachstumszeit gezeigt. Trotz der zunehmenden konkaven Waferkrümmung von bis zu  $0,25 \text{ m}^{-1}$  tritt diesmal keine Veränderung der simultan gemessenen Wafertemperatur auf; vielmehr folgt die Messkurve exakt dem qualitativen Verlauf der vorgegebenen Prozess- und Suszeptortemperatur. Der leichte Offset ist mit der nicht exakten Kalibrierung\* der beiden Absoluttemperaturen zu erklären. Der Einfluss der Laserreflexionen der Krümmungsmessung auf die simultane pyrometrische Temperaturmessung kann also vernachlässigt werden, wodurch die bei der Verwendung von Silizium-Substraten beobachtete Temperaturänderung der Waferoberfläche in direkter Korrelation zur Probenkrümmung als ein physikalischer Effekt bestätigt wird.

Aktuelle, weiterführende Arbeiten anderer Arbeitsgruppen zu diesem Thema konnten schließlich den beschriebenen radialen Temperaturgradienten durch UV-Pyrometrie für beide Krümmungsrichtungen direkt und lateral aufgelöst nachweisen [123].

Da die Messapparatur zur pyrometrischen Temperaturbestimmung eine industrielle Leihgabe war, stand die integrierte Oberflächentemperaturmessung leider nicht über den gesamten Untersuchungszeitraum zum Wachstumsverhalten von GaN auf Si(001)-Substraten zur Verfügung.

\* zum Beispiel durch den Phasenübergang eines Al-Si-Eutektikums bei  $577 \text{ }^\circ\text{C}$

## **3. Ergebnisse**

Im folgenden Kapitel der Arbeit werden die durchgeführten Untersuchungen und Ergebnisse zum epitaktischen Wachstum von GaN auf Si(001)-Substraten vorgestellt und diskutiert. Dazu wird einleitend kurz auf die Reproduzierbarkeit der Wachstumsversuche im verwendeten MOVPE-Reaktor eingegangen. Anschließend werden die ersten grundlegenden Ansätze beschrieben, mit denen kristalline GaN-Schichten auf Si(001) abgeschieden wurden. Des Weiteren wird die Realisierung von r-plane orientiertem GaN vorgestellt. Danach wird erläutert, wie einkristalline c-achsenorientierte GaN-Schichten auf Si(001) hergestellt werden können und deren Qualität untersucht. Abschließend wird die Umsetzung dieses Ansatzes in GaN-basierte Bauelemente auf Si(001) gezeigt sowie die erfolgreiche Adaption auf großflächige 150 mm Si(001)-Substrate demonstriert.

### **3.1. Einleitende Untersuchungen zum Wachstum von GaN auf Si(001)**

#### **3.1.1. Betrachtungen zur Reproduzierbarkeit der Reaktorparameter**

Die Wachstumsbedingungen von Proben werden innerhalb einer Testserie in der Regel systematisch geändert, um so eine eventuelle Abhängigkeit zwischen den Depositionsparametern und den daraus resultierenden Schichteigenschaften ableiten zu können und daraus einen optimalen Wert zu ermitteln. Zusätzlich zu diesen gezielten Variationen der Abscheidebedingungen bedingt die Konstruktionsweise des verwendeten MOVPE-Reaktors eine weitere, ungewollte Veränderung der Depositionsparameter mit zunehmender Anzahl von Wachstumsdurchgängen. Als ein kritischer und sich schnell ändernder Faktor stellte sich dabei die kumulative Belegung der Innenseiten des Linerrohres mit den Reaktionsprodukten der angebotenen Precursoren heraus. Da der Wärmeverlust der Wafer während des Wachstums primär durch die Oberflächenabstrahlung erfolgt, sollte es durch die zunehmend matten und geschwärzten Innenseiten des Linerrohres, trotz nominell konstanter Prozesstemperatur, zu einem Anstieg der Oberflächentemperatur der Wafer kommen. Zudem ist eine zunehmende Kontaminierung der nachfolgend gewachsenen Schichten durch diese Belegung nicht auszuschließen. Die dadurch verursachten Veränderungen der Wachstumseigenschaften

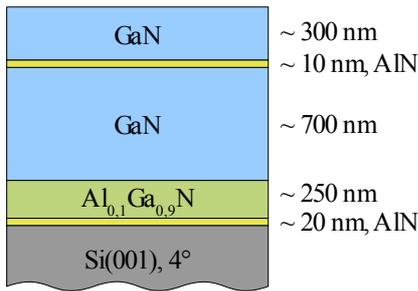


Abbildung 3.1: Schematischer Schichtaufbau der Proben zur Untersuchung der Reproduzierbarkeit der Wachstumsbedingungen.

wurden an einer Probenserie untersucht, bei der sowohl die vorgegebenen Prozessparameter als auch der Probenaufbau konstant gelassen wurden. Die Teststruktur bestand aus einer etwa 20 nm dicken AlN-Keimschicht auf 4° vizealem Si(001), gefolgt von einer etwa 250 nm dicken Al<sub>0,1</sub>Ga<sub>0,9</sub>N-Pufferschicht und der 1 µm GaN-Deckschicht, die von einer 10 nm dicken AlN-Schicht (1000°C) unterbrochen wurde. Die nominelle Wachstumstemperatur betrug mit Ausnahme der zweiten AlN-Schicht immer 1165°C. Eine schematische Darstellung dieser Schichtabfolge, die einer stilisierten Grundstruktur von einfachen Bauelementen entspricht, ist in Abbildung 3.1 gezeigt. Die größte Veränderung der Wachstumsparameter war nach einem Wechsel des Linerrohrs zu erwarten, weshalb innerhalb der Testserie Proben miteinander verglichen, die direkt vor und nach einem Austausch identisch gewachsen wurden. Um die Beeinflussung zu minimieren, wurde bereits standardmäßig das saubere und transparente Linerrohr aus Quarzglas vor den eigentlichen Wachstumsversuchen durch einen zusätzlichen 60-minütigen GaN-Abscheidendurchgang belegt.

Die in-situ Laserreflektivitätsmessungen der Probenserie sind in Abhängigkeit der relativen Probennummern bezüglich des Linerrohr-Austausches in Abbildung 3.2 dargestellt. Durch ein angepasstes Simulieren der Fabry-Pérot-Oszillationen in den zugehörigen Intensitätstransienten (Abbildung 6.5) lassen sich die Wachstumsraten der einzelnen Schichten bestimmen, wobei entsprechend der verwendeten HeNe-Laserwellenlänge (632 nm) und der Wachstumstemperaturen ein Brechungsindex von  $n = 2,45$  für GaN bzw.  $n = 2,41$  für Al<sub>0,1</sub>Ga<sub>0,9</sub>N angenommen wurde [124]. Demnach erhöhen sich die Wachstumsraten, trotz Vorbelegung, sowohl beim Al<sub>0,1</sub>Ga<sub>0,9</sub>N (+36%) als auch beim GaN (+14%) deutlich, was mit der vorhergesagten Temperaturabnahme an der Wafer-

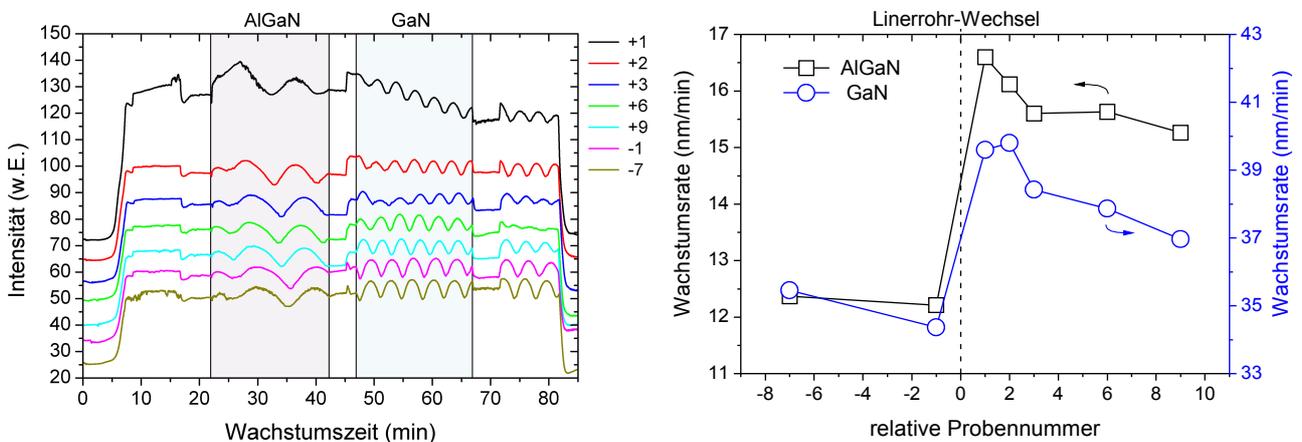


Abbildung 3.2: In-situ Laserreflektivitätsmessung einer Probenserie mit nominell identischen Wachstumsparametern (links) und die daraus berechneten Wachstumsraten des Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N bzw. GaN in Abhängigkeit der relativen Probennummer zum Linerrohr-Wechsel (rechts).

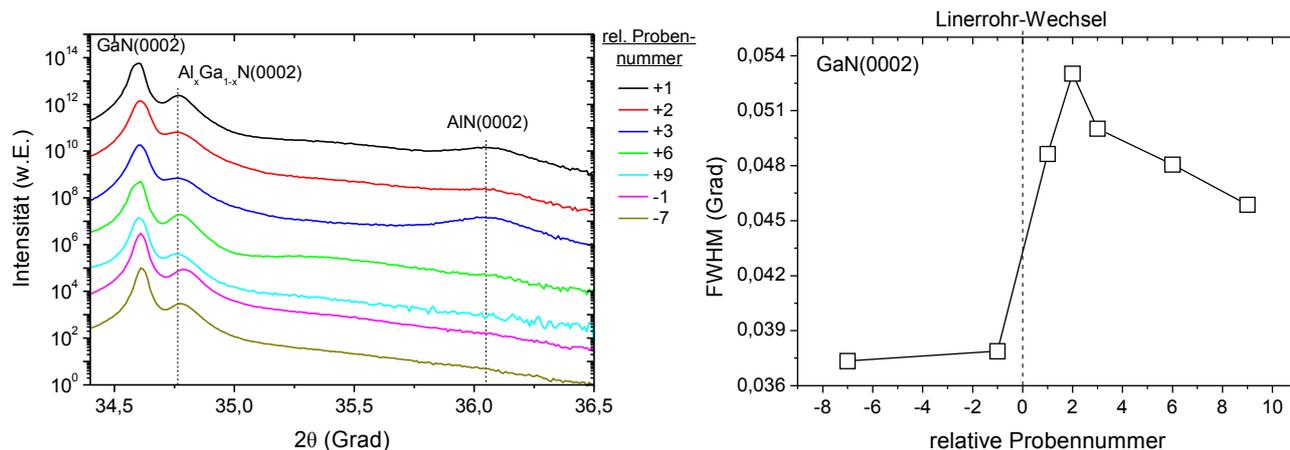


Abbildung 3.3: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans einer Probenserie mit nominell identischen Wachstumsparametern in Abhängigkeit der relativen Probennummer zum Linerrohr-Wechsel (links) und zugehörige Halbwertsbreitenentwicklung der GaN(0002)-Reflexion (rechts).

oberfläche korrespondiert. Mit steigender Probennummer und resultierender stärkerer Belegung reduziert sich die Wachstumsrate dann wieder stetig. Ein direkter Nachweis der Temperaturerhöhung, z.B. durch eine pyrometrische Messung, stand leider noch nicht zur Verfügung.

Der Einfluss des Wechsels auf die kristallinen Eigenschaften der Schichtstrukturen wurde mittels Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans untersucht (Abbildung 3.3). Bei den Proben, die nach dem Austausch des Linerrohrs gewachsen wurden, ist eine AlN(0002)-Reflexion der Keimschicht nachzuweisen, die mit steigender Belegung dann nicht mehr aufzulösen ist. Da die Wachstumsrate des AlN im Temperaturbereich um 1165°C relativ stabil bleibt [125], ist eine daraus resultierende Zunahme der Schichtdicke des AlN bei kleinerer Wachstumstemperatur als alleiniger Grund dieses Effektes unwahrscheinlich. Eine bessere initiale Metallisierung der Si(001)-Oberfläche, eine stärkere c-Achsenorientierung des AlN oder die Wirkung von Gallium als Surfactant sind mögliche, nicht verifizierte Erklärungen. Ein weiteres Indiz für die steigende Oberflächentemperatur der Wafer während des Wachstums mit Zunahme der Linerrohr-Belegung ist die leichte Verschiebung der Peakposition der  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}(0002)$ -Reflexionen hin zu größeren Winkeln, was mit einem gesteigerten Aluminium-Einbau zu begründen ist [126]. Darüber hinaus ist aus der tendenziellen Verkleinerung der Peakhalbwertsbreiten der GaN(0002)-Reflexionen abzuleiten, dass die inhomogenen Verspannungen in der GaN-Schicht mit steigender Belegung des Linerrohres kontinuierlich abnehmen.

Diese reaktorbedingten Veränderungen der Wachstumsbedingungen überlagern die eventuellen Effekte, die durch eine gezielte systematische Variation der Prozessparameter innerhalb von Probenserien auftreten. Bei der Analyse der Messdaten, insbesondere bei kleinen Effekten, sind diese ungewollten Veränderungen korrigierend zu berücksichtigen.

### 3.1.2. Si(111)-Wachstumsparameter

Das epitaktische Wachstum von qualitativ hochwertigen GaN-Schichten auf Si(111)-Substraten mittels MOVPE war zu Beginn der eigenen Untersuchungen bereits ein relativ gut beherrschbarer und etablierter Herstellungsprozess. Insbesondere in der eigenen Arbeitsgruppe waren umfangreiche Erfahrungen bezüglich dieser Thematik vorhanden und die erfolgreiche Umsetzung in Bauelemente war bereits vollzogen [18, 127]. Die Übernahme der bekannten und optimierten Abscheidparameter sowie der Schichtabfolge für das erfolgreiche MOVPE-Wachstum von GaN auf Si(111) war daher ein offensichtlicher und leicht durchzuführender Ansatz, um das Wachstumsverhalten von GaN auf (001)-orientierten Silizium-Substraten zu untersuchen. Zudem wurde damit sichergestellt, dass mit den gewählten Prozessparametern die Realisierung von kristallinem und stöchiometrischem GaN prinzipiell möglich war und Abweichungen zu Vergleichsproben auf Si(111) alleinig in der unterschiedlichen Substratorientierung begründet waren.

Für die ersten Teststrukturen auf Si(001) wurde also ein Standardrezept für das Wachstum von GaN auf Si(111) übernommen. Der relativ simple Schichtaufbau ist schematisch in Abbildung 3.4 gezeigt und besteht aus einer etwa 15 nm dicken AlN-Keimschicht, die nach einer 10 s dauernden Aluminium-Metallisierung gewachsen wurde, und der anschließenden Hauptschicht aus GaN mit einer Dicke von etwa 400 nm. Um den Einfluss der Substratorientierung direkt nachweisen zu können, wurde jeweils ein halber Wafer mit Si(111)- und Si(001)-Oberfläche auf identische Weise präpariert und während desselben Wachstumsdurchgangs verwendet.

Bereits mit bloßem Auge waren bei den Teststrukturen deutliche Unterschiede in der Schichtqualität des GaN aufgrund der verschiedenen Substratorientierungen zu erkennen. Während auf Si(111) eine homogene, sehr glatte und spiegelnde GaN-Oberfläche erreicht wurde, waren die auf Si(001) gewachsenen Proben sehr rau, matt und teilweise verätzt. Die kristallographischen Eigenschaften der jeweiligen Schichten wurden mittels Röntgenbeugungsmethoden untersucht. In Abbildung 3.5 sind zwei reciprocal-space-maps (RSM) im Winkelbereich des GaN(0002)-Reflexes für beide Orientierungen vergleichend dargestellt. Aufgrund der übernommenen, optimierten Abscheidbedingungen für Si(111)-Substrate, wächst auf dieser Probenorientierung einkristallines, c-Achsen orientiertes GaN, und die Messung zeigt dementsprechend zwei schmal begrenzte Beugungsmaxima des GaN(0002)-Reflexes der Haupt-

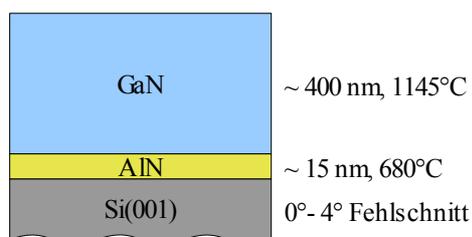


Abbildung 3.4: Schematischer Schichtaufbau der initialen Teststrukturen mit übernommenen Si(111)-Wachstumsparametern.

Beugungsmaxima des GaN(0002)-Reflexes der Haupt-

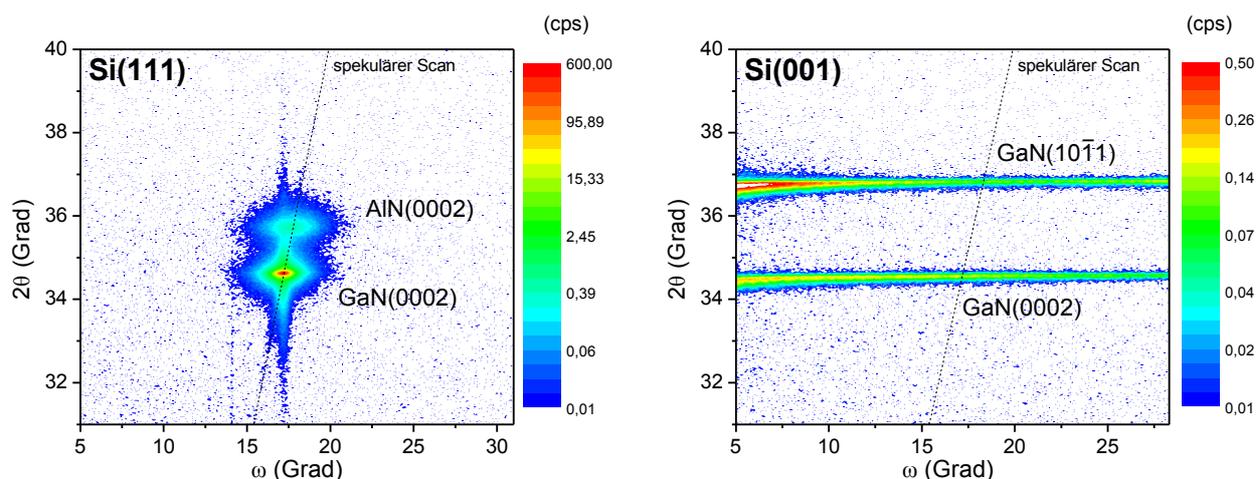


Abbildung 3.5: Röntgenbeugung reciprocal-space-maps um den GaN(0002)-Reflex einer GaN-Schicht auf Si(111)-Substrat (links) und Si(001)-Substrat (rechts) bei identischen Wachstumsbedingungen.

schicht sowie des AIN(0002)-Reflexes der Keimschicht an der spekulären Winkelposition. Bei der Probe auf Si(001)-Substrat ist hingegen eine starke, nahezu gleichverteilte Unordnung der GaN-Kristallorientierung in azimuthaler Si[110]-Richtung zu beobachten, was in eine breite Intensitätsverteilung des GaN(0002)-Reflexes über den gesamten gemessenen  $\omega$ -Bereich resultiert. Der leichte Anstieg in der Intensität bei kleineren Winkeln ist mit der dann größeren, vom Röntgenstrahl ausgeleuchteten, Probenfläche zu erklären. Aufgrund der nahezu pulverartigen Schichtqualität tritt zusätzlich ein weiterer Intensitätsstreifen des GaN(10 $\bar{1}$ 1)-Reflexes auf, wohingegen das AIN(0002)-Beugungsmaximum nicht mehr aufzulösen ist.

Durch eine leichte Fehlorientierung der Si(001)-Gitternetzebenen zur nominalen Waferoberfläche kann die atomare Oberflächenstruktur der Substrate beeinflusst werden. Insbesondere ist bei einer abweichenden Ausrichtung von mehr als etwa  $3^\circ$  in Si[110]-Richtung eine Homogenisierung der Oberflächenrekonstruktion durch die Präferenz einer Dimerorientierung zu erwarten [62-67]. Um einen eventuellen Einfluss der unterschiedlichen atomaren Anordnungen der Substratoberfläche auf die Qualität der abgeschiedenen Schichten zu untersuchen, wurde von der Teststruktur eine Probenserie mit einem steigenden Winkel der Fehlorientierung von  $0^\circ$ - $4^\circ$  gewachsen. Dabei zeigten sich in den röntgenografischen Auswertungen keine systematischen Veränderungen der kristallinen Eigenschaften innerhalb der Probenserie. Die Oberflächenqualität der GaN-Schichten wurde mittels REM untersucht, und in Abbildung 3.6 sind die jeweiligen Aufnahmen im Vergleich zur Referenzprobe auf Si(111) dargestellt. Die GaN-Schicht auf Si(001) ist demnach sehr porös, nicht geschlossen und besteht aus einzelnen, nicht koaleszierten GaN-Kristalliten mit 1-4  $\mu\text{m}$  im Durchmesser, wobei ebenfalls keine systematische Abhängigkeit vom Fehlschnitt offensichtlich ist.

Aufgrund der kubischen Gitterstruktur des Siliziums bietet sich die Symmetrievorgabe durch die (001)-Oberfläche als Substratorientierung für epitaktisch gewachsene GaN-Schichten an, die aus der thermodynamisch ungünstigeren, kubischen Zinkblende-Struktur bestehen. Einige Arbeitsgruppen berichteten bereits über die erfolgreiche Realisierung solcher Schichten auf Si(001), eine Umsetzung in Bauelemente gelang jedoch wegen der zu schlechten Kristallqualität noch nicht [34, 35, 43].

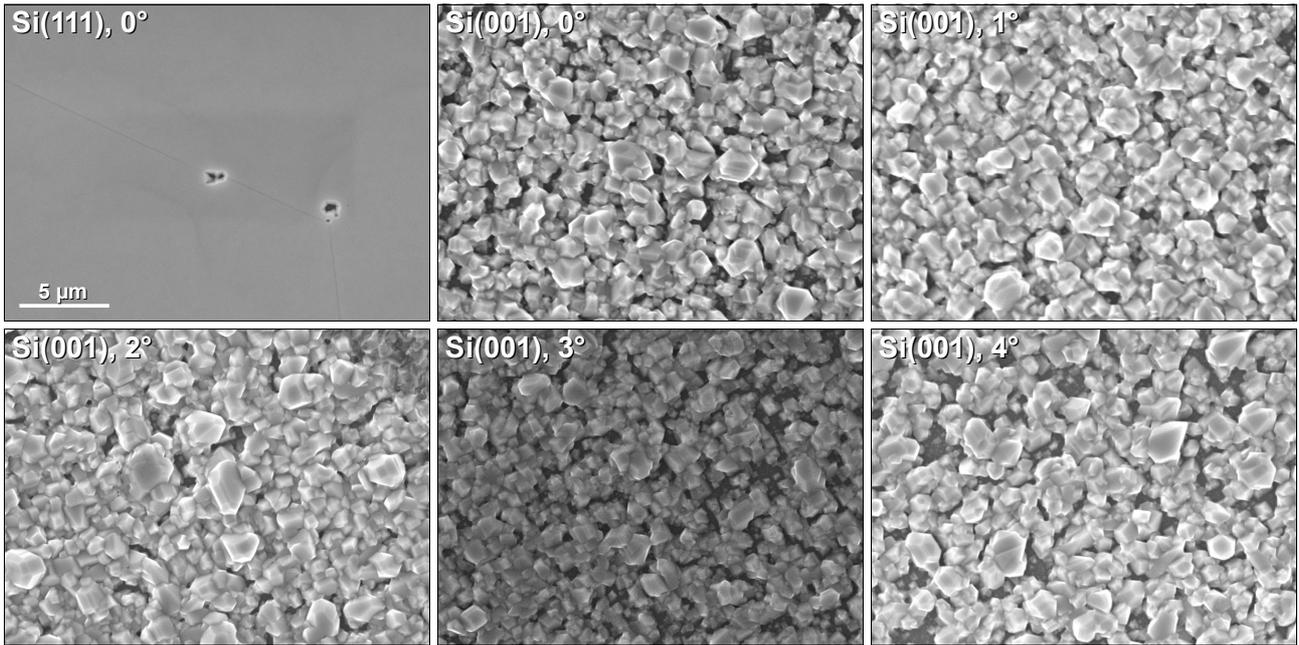


Abbildung 3.6: REM-Aufnahmen der Oberfläche von GaN auf vizinalem Si(001) bei einer Probenserie mit steigendem Winkel der Fehlorientierung von  $0^\circ$  bis  $4^\circ$ . Vergleichend die Oberfläche einer GaN-Schicht auf Si(111) bei identischen Wachstumsbedingungen.

Um die Teststrukturen auf das Vorhandensein eventueller Mischphasen aus kubischem und hexagonalem GaN in den Schichten zu untersuchen, wurden Röntgenbeugungsmessungen in Bragg-Brentano-Geometrie durchgeführt. Bei einer Einstrahldivergenz von  $2^\circ$  wurde über einen weiten Winkelbereich von  $30^\circ$ - $130^\circ$  ausgewertet. Damit wurde sichergestellt, dass kubische Einschlüsse,

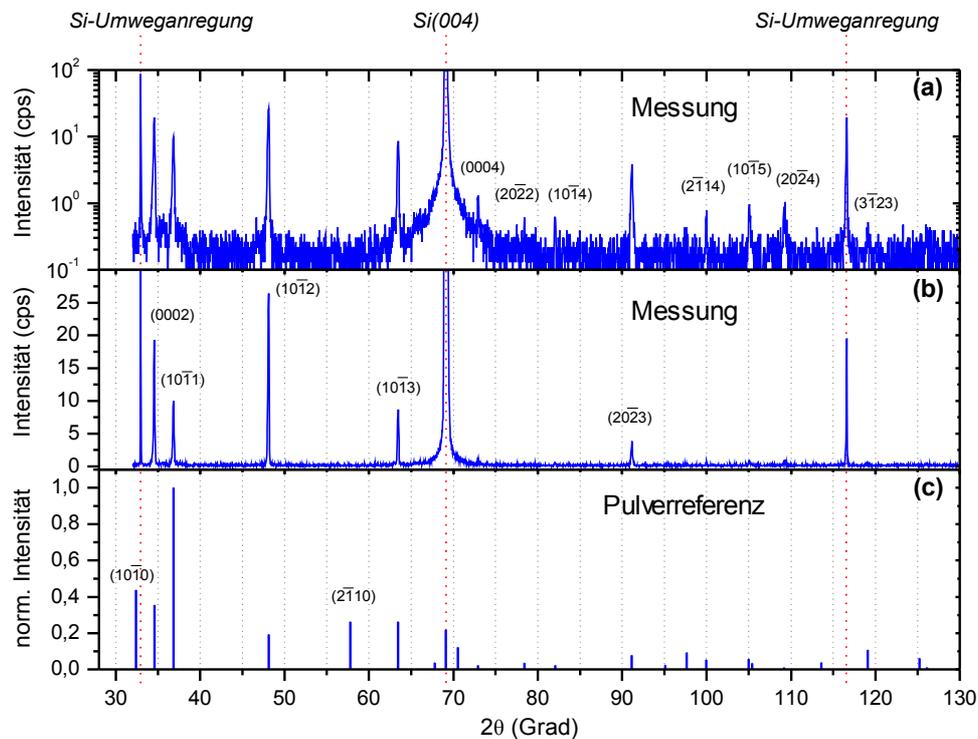


Abbildung 3.7: Intensitätsspektrum der  $\theta/2\theta$ -Röntgenbeugung in Bragg-Brentano-Geometrie an einer GaN-Teststruktur auf exakt orientiertem Si(001)-Substrat (a,b). Im Vergleich dazu die Referenz von hexagonalem GaN-Pulver (c).

unabhängig von einer möglichen Textur, als ein Intensitätsmaximum im Beugungsspektrum detektierbar wären, da einige niedrig indizierte Netzebenen des kubischen GaN zwangsläufig die Bragg-Bedingung erfüllen würden. In Abbildung 3.7 wird die entsprechende Messung einer auf exakt orientiertem Si(001) gewachsenen GaN-Schicht mit den Peakpositionen einer theoretischen Referenzprobe aus hexagonalem GaN-Pulver verglichen. Jedes aufzulösende Maximum lässt sich dabei eindeutig der hexagonalen Kristallstruktur zuordnen und indizieren. Zusätzliche Reflexe einer kubischen Phase treten jedoch nicht auf. Daraus folgt, dass bei den gewählten Wachstumsbedingungen das GaN ausschließlich in der Wurtzit-Struktur kristallisiert. Bemerkenswert ist zudem, dass trotz der nahezu pulverartigen Verteilung der GaN-Kristallite und der daraus resultierenden Vielzahl an gemessenen Reflexionen keine Kristallitorientierungen auftreten, bei denen die c-Achse parallel zur Substratoberfläche ausgerichtet ist. Insbesondere ist kein a-plane oder m-plane orientiertes GaN zu beobachten. Die zwei nicht mit der Pulverreferenz übereinstimmenden, schmalen Maxima bei  $2\theta = 32,98^\circ$  und  $2\theta = 116,6^\circ$  liegen in der azimuthalen Ausrichtung der Silizium-Substrate während der Messung in Si[110]-Richtung begründet und stammen von sogenannten Umweganregungen der kinematisch verbotenen Si(002)- bzw. Si(006)-Reflexe.

### 3.1.3. Einfluss von $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -Übergitterstrukturen im Puffer

Aus früheren Untersuchungen zum hetero-epitaktischen Wachstum von GaN auf anderen Substratmaterialien und -orientierungen, wie zum Beispiel auf Saphir oder Si(111), war bekannt, dass durch das Abscheiden von zusätzlichen  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -basierten Pufferschichten zwischen dem Substrat und der obenliegenden GaN-Schicht, die kristalline Qualität der für Bauelemente relevanten aktiven Bereiche positiv beeinflusst werden kann. Neben der Anwendung als Zwischenschichten zur Spannungskompensation [128, 85] und zur Reduktion der Versetzungsdichte [129] kann mit derartigen Schichtstrukturen auch eine Verbesserung in der Homogenität der Kristallitorientierung erreicht werden [130]. Darüber hinaus wurde bereits über die Realisierung einer GaN-Schicht auf der Si(001)-Substratorientierung berichtet, die auf einer Pufferschicht, bestehend aus einem 5-fach ( $\text{Al}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{N}/\text{GaN}$ )-Übergitter, mittels MOVPE abgeschieden wurde und eine sehr starke Präferenz der c-Achsenorientierung aufwies [131]. Um eine einheitlichere Ausrichtung der gewachsenen GaN-Kristallite auf den Si(001)-Substraten zu erzielen und somit ein eventuelles Koaleszieren der GaN-Schicht zu ermöglichen, wurden die eigenen Teststrukturen daher um eine Pufferschicht erweitert, welche aus einer solchen  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -Schichtstruktur besteht. In Abbildung 3.8 ist der schematische Aufbau der Teststrukturen mit Pufferschicht gezeigt. Der Einfluss von veränderten Schichtanordnungen oder Wachstumsbedingungen der Zwischenschichten auf die kristalline Qualität des GaN wurde an verschiedenen Probenserien untersucht, bei denen jeweils ein

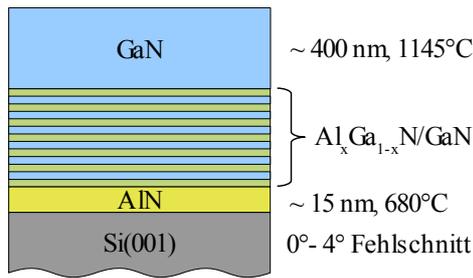


Abbildung 3.8: Schematischer Schichtaufbau der Proben mit integrierten  $Al_xGa_{1-x}N/GaN$ -Pufferschichten.

Parameter verändert wurde. Ein Übergitter aus nominell reinen, etwa 1,1 nm dicken AlN Zwischenschichten und etwa gleich dicken GaN-Schichten wurde bei der Standardwachstumstemperatur von 1145°C abgeschieden. Die c-Achsenorientierung der oberliegenden GaN-Hauptschicht nimmt dabei mit steigender Anzahl der Stapelpaare von 15 auf 60 Wiederholungen kontinuierlich zu, was durch den Intensitätsanstieg des GaN(0002)-Reflexes in Abbildung 3.9 verdeutlicht wird. Der Anteil der r-plane orientierten Kristallite, und somit die Intensität des GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Reflexes, verringert sich hingegen stetig. Eine große Anzahl von AlN/GaN-Grenzschichten, die bei hoher Wachstumstemperatur abgeschieden werden, begünstigt demnach das Erreichen einer c-Achsenorientierung des GaN [132]. Eine weitere Erhöhung der Grenzschichten auf 120 Paare bei nominell gleichen Wachstumsparametern an späteren Vergleichsproben führte jedoch zu keiner zusätzlichen Verbesserung in der Selektion der Orientierung und der polykristalline Charakter blieb erhalten. Die leichte Asymmetrie der Beugungsreflexe, die insbesondere an den GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Peaks auftritt, ist mit der  $K_{\alpha 1}$  und der  $K_{\alpha 2}$  Linie der Röntgenquelle zu begründen. Von der Probe mit den 60 (AlN/GaN)-Paaren wurde zusätzlich die Polfigur des GaN(0002)-Reflexes gemessen, um eine vollständige Bestimmung der auftretenden Orientierungen der c-Achse über den gesamten Winkelhalbraum über der Probenoberfläche zu erhalten (Abbildung 3.10). Demnach sind fast alle Kristallite dieser Probe mit ihrer c-Achse senkrecht zur Substratoberfläche ausgerichtet, was aus dem ausgeprägten globalen Intensitätsmaximum an der unverkippten Probenausrichtung abzuleiten ist. Daneben existiert ein kleiner Anteil, welcher eine Verkippung der c-Achse von 43° zur Oberflächennormalen aufweist. Die resultierenden vier lokalen Maxima stammen somit von r-plane orientierten Kristalliten; auf die auftre-

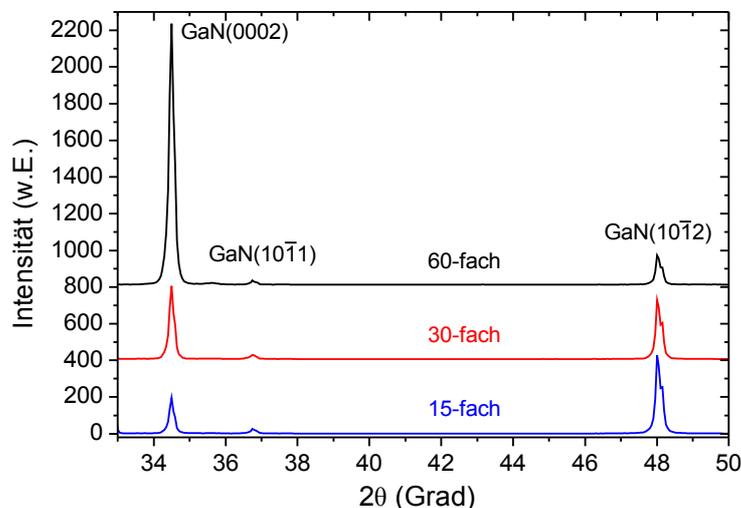


Abbildung 3.9: Röntgenbeugungsspektren einer Probenserie mit steigender Anzahl der (AlN/GaN)-Doppelschichten im Übergitter der Pufferschicht auf exakt orientiertem Si(001).

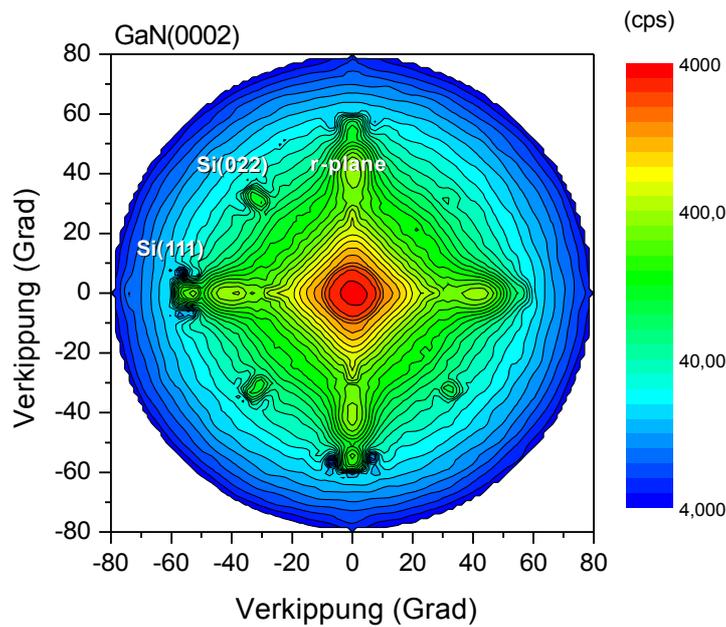


Abbildung 3.10: Röntgenbeugung-Polfigur des GaN(0002)-Reflexes einer GaN-Probe auf exakt orientiertem Si(001) mit einem 60-fach (AlN/GaN)-Übergitter in der Pufferschicht.

tende vierzählige azimutale Symmetrie wird später noch näher eingegangen\*. Die zu beobachtenden zusätzlichen, schmalen Reflexionspeaks, die sich auf Kreisen einer entsprechenden Verkipfung von  $45^\circ$  und  $53^\circ$  befinden, sind Si{022}- bzw. Si{111}-Substratreflexionen und liegen ausschließlich in der verwendeten Messanordnung begründet.

Die Oberflächenstruktur dieser Probe wurde mittels REM analysiert. Trotz der starken Präferenz der c-Achsenorientierung ist die GaN-Schicht jedoch noch nicht koalesziert, wie aus der Messung in Abbildung 3.11 deutlich wird, sondern weist eine Vielzahl von einzelnen Kristalliten auf [133]. Im Gegensatz zu den Proben ohne Pufferschicht bilden hier die Basalebenen einen ausgerichteten,

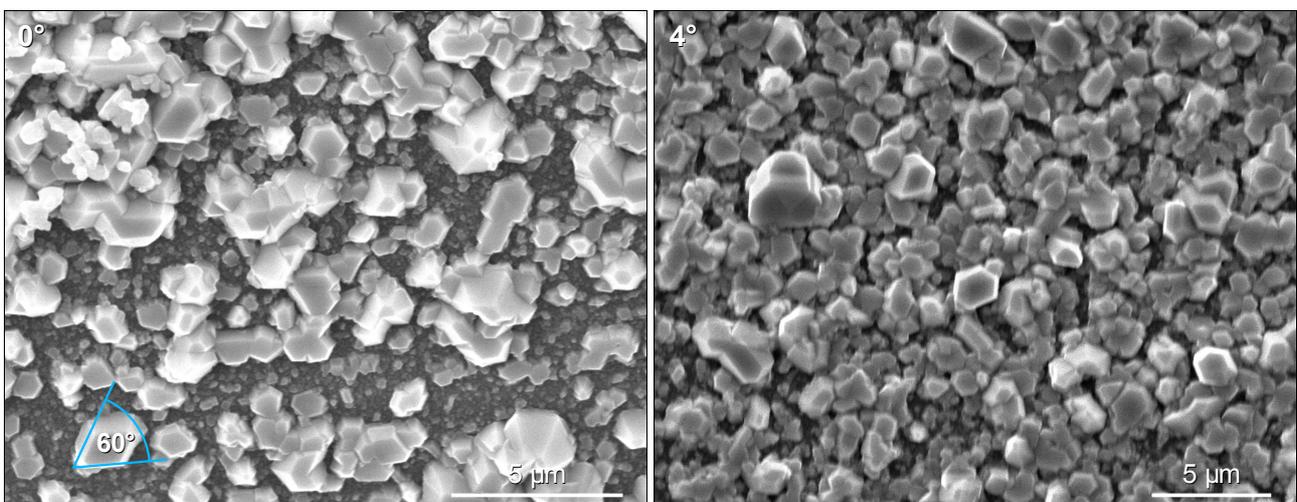


Abbildung 3.11: REM-Aufnahmen der Oberfläche von GaN auf Si(001) mit einem 60-fach (AlN/GaN)-Übergitter in der Pufferschicht bei einer Substrat-Fehlorientierung von  $0^\circ$  (links) und von  $4^\circ$  (rechts).

\* der theoretische Winkel zwischen der GaN(0001)- und der GaN( $10\bar{1}2$ )-Ebene beträgt bei unverspanntem GaN  $43,19^\circ$

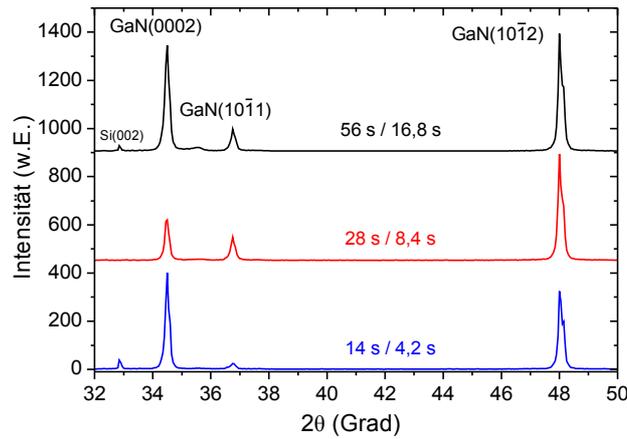


Abbildung 3.12: Röntgenbeugungsspektren einer Probenserie mit proportional steigenden Wachstumszeiten der Einzelschichten eines 30-fach (AlN/GaN)-Übergitters auf exakt orientiertem Si(001) (rechts).

einheitlichen oberen Abschluss der Kristallite, und die  $60^\circ$  großen Winkel zwischen den Seitenkanten weisen auf die hexagonale Wurtzitstruktur des GaN hin. Die Probenstruktur wurde identisch auf einem vizinalen Substrat mit  $4^\circ$  Fehlorientierung abgeschieden, um einen eventuellen Einfluss der Oberflächenrekonstruktion zu untersuchen. Sowohl röntgenografisch (Abbildung 6.7), als auch in den vergleichend dargestellten REM-Untersuchungen waren jedoch keine wesentlichen Änderungen der Schichtqualität festzustellen.

Die Dicke der Zwischenschichten, welche den Relaxations- und den Koaleszierungsgrad der Pufferschichten beeinflusst, wurde durch eine proportionale Steigerung der Depositionszeit der Einzelschichten eines 30-fach Übergitters erhöht, so dass das Dickenverhältnis von AlN zu GaN etwa konstant blieb. Dabei konnte gemäß Abbildung 3.12 ebenfalls kein offensichtlicher Zusammenhang zwischen der Wachstumszeit und der Orientierung der GaN-Kristallite beobachtet werden.

Um den Einfluss der Wachstumstemperatur des Übergitters auf die kristallinen Eigenschaften des GaN zu untersuchen, wurde diese innerhalb einer Probenserie um 195 K variiert, und die

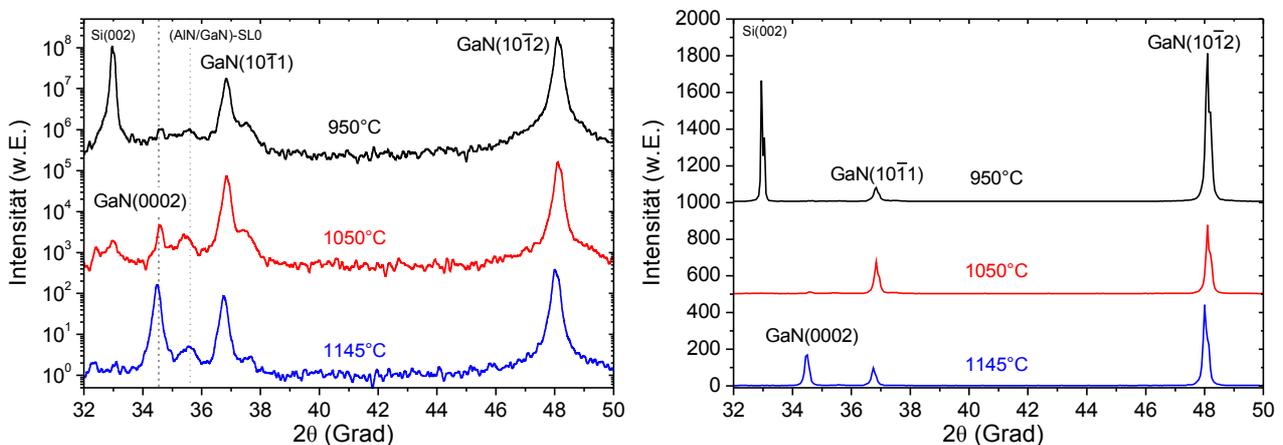


Abbildung 3.13: Röntgenbeugungsspektren einer Probenserie mit unterschiedlichen Wachstumstemperaturen eines 30-fach (AlN/GaN)-Übergitters in der Pufferschicht auf exakt orientiertem Si(001).

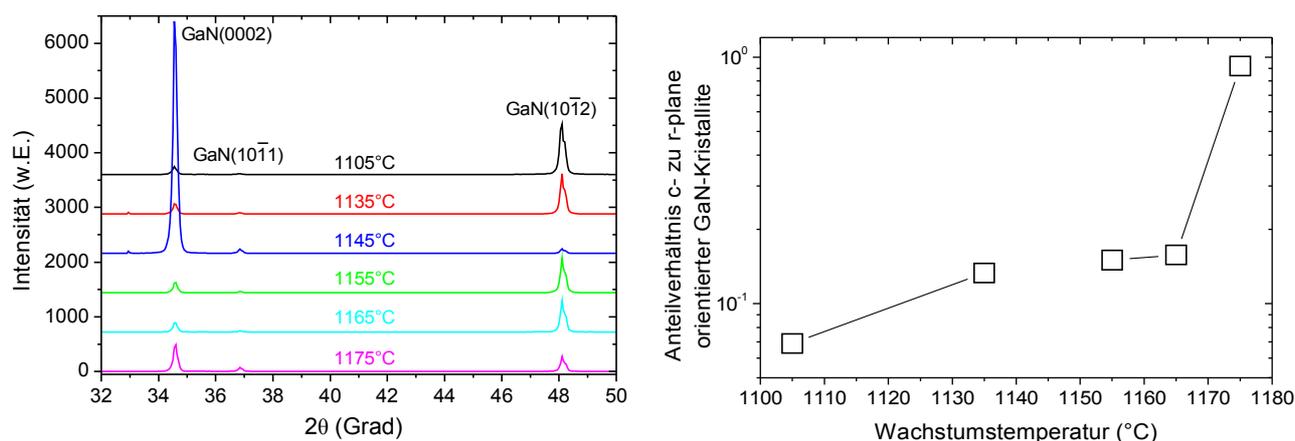


Abbildung 3.14: Röntgenbeugungsspektren einer Probenreihe mit unterschiedlichen Wachstumstemperaturen eines 30-fach (AlN/GaN)-Übergitters in der Pufferschicht auf exakt orientiertem Si(001) (links) und das Anteilverhältnis\* von c- zu r-plane orientierten Kristalliten in Abhängigkeit der Temperatur (rechts).

entsprechenden Röntgenbeugungsspektren sind in Abbildung 3.13 dargestellt. Mit sinkender Depositionstemperatur nimmt demnach der Anteil der c-achsenorientierten GaN-Kristallite kontinuierlich ab, und bei 950°C ist der zugehörige GaN(0002)-Reflex dann fast völlig verschwunden, während die Intensitätsanteile der anderen im Winkelbereich detektierbaren Orientierungen (m-, s- und r-plane) etwa unverändert bleiben. Damit der Effekt der Zunahme der c-Achsenorientierung bei höheren Depositionstemperaturen verifiziert werden konnte, wurde in einer späteren Probenreihe die Wachstumstemperatur des Übergitters in kleineren Schrittwerten weiter bis auf 1175°C erhöht. Ein außergewöhnliches und nicht stetiges Verhalten war dabei, trotz der fortlaufenden Wachstumsdurchgänge innerhalb der Serie, bei der Probe mit 1145°C zu beobachten, bei der eine stark ausgeprägte Dominanz der c-Achsenorientierung auftrat (Abbildung 3.14) [132]. Wiederholungsdurchgänge mit identischen Abscheideparametern konnten diesen Effekt jedoch nicht reproduzieren, weshalb sich noch weitere Wachstumsbedingungen bei dieser speziellen Probe zusätzlich geändert haben mussten. Die genaue Ursache für dieses einmalige Verhalten konnte jedoch nicht zweifelsfrei ermittelt werden. Es beweist aber, dass es bei richtiger Wahl der Parameter prinzipiell möglich ist, eine solche Textur zu erreichen. Betrachtet man nur die anderen Proben der Serie, so bestätigt sich zudem der generelle Trend, dass bei höheren Abscheidetemperaturen des Puffers das Intensitätsverhältnis von GaN(0002)- zur GaN(101̄2)-Reflexion, und somit der Anteil\* der c-Achsenorientierung, zunimmt.

Bei der Probe, deren Puffer bei 1145°C gewachsen wurde, sind näherungsweise 95% der Kristallite mit der Basalebene parallel zur Substratoberfläche ausgerichtet. Eine m-plane Orientierung ( $2\theta = 32,4^\circ$ ) in den restlichen, pulverartigen Anteilen oder kubische Einschlüsse können auch bei dieser Probe nicht aufgelöst werden, bzw. die gemessene Peakintensität ist in der Größe der Rauschamplitude (Abbildung 3.15). Trotz dieser Textur ist die GaN-Schicht der Probe noch nicht

\* Bei der Abschätzung wird das um den Faktor 1,84 höhere Streuvermögen der GaN(0002)-Ebenen berücksichtigt. Die ausgeleuchtete Probenfläche ist durch eine automatische Blendenkorrektur winkelnunabhängig. Unterschiede in der diffusen Streuung oder vertikale Inhomogenitäten der Kristallitanteile in der Schicht werden vernachlässigt.

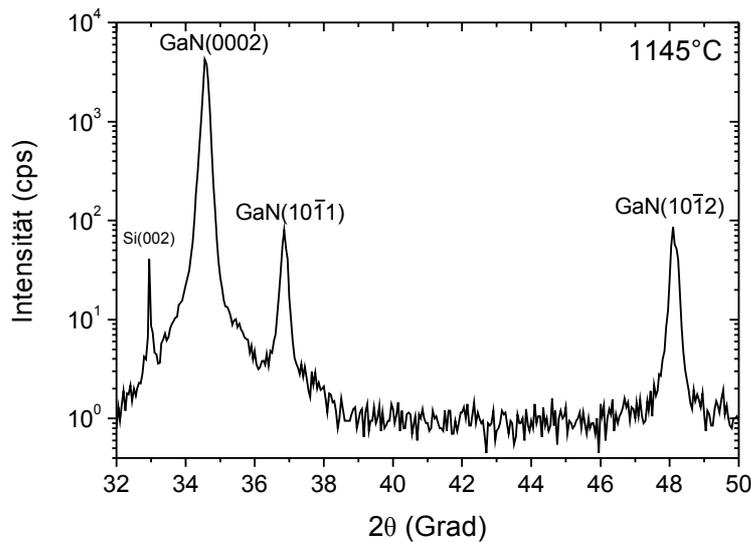


Abbildung 3.15: Röntgenbeugungsspektrum einer GaN-Schicht auf exakt orientiertem Si(001) mit einem bei 1145°C gewachsenen 30-fach (AlN/GaN)-Übergitter in der Pufferschicht.

koalesziert, und die Oberfläche ist optisch nicht glatt. Die REM-Aufnahme in Abbildung 3.16 zeigt eine Vielzahl von einzelnen, etwa 1-2  $\mu\text{m}$  großen Kristalliten mit unregelmäßigen hexagonalen Deckflächen.

Die azimutale Ausrichtung der GaN-Kristallite wurde mittels Röntgenbeugung unter streifendem Einfall untersucht. Bei einer völlig stochastischen Verteilung der GaN-Orientierungen in der Ebene ist keine Winkelabhängigkeit der gebeugten Intensität von der Probenausrichtung zu erwarten, sondern ein konstanter Verlauf des Messsignals, welches eventuell von einer schwachen, sinusförmigen Schwankung, aufgrund der sich leicht ändernden Einstrahlbedingungen, überlagert ist. Eine monokristalline, c-achsenorientierte GaN-Schicht besitzt eine sechszählige Rotationssymmetrie der Kristallstruktur in der Basalebene, weshalb bei der Drehung um die Oberflächennormale und der Beugung an den GaN $\{10\bar{1}0\}$ -Ebenen genau sechs schmale Interferenzmaxima auftreten.

Die entsprechende Messkurve der gewachsenen Probe in Abbildung 3.17 zeigt jedoch 12 lokale

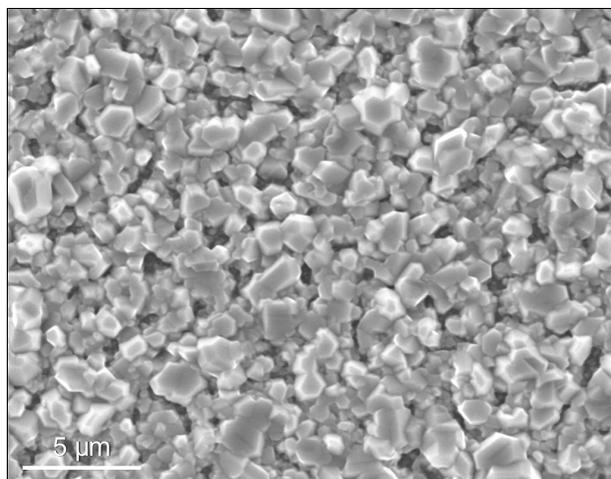


Abbildung 3.16: REM-Aufnahme der Oberfläche einer GaN-Schicht auf exakt orientiertem Si(001) mit einem bei 1145°C gewachsenen 30-fach (AlN/GaN)-Übergitter in der Pufferschicht.

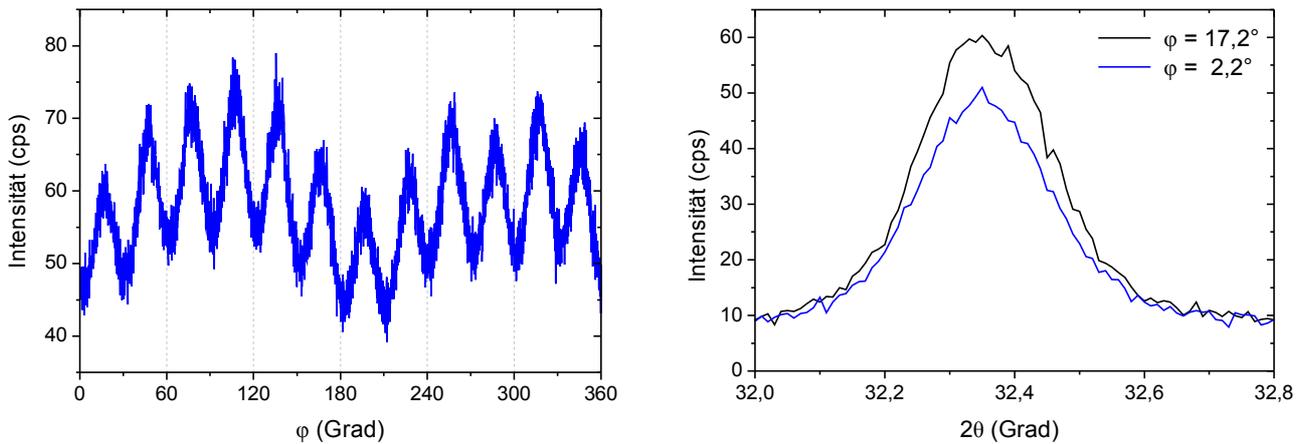


Abbildung 3.17: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scan um die Oberflächennormale am  $\text{GaN}(10\bar{1}0)$ -Reflex unter streifendem Einfall (links) und die zugehörigen  $\theta/2\theta$ -scans an den  $\text{GaN}(10\bar{1}0)$ -Netzebenen bei einer azimuthalen Ausrichtung am lokalen Minimum bzw. Maximum des  $\phi$ -scans (rechts) einer GaN-Schicht mit einer 30-fach (AlN/GaN)-Pufferschicht ( $1145^\circ\text{C}$ ) auf exakt orientiertem Si(001).

Maxima im periodischen Winkelabstand von  $\Delta\phi = 30^\circ$ , die aber nur etwa 30% intensitätsreicher sind als ein untergrundkorrigiertes Basisniveau [132]. Daraus folgt, dass zwei azimuthale Kristallit-ausrichtungen existieren, die eine leichte Präferenz gegenüber einer rein statistischen Verteilung besitzen und um  $30^\circ$  gegeneinander verdreht sind. Diese beiden Ausrichtungsmöglichkeiten sind gleich wahrscheinlich bevorzugt und wegen  $\phi = 0^\circ \parallel \text{Si}[110]$  sind sie gekennzeichnet durch  $\text{GaN}[10\bar{1}0] \parallel \text{Si}[110]$  und  $\text{GaN}[11\bar{2}0] \parallel \text{Si}[110]$ . Sie zeigen röntgenografisch im Vergleich zu den rein statistisch verteilten Ausrichtungen jedoch keine Verbesserung der kristallinen Qualität oder eine Zunahme der Korngrößen. Zudem ist keine Veränderung des Verspannungszustandes festzustellen, wie aus den identischen Halbwertsbreiten und Peaklagen in den zugehörigen vergleichenden  $\theta/2\theta$ -Messungen am lokalen Minimum bzw. Maximum des  $\phi$ -scans abzuleiten ist (Abbildung 3.17).

Um die strukturellen Vorgaben des Puffers in der Grenzschicht zwischen dem 30-fach

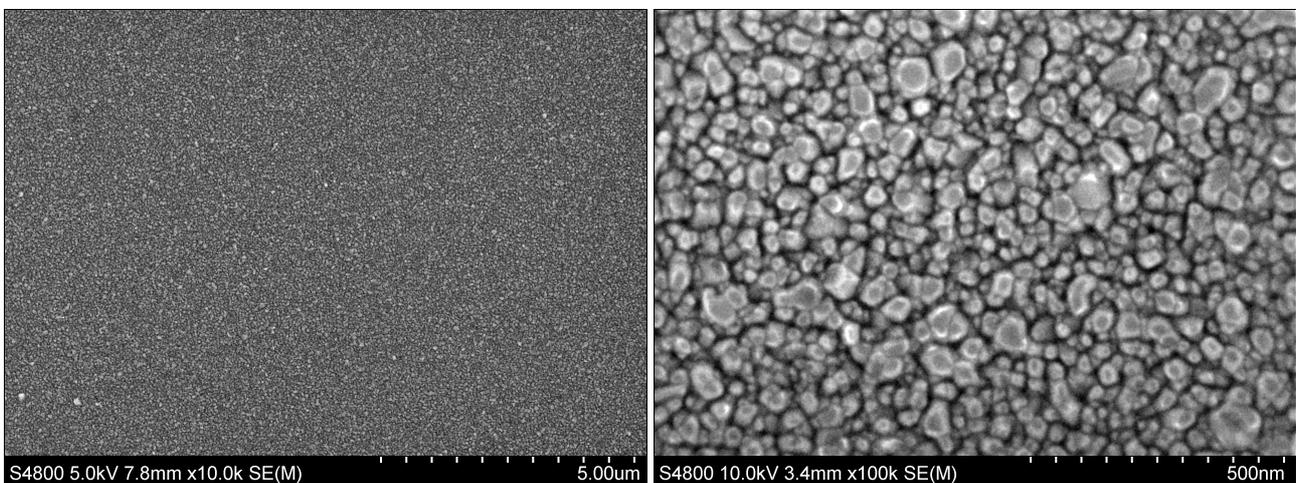


Abbildung 3.18: FE-REM-Aufnahme der Oberfläche einer bei  $1145^\circ\text{C}$  gewachsenen 30-fach (AlN/GaN)-Pufferschicht auf exakt orientiertem Si(001).

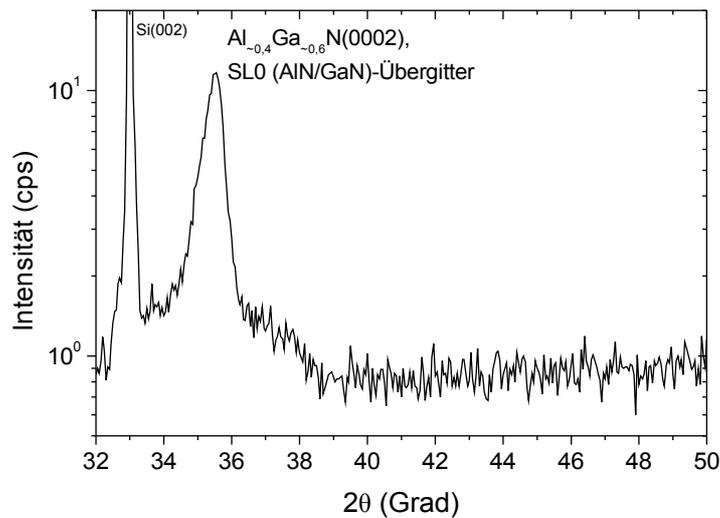


Abbildung 3.19: Röntgenbeugungsspektrum einer bei 1145°C gewachsenen 30-fach (AlN/GaN)-Pufferschicht auf exakt orientiertem Si(001).

(AlN/GaN)-Übergitter und der GaN-Hauptschicht zu untersuchen, wurde das Wachstum einer Teststruktur nach dem Abscheiden der Pufferschicht abgebrochen. Die Oberfläche dieser Teststruktur erscheint im Gegensatz zu den Proben mit anschließender GaN-Schicht optisch glatt und spiegelnd. In hochauflösenden FE-REM-Messungen zeigt sich jedoch, dass auch diese Schichtstruktur nicht koalesziert ist, sondern aus einzelnen, nur etwa 20-70 nm kleinen Kristalliten besteht (Abbildung 3.18). Diese sind aber bereits fast ausschließlich mit ihren c-Achsen senkrecht zur Substratoberfläche ausgerichtet. Das dominante Intensitätsmaximum bei  $2\theta = 35,5^\circ$  im zugehörigen Röntgenbeugungsspektrum in Abbildung 3.19 korreliert daher mit den hexagonalen Deckflächen und den  $60^\circ$  Winkeln zwischen den Kristallitkanten. Andere Orientierungen, wie sie bei der darüber gewachsenen GaN-Hauptschicht nachgewiesen wurden, sind im Untergrundrauschen aufgrund der geringen Intensität nicht aufzulösen. Wegen der unterschiedlichen Größen der einzelnen Kristallite in der Pufferschicht befinden sich die (AlN/GaN)-Grenzschichten nicht an der jeweils gleichen Position über der Substratoberfläche, sondern die Pufferstruktur weist vielmehr eine über die Probenfläche statisch ungeordnete Höhenverteilung von nicht ideal glatten Grenzflächen auf. Aufgrund der nominell nur 1 nm dicken Einzelschichten und der stark asymmetrischen Peakform mit einer Halbwertsbreite von  $\Delta 2\theta = 0,6^\circ$  ist zudem eine Durchmischung der Verbindungen und die Bildung einer  $\text{Al}_{0,4}\text{Ga}_{0,6}\text{N}$ -Legierung mit großen Konzentrationsfluktuationen wahrscheinlich. Weder in Röntgenbeugungs- noch in Röntgenreflexionsmessungen konnten Gesamtschichtdicken-Oszillationen oder Übergitterreflexe höherer Ordnung des Schichtsystems detektiert werden, auch nicht bei identischen, simultan gewachsenen Proben auf Si(111)-Substraten, wodurch diese Annahmen bestärkt werden.

Der Quotient aus lateraler und vertikaler Wachstumsgeschwindigkeit von Gruppe-III-Nitrid-Kristallen kann durch eine Änderung des V-III-Verhältnisses während des MOVPE-Wachstums beeinflusst werden [134]. Um den Koaleszierungsgrad der Pufferschicht zu erhöhen, wurde daher in

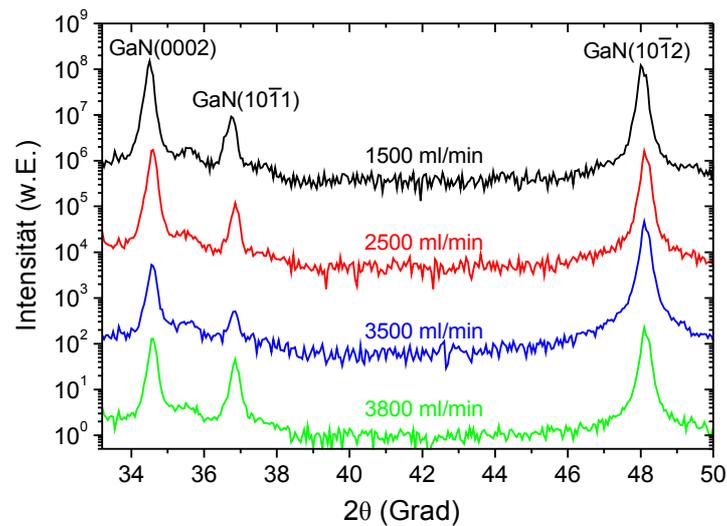


Abbildung 3.20: Röntgenbeugungsspektren einer Probenserie auf exakt orientiertem Si(001) mit unterschiedlichem Ammoniak-Fluss während des Wachstums einer 30-fach (AlN/GaN)-Pufferschicht.

einer Probenserie der Ammoniak-Fluss beim Abscheiden des Übergitters gesteigert, wodurch das laterale Wachstum bevorzugt wird. Eine Verbesserung der kristallinen Qualität der GaN-Hauptschicht konnte jedoch nicht erreicht werden, bzw. es konnte innerhalb der Probenserie kein direkter Zusammenhang festgestellt werden (Abbildung 3.20).

### 3.1.4. Gesputterte AlN-Keimschichten

Die Sputterdeposition ist ein anderes mögliches Wachstumsverfahren, um Gruppe-III-Nitride auf Fremdsubstraten kristallin abzuscheiden. Durch eine geeignete Wahl der Prozessparameter kann dabei die auftretende kristallographische Orientierung der Kristallite gezielt verändert werden [135]. Insbesondere konnte sowohl für GaN-Schichten [136] als auch für AlN-Schichten [137], welche beide auf Si(001)-Substraten abgeschieden wurden, eine starke Textur mit einer c-Achsenausrichtung realisiert werden. Um die kristallographischen Symmetrievorgaben der AlN-Keimschicht für das MOVPE-Wachstum der GaN-Hauptschicht zu verbessern, wurde ein zweistufiger Herstellungsprozess der Proben angewendet. Dafür wurde durch einen externen, industriellen Partner (PT&B) eine etwa 20 nm dicke AlN-Schicht mittels Sputterdeposition auf einem exakt orientierten Si(001)-Substrat abgeschieden. Das AlN sollte eine präferierte c-Achsenorientierung aufweisen, um anschließend, in einem zweiten Prozess-Schritt, als Keimschicht für das epitaktische Wachstum des GaN zu dienen.

Die kristalline Ausrichtung und die Qualität der gesputterten AlN-Schicht wurden mittels Röntgenbeugung analysiert (Abbildung 3.21). Aus den gemessenen Intensitätsverhältnissen der Reflexionen kann wegen der sehr divergenten Einstrahlung des Röntgenlichtes von etwa 2° abgeschätzt werden, dass die Schicht zwar nicht einkristallin aufgewachsen ist, aber eine dominante Textur

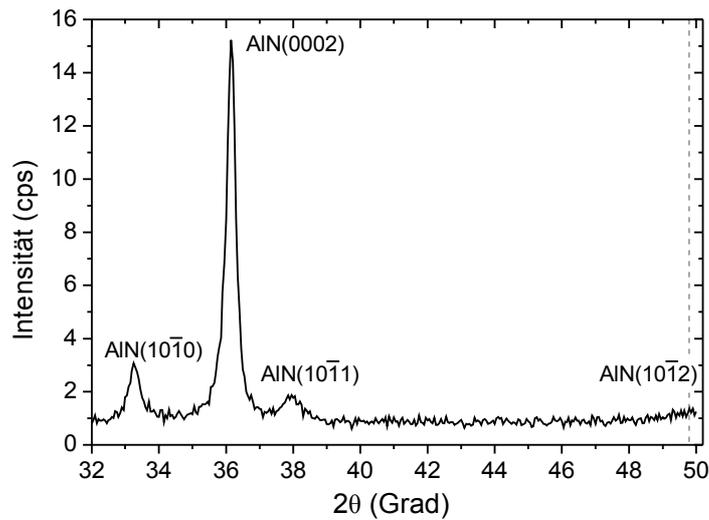


Abbildung 3.21: Röntgenbeugungsspektrum einer mittels Sputterdeposition gewachsenen AlN-Keimschicht auf exakt orientiertem Si(001).

aufweist, bei der die Kristallite mit den c-Achsen senkrecht zum Substrat orientiert sind. Die Schicht war zudem unter dem Lichtmikroskop geschlossen und spiegelnd glatt.

Die AlN/Si(001)-Templates wurden in Isopropanol und Aceton im Ultraschallbad gereinigt, jedoch nicht, wie sonst üblich, in  $\text{H}_2\text{O}_2$ : $\text{H}_2\text{SO}_4$  und HF-Säure angeätzt. Vor dem eigentlichen GaN-Wachstum wurden die Proben im MOVPE-Reaktor für 5 min unter  $\text{H}_2$ -Atmosphäre bei  $1145^\circ\text{C}$  und 100 mbar ausgeheizt. Auf die so behandelte, gesputterte AlN-Keimschicht wurde anschließend eine Pufferschicht aus einem 30-fach (AlN/GaN)-Übergitter bei  $1145^\circ\text{C}$  abgeschieden, gefolgt von der 400 nm dicken GaN-Hauptschicht.

Durch die Verwendung dieses zweistufigen Herstellungsverfahrens aus Sputterdeposition und anschließender MOVPE konnte der Anteil der GaN-Kristallite mit c-Achsenorientierung gegenüber

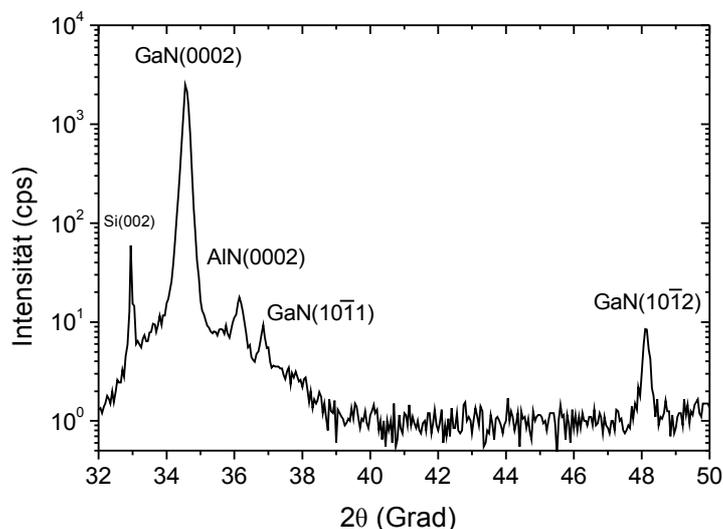


Abbildung 3.22: Röntgenbeugungsspektrum einer mittels MOVPE gewachsenen GaN-Schicht auf einem exakt orientierten Si(001)-Template mit einer gesputterten AlN-Keimschicht.

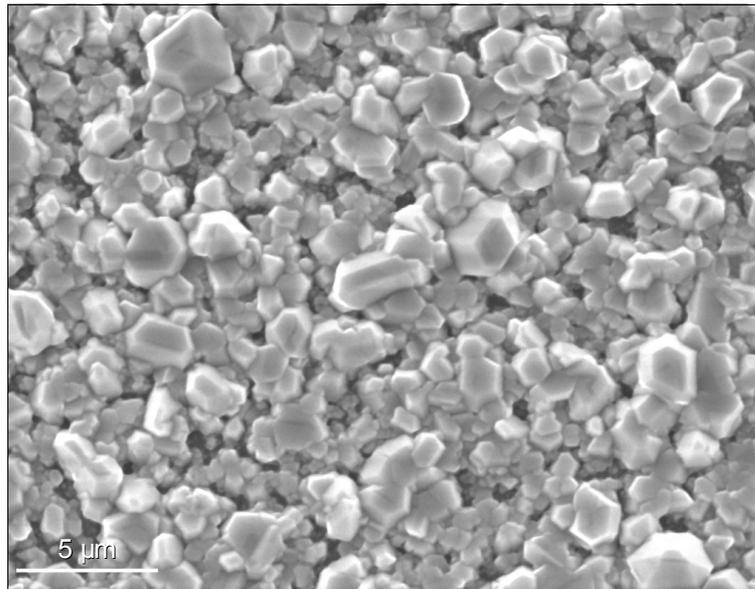


Abbildung 3.23: REM-Aufnahme der Oberfläche einer GaN-Schicht auf exakt orientiertem Si(001) mit einer gesputterten AlN-Keimschicht.

den Proben, welche nur mit Übergitterstruktur gewachsen wurden, signifikant gesteigert werden, wie aus dem Vergleich der jeweiligen Peakintensitäten des GaN(0002)-Reflexes mit den anderen Röntgenbeugungsreflexen abzuleiten ist (Abbildung 3.22). Die GaN-Schichten waren jedoch nicht koalesziert und optisch sogar rauer als im reinen MOVPE-Verfahren.

Die Oberfläche einer GaN-Schicht auf gesputtertem AlN wurde mittels REM analysiert und ist in Abbildung 3.23 dargestellt. Die Schicht besteht aus durchschnittlich 0,5-5 µm großen, c-achsenorientierten Kristalliten, was durch die auftretenden typischen 60° Winkel der Basalebene der Wurtzitstruktur verdeutlicht wird. Aufgrund der unterschiedlichen azimuthalen Ausrichtungen der Kristallite bildet sich jedoch eine Vielzahl von Korngrenzen und ein monokristallines Zusammenwachsen der GaN-Schicht wird dadurch unterbunden. Die Verdrehungen weisen keine Korrelation

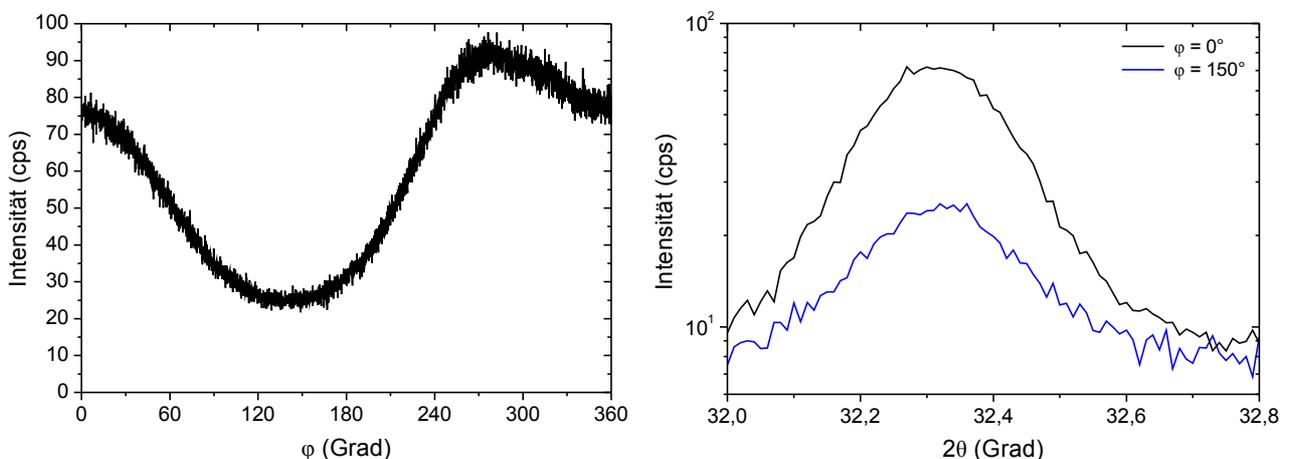


Abbildung 3.24: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scan um die Oberflächennormale an der GaN( $10\bar{1}0$ )-Reflexion unter streifendem Einfall (links) und zugehörige  $\theta/2\theta$ -scans bei zwei um 150° verdrehten azimuthalen Ausrichtungen an den GaN( $10\bar{1}0$ )-Netzebenen (rechts) einer GaN-Schicht auf Si(001) mit gesputterter AlN-Keimschicht.

zur Substratorientierung auf und sind völlig statistisch verteilt. Im Röntgenbeugungs- $\phi$ -scan an der GaN(10 $\bar{1}$ 0)-Reflexion unter streifendem Einfall in Abbildung 3.24 sind daher keine lokalen Beugungsmaxima zu messen, sondern nur ein sinusförmiger Intensitätsverlauf. Dieser ist auf eine unterschiedlich große ausgeleuchtete Probenfläche und einen sich leicht ändernden Einfallswinkel während der Drehung um die Oberflächennormale zurückzuführen, da die Probe nur aus einem halben 2-Zoll-Wafer bestand und nicht völlig eben auflag. Die entsprechenden  $\theta/2\theta$ -scans an den Positionen des Intensitätsmaximums und des -minimums des  $\phi$ -scans ergaben keinen Unterschied im Spannungszustand oder in der Peakhalbwertsbreite.

Der Ansatz eines kombinierten Herstellungsprozesses mit einer gesputterten AlN-Keimschicht und einem mittels MOVPE gewachsenen GaN-Schichtsystem ist demnach nur dann für die Realisierung von einkristallinen Schichten geeignet, wenn durch eine eventuelle Verbesserung der Keimschichtqualität eine zusätzliche azimutale Vorzugsrichtung des AlN erreicht wird.

### 3.1.5. Einfluss von Niedertemperatur-AlN-Zwischenschichten

Aus früheren Untersuchungen zum MOVPE-Wachstum von Gruppe-III-Nitriden war bekannt, dass AlN-basierte Zwischenschichten in einem GaN-Puffer, welche bei niedrigen Temperaturen von unterhalb etwa 800°C abgeschieden wurden, bereits nach relativ geringen Schichtdicken von 10-20 nm eine sehr hohe Defektdichte aufweisen und inkohärent zum GaN aufwachsen [85, 86]. Die nachfolgenden GaN-Schichten besitzen dann aber wieder eine hohe oder sogar bessere kristalline Qualität als das unterliegende, vor der AlN-Schicht gewachsene GaN [129, 138]. Des Weiteren wurde bereits gezeigt, dass selbst auf polykristallinen Niedertemperatur(LT)-AlN-Keimschichten einkristalline GaN-Schichten realisiert werden können ( $T < \sim 950^\circ\text{C}$  [15, 139],  $T < 760^\circ\text{C}$  [140]).

Daher wurde an den Schichtstrukturen auf Si(001)-Substraten der Einfluss solcher Niedertemperatur-AlN-Zwischenschichten untersucht, welche in eine GaN-Pufferstruktur integriert waren. In

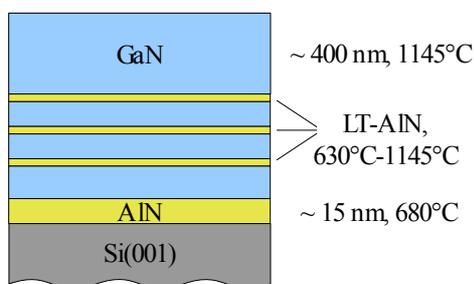


Abbildung 3.25: Schematischer Schichtaufbau der Proben mit LT-AlN-Zwischenschichten.

den Studien der eigenen Arbeitsgruppe zum Wachstum von GaN auf Si(111) hatte sich eine Abscheidetemperatur des AlN von 630°C als effektiv erwiesen, weshalb in den Probenreihen diese Temperatur standardmäßig für die Zwischenschichten verwendet wurde.

Der Relaxationsgrad der AlN-Schichten wurde durch eine Verlängerung der Depositionszeit von 0-120 s beeinflusst, wobei bei der Probe mit 120 s bereits ein völlig entspanntes Aufwachsen des AlN auf dem GaN zu erwarten war [85]. Die Proben zeigten innerhalb der Serie jedoch keine systematische Abhängigkeit der

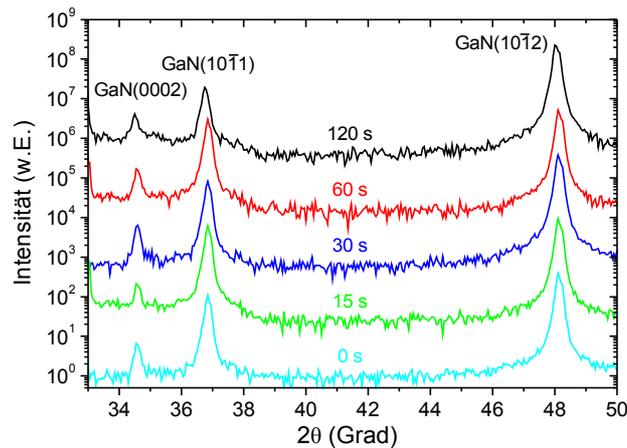


Abbildung 3.26: Röntgenbeugungsspektren von GaN-Proben auf exakt orientiertem Si(001) mit einer LT-AlN-Zwischenschicht (630°C) in der Pufferstruktur unter Variation der Wachstumszeit.

Schichtqualität und die polykristalline Struktur blieb erhalten (Abbildung 3.26). Die Probenoberflächen waren nicht koalesziert und optisch sehr rau. Eine Erhöhung der Anzahl der AlN-Zwischenschichten (630°C, 120 s) von 0 auf 10 hatte ebenfalls keinen Einfluss auf die Texturierung der GaN-Kristallite. Eine kontinuierliche Zunahme der Halbwertsbreite der Reflexionspeaks in den Röntgenbeugungsmessungen mit steigender Schichtanzahl kann durch die resultierende erhöhte Anzahl der entkoppelten GaN-Schichten im Puffer erklärt werden, welche somit jeweils einen etwas anderen Verspannungszustand aufweisen können [85, 141]. Besonders am GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Reflex wird dieser Effekt durch eine Peakverbreiterung von  $\Delta 2\theta = 0,19^\circ$  ohne Schicht auf  $\Delta 2\theta = 0,26^\circ$  bei 10 AlN-Schichten deutlich (Abbildung 3.27). In zwei weiteren Probenserien wurden die Wachstumstemperatur bzw. der nominelle vertikale Abstand der AlN-Zwischenschichten im GaN-Puffer variiert. Aus den entsprechenden Röntgenbeugungsmessungen in Abbildung 3.28 konnte jedoch ebenfalls kein systematischer Einfluss auf die kristallinen Eigenschaften der Proben abgeleitet werden.

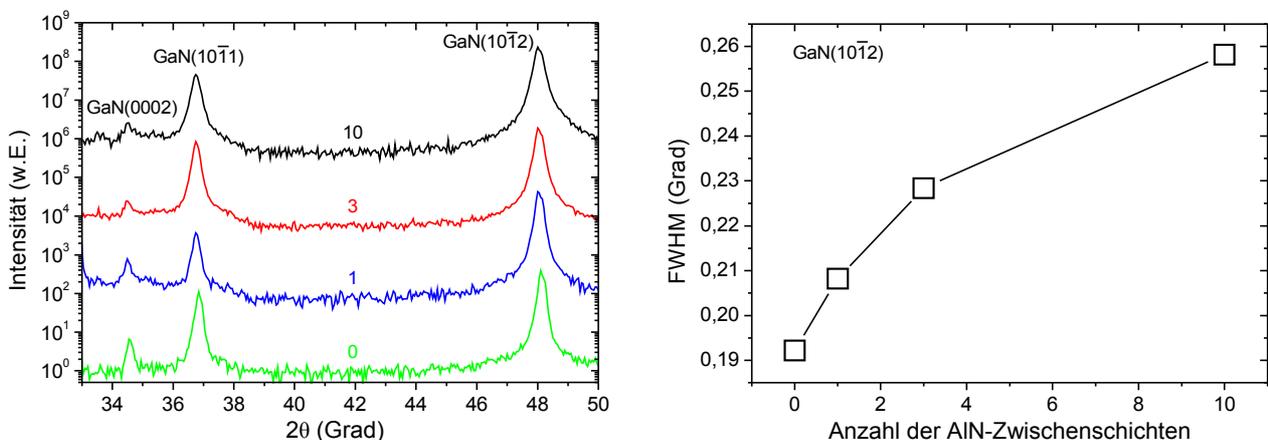


Abbildung 3.27: Röntgenbeugungsspektren einer Probenserie auf exakt orientiertem Si(001) mit steigender Anzahl von LT-AlN-Zwischenschichten (630°C) in der Pufferstruktur (links) und Entwicklung der Halbwertsbreite des GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Reflexes (rechts).

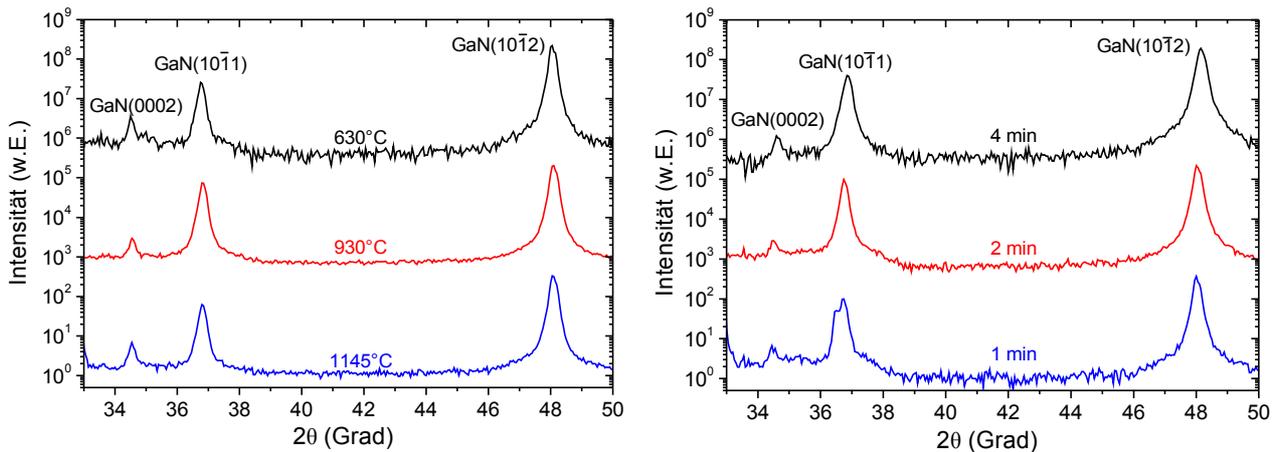


Abbildung 3.28: Röntgenbeugungsspektren einer Probenreihe mit unterschiedlichen Wachstumstemperaturen einer LT-AlN-Zwischenschicht (links) und mit einer Variation des nominellen Abstandes von drei Zwischenschichten durch Erhöhung der GaN-Wachstumszeit in der Pufferteilschicht (rechts).

Um die Auswirkungen der LT-AlN-Zwischenschichten auf die Kristallqualität besser analysieren zu können, wurde das Wachstum einer Teststruktur nach dem Abscheiden der Pufferschicht abgebrochen. Die Oberfläche dieser Probe mit drei LT-AlN-Schichten wurde mittels FE-REM untersucht und ist in Abbildung 3.29 dargestellt. Demnach besteht die Pufferschicht aus etwa 0,5-1  $\mu\text{m}$  großen Kristalliten und besitzt eine ungeordnete Oberflächenstruktur. Diese ist der Oberfläche der GaN-Schichten auf Si(001) sehr ähnlich, die ohne zusätzliche Pufferstrukturen aufgewachsen wurden, jedoch mit etwas kleineren Kristallitdurchmessern. Daraus ist abzuleiten, dass die erste GaN-Teilschicht des Puffers bereits die Orientierungsverteilung der Kristallite vorgibt und die nachfolgenden Schichten diese übernehmen und somit nur die Größe der Kristallite weiter anwächst. Das Röntgenbeugungsspektrum des Puffers in Abbildung 3.30 bestätigt diese Annahme, da es zu den Spektren der Proben mit GaN-Hauptschicht bis auf einen Skalierungsfaktor nahezu identisch ist und das

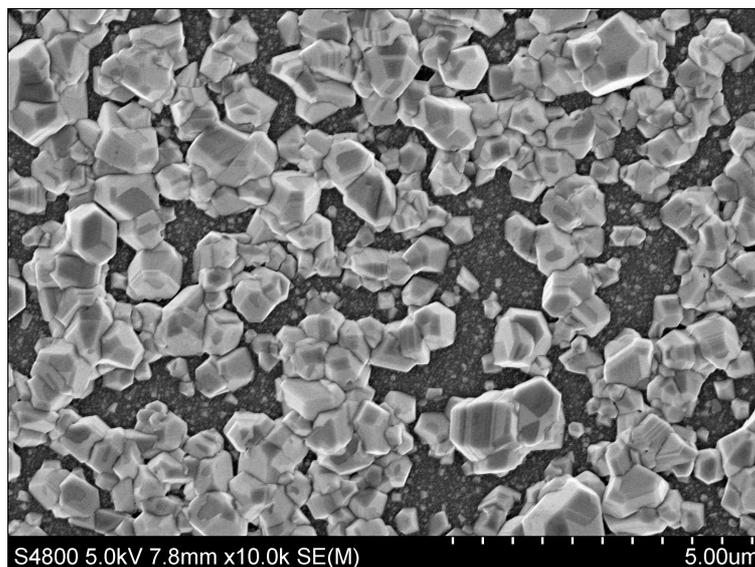


Abbildung 3.29: FE-REM-Aufnahme der Oberfläche einer GaN-Pufferstruktur mit drei LT-AlN-Zwischenschichten auf exakt orientiertem Si(001).

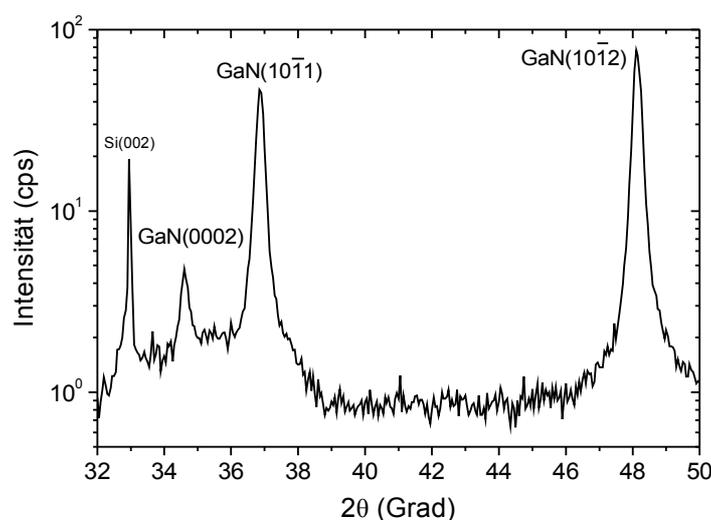


Abbildung 3.30: Röntgenbeugungsspektrum einer GaN-Pufferstruktur mit drei LT-AlN-Zwischenschichten auf exakt orientiertem Si(001).

gleiche Peakhöhenverhältnis zeigt.

Die kristalline Qualität der unterliegenden GaN-Schichten ist demnach noch nicht ausreichend bzw. die Oberfläche noch zu porös und uneben, damit die LT-AlN-Zwischenschichten einen signifikanten Effekt auf die Textur erzielen können, da die GaN-Kristallite praktisch unabhängig voneinander aufwachsen. Eine Kombination von (AlN/GaN)-Übergittern als Basis, wie sie im vorherigen Kapitel 3.1.3 beschrieben wurden, mit dann anschließend gewachsenen LT-AlN-Zwischenschichtstrukturen brachte ebenfalls keine merkliche Verbesserung der Kristallqualität der GaN-Hauptschicht.

### 3.1.6. Einfluss von Indium-(Ga/Al)-Nitrid-Zwischenschichten im Puffer

Um eine bessere Koaleszierung der Schichten zu bewirken und um die kristalline Qualität des GaN zu erhöhen, wurden die Pufferstrukturen der Proben durch Zwischenschichten ergänzt, die eine hohe In-Konzentration aufweisen. Von Indium ist bekannt, dass es beim Wachstum von GaN-Schichten als Surfactant fungieren kann und so glättend auf die Oberflächenmorphologie wirkt [142, 143]. Bei einem Einbau des Indiums in die Schicht bei geringeren Wachstumstemperaturen sollte zudem die höhere Beweglichkeit der In-Atome auf der Probenoberfläche eine bessere laterale Ausbreitung der Kristallite begünstigen. Da mit einer 20-fach (AlN/GaN)-Schichtabfolge als Pufferstruktur das c-achsenorientierte Wachstum der GaN-Kristallite gefördert wird, sollte außerdem eine derartige Übergitterstruktur im Puffer, und dabei insbesondere die AlN-Zwischenschichten, beibehalten werden. Um keine zusätzlichen Verspannungseffekte in der Pufferschicht im Vergleich zu den (AlN/GaN)-Übergittern zu generieren, wurde eine Zwischenschicht aus  $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$  verwendet, die bei einer In-Konzentration von  $x = 0,18$  gitterangepasst zu GaN gewachsen werden

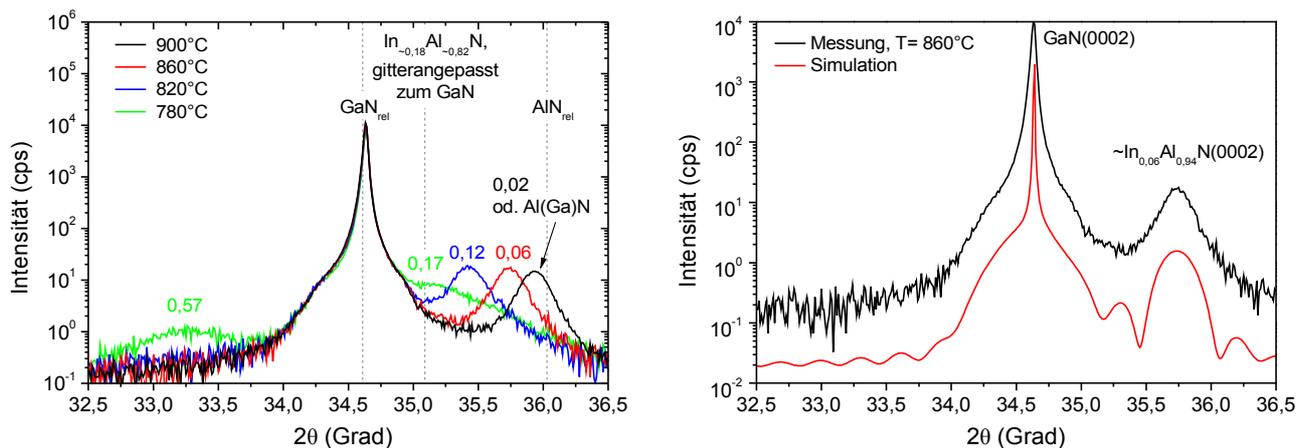


Abbildung 3.31: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans einer GaN-Probenserie auf Si(111)-Substrat mit steigender Wachstumstemperatur einer  $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ -Zwischenschicht (links) und das Beispiel einer angepassten Simulation zur Abschätzung des In-Gehaltes im Puffer (rechts).

kann. Da keine umfassenden Erfahrungswerte für dieses Materialsystem an der verwendeten MOVPE-Anlage vorlagen, wurden einleitende Teststrukturen mit einer einzelnen etwa 100 nm dicken  $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ -Zwischenschicht und einer 300 nm dicken GaN-Deckschicht auf Si(111) gewachsen. Durch die Variation der Depositionstemperatur des  $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$  von 900°C bis 820°C mit  $\text{N}_2$  als Trägergas kann das Kompositionsverhältnis zwischen ca.  $x = 0,02$  und  $x = 0,12$  eingestellt werden (Abbildung 3.31). Bei einer weiteren Senkung der Wachstumstemperatur kommt es aufgrund der nicht optimierten Prozessparameter zu einer Entmischung des Indiums, weshalb für die Proben auf Si(001)-Substrat eine In-Konzentration von nur  $x = 0,12$  verwendet wurde. In dem Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scan in Abbildung 3.32 einer GaN-Probe auf Si(001) mit einem 20-fach ( $\text{AlN}/\text{In}_{0,12}\text{Al}_{0,88}\text{N}$ )-Übergitter als Pufferstruktur ist anhand des einzelnen GaN(0002)-Reflexes dann nur noch eine c-Achsenorientierung in der GaN-Deckschicht nachzuweisen. Dieser Ansatz ist demnach äußerst effizient für die Selektion einer einzelnen Kristallitausrichtung des GaN. Aufgrund der Problematik von verstärkten Ätzreaktionen mit dem Substrat, insbesondere bei dicken GaN-Schichtstrukturen, sowie der einfacheren Kontrolle der GaN-Orientierung durch die Wachstumstemperatur der AlN-Keimschicht, wurde dieses Konzept mit  $\text{In}_x\text{Al}_{1-x}\text{N}$ -Zwischenschichten jedoch nicht weiter optimiert. Als Ergänzung zur Verbesserung der kristallinen Qualität der GaN-Schichten ist es aber sicher aussichtsreich.

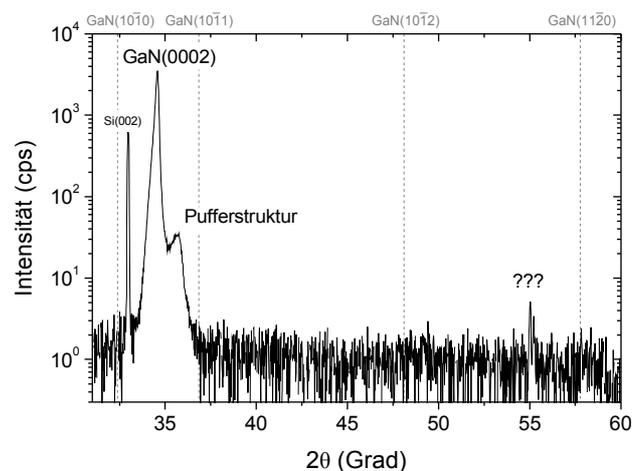


Abbildung 3.32: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scan einer GaN-Probe auf exakt orientiertem Si(001)-Substrat mit einem 20-fach ( $\text{AlN}/\text{In}_{0,12}\text{Al}_{0,88}\text{N}$ )-Übergitter als Pufferstruktur.

### 3.2. $\{10\bar{1}2\}$ -orientiertes GaN auf Si(001)

Aufgrund der Polarisationsfelder in der Wurtzitstruktur der Gruppe-III-Nitride kann es zu einer räumlichen Trennung der Ladungsträger an den Grenzflächen kommen. Für optische Bauelemente ist diese im Allgemeinen nachteilig, da die Wahrscheinlichkeit einer photonischen Rekombination der Elektron-Loch-Paare durch die lokale Trennung herabgesetzt wird. Ein Ansatz, diesen Effekt zu eliminieren oder zu reduzieren, ist das Wachstum auf unpolaren [20] oder semipolaren Kristallflächen [42, 144]. Mit einem Winkel von  $46,81^\circ$  sind die  $\{10\bar{1}2\}$ -Ebenen dabei gerade so zur c-Achse geneigt, dass die optisch aktiven Schichten in voll verspannten  $(\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN})$ -Multiquantumwell-Strukturen mit derart verkippten  $\{10\bar{1}2\}$ -Grenzflächen nahezu feldfrei sind, da sich die spontanen und piezoelektrischen Polarisierungen gegenseitig aufheben [56].

Wird GaN ohne zusätzliche Pufferstrukturen auf einem Si(001)-Substrat mit einer dünnen AlN-Keimschicht ( $680^\circ\text{C}$ ) und bei Si(111)-Standardwachstumsparametern abgeschieden, so ergibt sich eine fast pulverartige Verteilung der GaN-Kristallorientierungen. Aus dem Vergleich der gemessenen Intensitäten der Röntgenbeugungsreflexe mit einem theoretischen Beugungsspektrum einer Pulverreferenzprobe lässt sich jedoch erkennen, dass es eine leichte Bevorzugung der Kristallorientierung gibt, bei der die GaN $\{10\bar{1}2\}$ -Ebenen parallel zur Substratoberfläche ausgerichtet sind (vergl. Abbildung 3.7). Durch zusätzliche (AlN/GaN)-Pufferstrukturen, die bei niedrigen Temperaturen unter  $700^\circ\text{C}$  gewachsen wurden, konnte zudem der Anteil der c-Achsenorientierung fast gänzlich unterdrückt werden, während der r-plane orientierte Anteil dominanter wird. Ein ähnliches

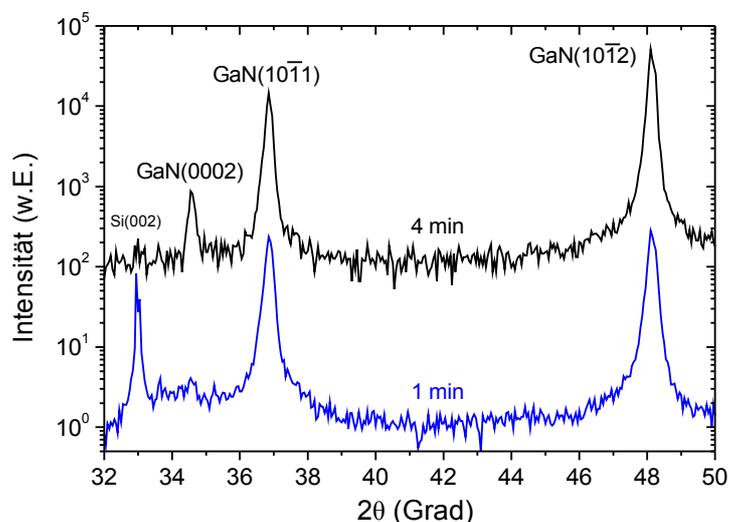


Abbildung 3.33: Röntgenbeugungsspektren zweier Proben mit einer GaN-Schicht auf exakt orientiertem Si(001) und unterschiedlich langer Wachstumszeit der AlN-Keimschicht ( $680^\circ\text{C}$ ).

Ergebnis wurde bei Schichten aus hexagonalem GaN auf GaAs(001)-Substraten gefunden, die mittels MBE gewachsen wurden [145]. Bei niedrigen Abscheidetemperaturen (540°C) der Pufferschicht wächst das h-GaN ebenfalls bevorzugt r-plane orientiert auf, während nach einem Ausheizen des Puffers bei höheren Temperaturen (700°C) ein Umschlag in die c-Achsenorientierung zu beobachten ist. Da auf den GaAs-Substraten keine AlN-Keimschicht verwendet wurde und die Kristallsymmetrie sowie die Gitterkonstanten von GaAs(001) und Si(001) vergleichbar sind ( $[a_{\text{GaAs}} - a_{\text{Si}}]/a_{\text{GaAs}} \approx 4\%$ ), ist in beiden Fällen eine Orientierungsvorgabe durch die Substrate auf die epitaktisch gewachsenen, r-plane ausgerichteten GaN-Kristalle zu vermuten.

Die Dicke der AlN-Keimschicht einer GaN-Probe auf Si(001) wurde auf nominell 5 nm verringert, um den möglichen Einfluss der Siliziumoberfläche auf die Orientierung des GaN zu erhöhen. Trotz der dadurch vereinzelt auftretenden, lokalen Ätzreaktionen, ergab sich eine deutliche Reduzierung des c-achsenorientierten Anteils des GaN, wie aus den vergleichenden Röntgenbeugungsmessungen in Abbildung 3.33 und der Verkleinerung des GaN(0002)-Reflexes abzuleiten ist.

Durch eine zusätzliche GaN-Pufferstruktur mit LT-AlN-Zwischenschichten konnte zudem das Intensitätsverhältnis der GaN(10 $\bar{1}$ 2)- zur GaN(10 $\bar{1}$ 1)-Reflexion etwas erhöht werden, was mit einer Zunahme der r-plane Orientierung korreliert. Dieser Befund war jedoch nicht zweifelsfrei reproduzierbar und in vergleichenden Serien konnte dieser Effekt wegen der zu großen auftretenden Unsicherheiten nicht direkt belegt werden. Aus der Gesamtheit aller hergestellten Proben war dennoch eine nicht zu quantifizierende, leichte derartige Tendenz zu vermuten. Das Röntgenbeugungsspektrum einer solchen Probe mit zusätzlicher GaN-Pufferstruktur und drei LT-AlN-Zwischenschichten (630°C) ist in Abbildung 3.34 dargestellt [132].

Die standardmäßig für die Röntgenbeugungsanalysen verwendeten  $\theta/2\theta$ -scans in Bragg-Brentano-Geometrie sind nur auf Netzebenen sensitiv, die parallel zur Oberfläche ausgerichtet sind, bei einer erlaubten Abweichung von 1° aufgrund der Einstrahldivergenz. Zudem erlauben sie keine Aussagen über die azimuthalen Ausrichtungen der Kristallite. Um eine vollständige Analyse der

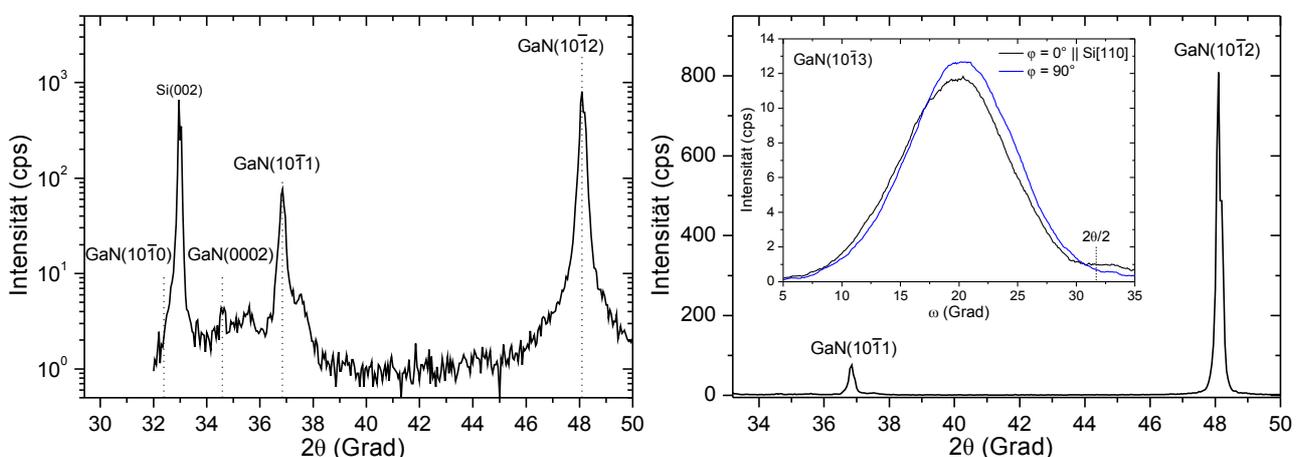


Abbildung 3.34: Röntgenbeugungsspektrum einer GaN-Schicht auf exakt orientiertem Si(001) mit drei LT-AlN-Zwischenschichten. Einschub:  $\omega$ -scans am GaN(10 $\bar{1}$ 3)-Reflex zur Bestimmung der Kristallitverkipfung parallel ( $\varphi = 0^\circ$ ) und senkrecht ( $\varphi = 90^\circ$ ) zur c-Achsenprojektion auf die Oberfläche.

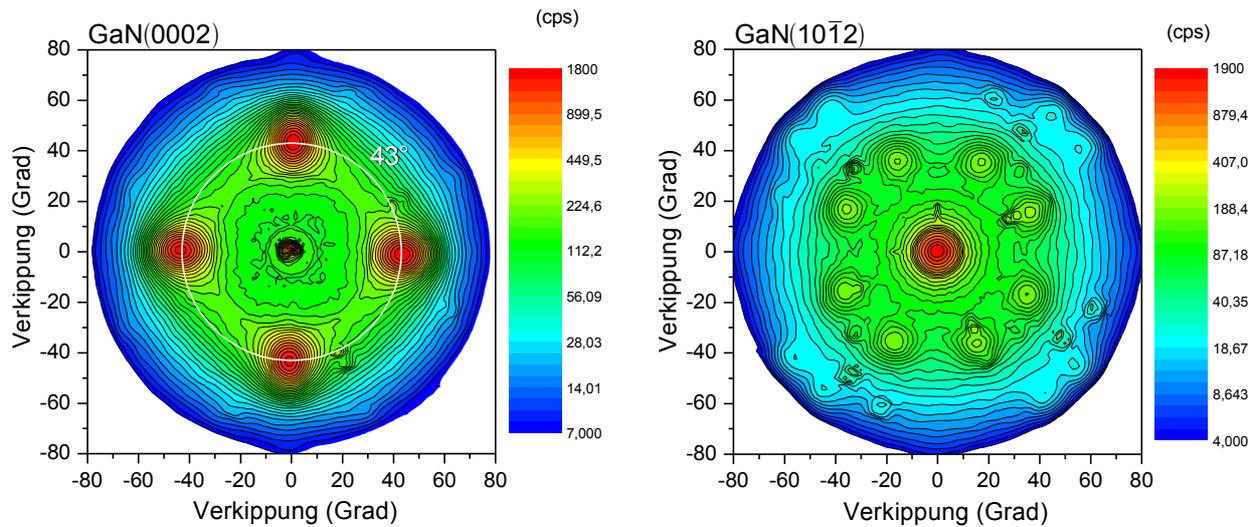


Abbildung 3.35: Röntgenbeugungs-Polfiguren des GaN(0002)-Reflexes (links) und des GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Reflexes (rechts) einer GaN-Schicht auf exakt orientiertem Si(001) mit drei LT-AlN-Zwischenschichten.

auf tretenden Texturkomponenten über den gesamten Winkelhalbraum über der Probenoberfläche zu erhalten, wurde deshalb die Polfigur des GaN(0002)-Reflexes vermessen, welcher die Ausrichtung der  $c$ -Achse indiziert (Abbildung 3.35). Die Basalflächen der Kristallite sind demnach um etwa  $43^\circ$  gegen die Substratoberfläche geneigt bei vier auftretenden, um jeweils  $90^\circ$  zueinander verdrehten Anordnungen in der Ebene. Diese Verkipfung entspricht gerade dem Schnittwinkel von  $43,19^\circ$  zwischen der GaN(0001)- und der GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Fläche, weshalb die  $r$ -planes der GaN-Kristallite parallel zur Oberfläche ausgerichtet sind. Andere, konkurrierende Orientierungen sind zu vernachlässigen und nicht als zusätzliche lokale Beugungsmaxima in der Polfigur nachzuweisen. Der Intensitätspeak an der unverkippten Probenposition stammt nachweislich fast ausschließlich\* von Si(00 $x$ )-Reflexionen aufgrund der verwendeten Wellenlängenverteilung des Primärstrahls. Der in den 2:1-Röntgenbeugungsmessungen auftretende GaN(10 $\bar{1}$ 1)-Reflex stammt demnach nicht von einer eigenen Texturkomponente, sondern ist durch die große statistische Verteilung des Kippwinkels der  $r$ -plane orientierten Kristallite begründet. Diese ist mit einer Halbwertsbreite von  $\Delta\omega = 10,3^\circ$  so groß, dass die etwa 3% Restintensität bei einer Abweichung von  $18,8^\circ$ , was dem Winkel zwischen der GaN(10 $\bar{1}$ 1)- und der GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Ebene entspricht, gerade so hoch ist, um die gemessene Intensität der GaN(10 $\bar{1}$ 1)-Reflexion mit dem Anteil dieser verkippten Kristallite zu erklären. Dabei gibt es keinen wesentlichen Qualitätsunterschied in Abhängigkeit des Azimuts, d.h. die statistische Schwankung der Kristallitverkipfung ist senkrecht bzw. parallel zur Richtung der  $c$ -Achsenprojektion auf die Oberfläche etwa gleich groß (Abbildung 3.34).

Zur Überprüfung der genau vier-komponentigen Textur mit einer bevorzugten  $r$ -plane Orientierung der Kristallite wurde die Polfigur des GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Reflexes ausgewertet. Das globale Beugungsmaximum an der unverkippten Probenposition in der entsprechenden Messung in Abbildung 3.35 belegt die parallel zur Substratoberfläche ausgerichteten GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Flächen. Die zusätzlich auftretenden Nebenmaxima stammen ausschließlich von äquivalenten Netzebenen mit permu-

\* Der Anteil an  $c$ -Achsen orientierten Kristalliten ist gemäß Abbildung 3.34 vernachlässigbar klein.

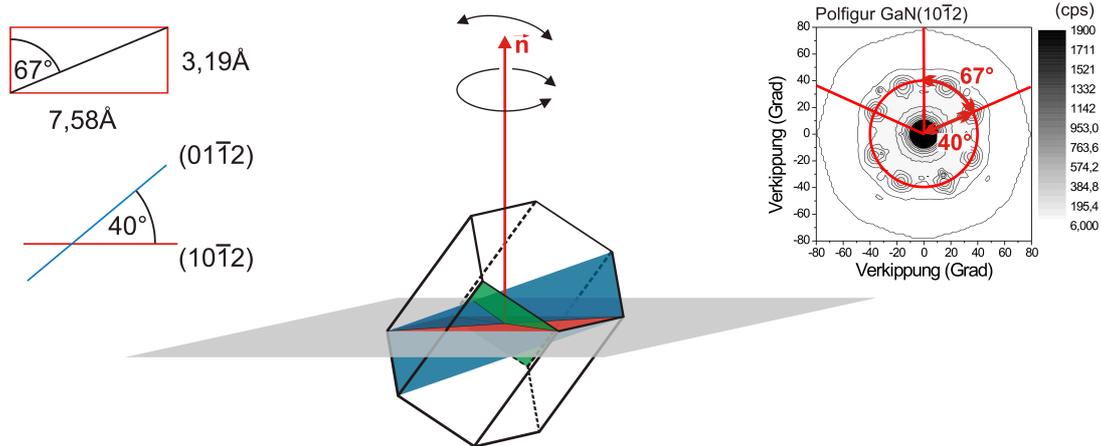


Abbildung 3.36: Beschreibung der zusätzlichen Reflexionsmaxima in der Polfigur des GaN( $10\bar{1}2$ )-Reflexes durch äquivalente Netzebenen mit permutierten Indizes.

tierter Indizierung, welche bei den jeweiligen Probenausrichtungen ebenfalls die Bragg-Bedingung erfüllen, und bilden somit keine zusätzliche Texturkomponente (Abbildung 3.36). Aufgrund der vier azimuthalen Ausrichtungen der GaN-Kristallite ergibt sich in der Polfigur eine vierzählige Symmetrie.

Eine genauere Bestimmung der Texturkomponenten gelingt durch die gleichzeitige Simulation der Polfiguren mehrerer asymmetrischer Beugungsordnungen bei derselben angenommenen Verteilung der Kristallitorientierung der Probe und der Anpassung des Modells an die entsprechenden Messungen. Abbildung 3.37 zeigt in sehr guter Übereinstimmung den Vergleich der experimentell bestimmten Polfiguren mit den theoretischen Beugungsbildern der Simulationen bei Annahme einer

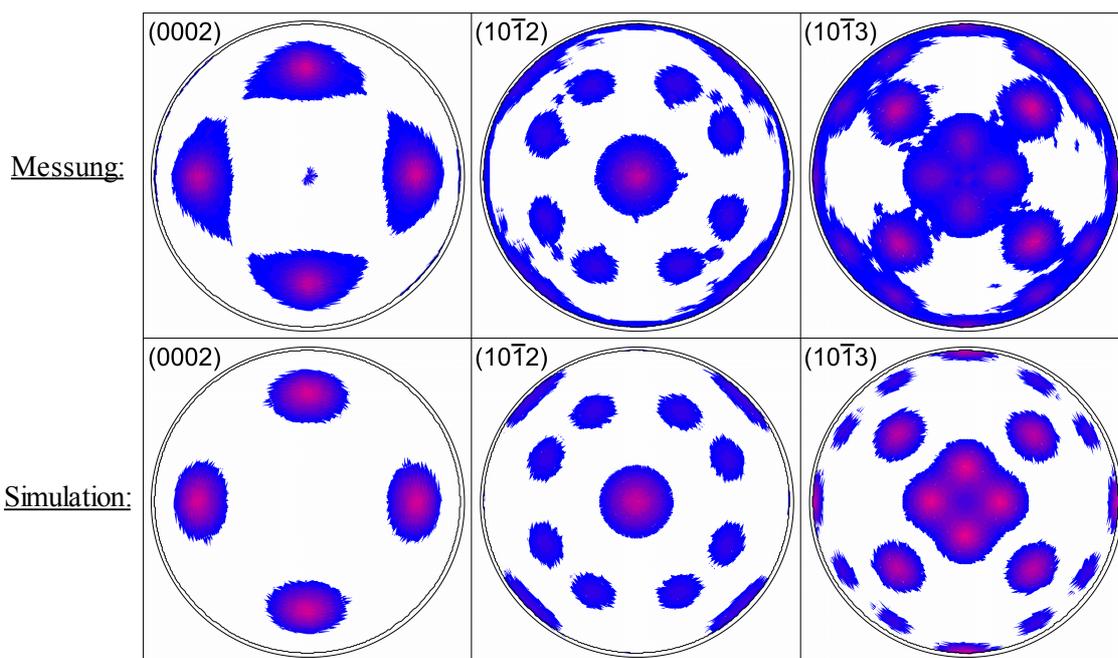


Abbildung 3.37: Vergleich der gemessenen Röntgenbeugungs-Polfiguren verschiedener GaN-Beugungsreflexe (obere Reihe) mit den entsprechenden Simulationen (untere Reihe) einer  $r$ -plane GaN-Schicht auf exakt orientiertem Si(001) mit drei LT-AlN-Zwischenschichten.

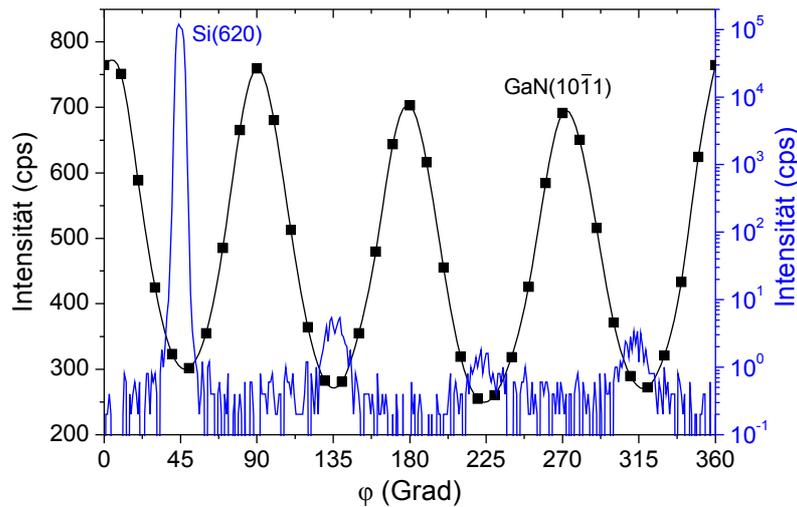


Abbildung 3.38: Aufeinander folgend gemessene Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans des GaN( $10\bar{1}1$ )-Reflexes (schwarz) und des Si(620)-Reflexes (blau) ohne Veränderung der Probenauflage zur Bestimmung der epitaktischen Gitterkorrelationen.

rein r-plane orientierten, vierkomponentigen Textur mit vier anteilsgleichen, um  $90^\circ$  zueinander verdrehten azimuthalen Ausrichtungen der GaN-Kristallite [133].

Um zu überprüfen, ob die vier auftretenden GaN-Ausrichtungen mit den epitaktischen Symmetrievorgaben des Kristallgitters des Substrates korrelieren, wurden der GaN( $10\bar{1}1$ )-Reflex und der Si(620)-Reflex in einem Röntgenbeugungs- $\phi$ -scan um die Oberflächennormale ohne Veränderung der Probenauflage vermessen (Abbildung 3.38). Aus der Phasenverschiebung von  $\Delta\phi = 45^\circ$  zwischen den lokalen Beugungsmaxima in den beiden Messkurven folgt, dass die jeweilige GaN[ $10\bar{1}1$ ]-Richtung der Kristallite parallel zu einer der vier äquivalenten Si $\langle 110 \rangle$ -Richtungen der Substratoberfläche verläuft, d.h. die c-Achsenprojektionen der Wurtzitstruktur verlaufen parallel zu den Oberflächendiagonalen der Silizium-Einheitszellen. Die starke Schwankung in der Peakintensität des Si(620)-Reflexes über vier Größenordnungen begründet sich mit der schmalen Akzeptanzbreite des Silizium-Einkristalls und dem leichten Taumeln der Probe während der Drehung um  $\phi$ , wodurch sich der Einfallswinkel  $\omega$  ständig leicht ändert.

Die Länge der Schnittfläche der GaN( $10\bar{1}2$ )-Ebene mit der hexagonalen GaN-Einheitszelle beträgt bei unverspanntem GaN 0,758 nm. Das entspricht bei einer Gitterfehlانpassung von 1,3% etwa dem Abstand der Dimerreihen der Si(001)-Oberfläche mit 0,768 nm. Diese ungefähre Übereinstimmung der Atomabstände liefert eine mögliche Erklärung für das bevorzugte Aufwachsen der GaN-Kristallite mit der r-plane, da durch die Ausbildung eines Koinzidenzgitters zwischen GaN und Si(001) mehr gesättigte, gebundene Orbitale an der Grenzfläche entstehen und so die Grenzflächenenergie vermindert wird. Die um  $90^\circ$  gegeneinander verdrehten vier Texturkomponenten des GaN bekräftigen zudem dieses Modell, da diese exakt der vierzähligen Oberflächensymmetrie des Siliziums entsprechen. In Abbildung 3.39 ist eine schematische Darstellung der vier auftretenden GaN-Ausrichtungen in Korrelation zur Si(001)-Oberfläche gezeigt [132]. Ein denkbare Aufwachsen der Kristallite mit den a-planes parallel zur Oberfläche würde mit den Atomabständen

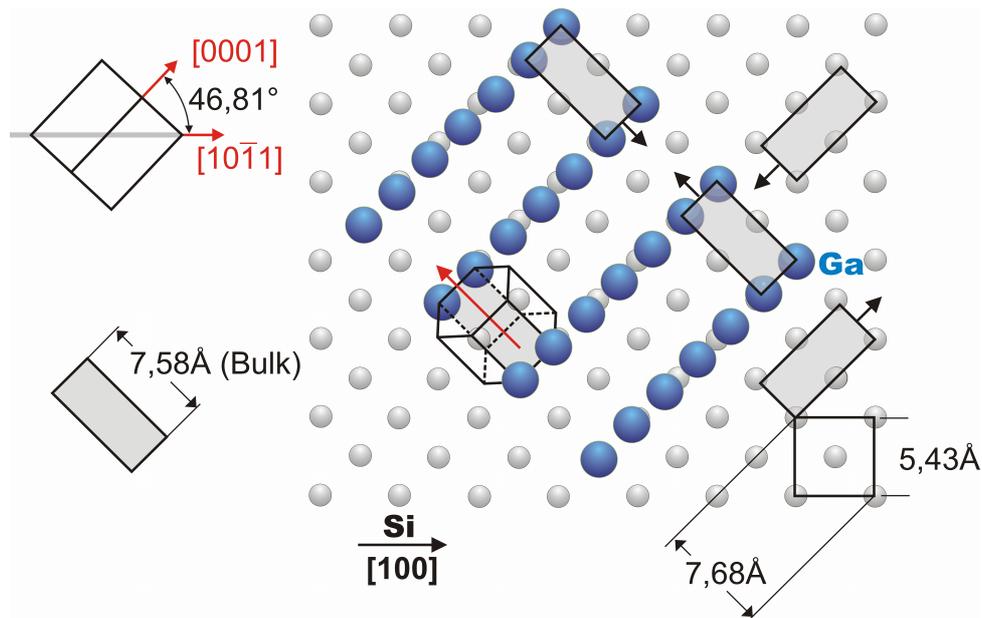


Abbildung 3.39: Schematische Darstellung der vier möglichen azimutalen Ausrichtungen der *r*-plane orientierten GaN Kristallite in Bezug zur Si(001)-Oberfläche [132].

der Flächen von  $0,519 \text{ nm} \times 0,552 \text{ nm}$  für GaN bzw.  $0,498 \text{ nm} \times 0,539 \text{ nm}$  für AlN bei einer Ausrichtung mit  $[0001] \parallel \text{Si}\langle 100 \rangle$  jedoch eine ähnliche Gitterfehlانpassung zum Silizium ergeben. Diese Kristallitorientierung trat bei den untersuchten Proben allerdings nicht auf.

Die Oberflächenstruktur der Proben wurde mittels REM untersucht. In der Probenmitte ist die GaN-Schicht geschlossen, aufgrund der vier verschiedenen Ausrichtungen der Kristallite ist sie jedoch nicht koalesziert. Den oberen Abschluss der Schicht bilden hauptsächlich die GaN(10 $\bar{1}$ 0)-Mantelflächen der Kristallite. Diese sind in der Messung bei senkrechter Draufsicht als rechteckförmige Ebenen zu erkennen, deren Kanten bevorzugt in Si[110]-Richtung ausgerichtet sind. Am äußersten Waferrand ( $\sim 50 \mu\text{m}$ ) sind die GaN-Kristallite vereinzelt, wodurch die hexagonale Wurt-

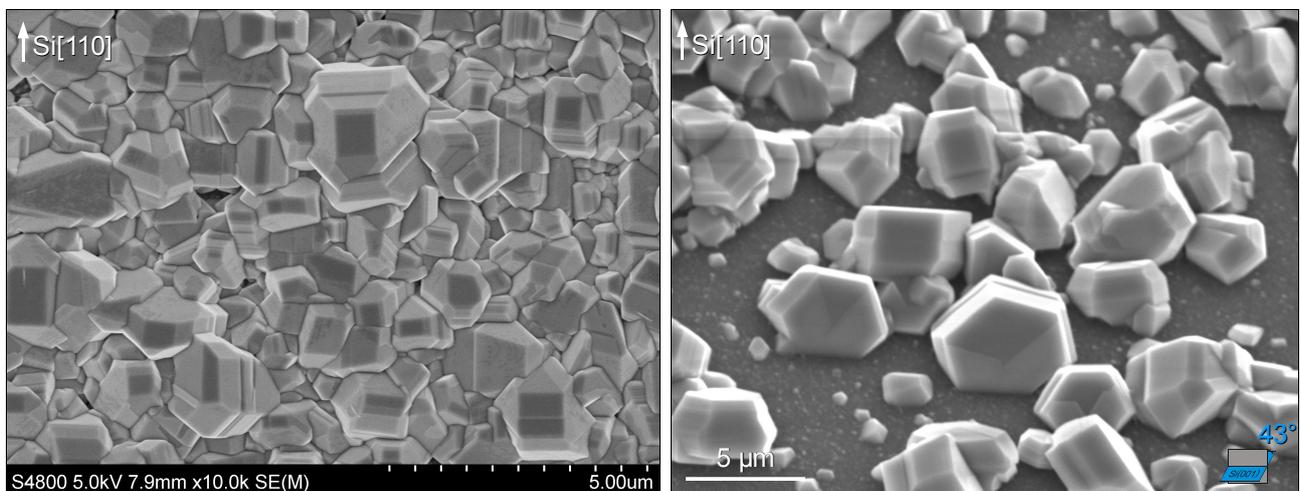


Abbildung 3.40: FE-REM-Aufnahme der Oberfläche einer GaN-Schicht auf exaktem Si(001) mit hauptsächlich *r*-plane orientierten Kristalliten. In der linken Darstellung wurde das Probenzentrum unverkippt gemessen. Die rechte Aufnahme zeigt den äußersten Waferrand bei einer Probenneigung von  $43^\circ$  [133].

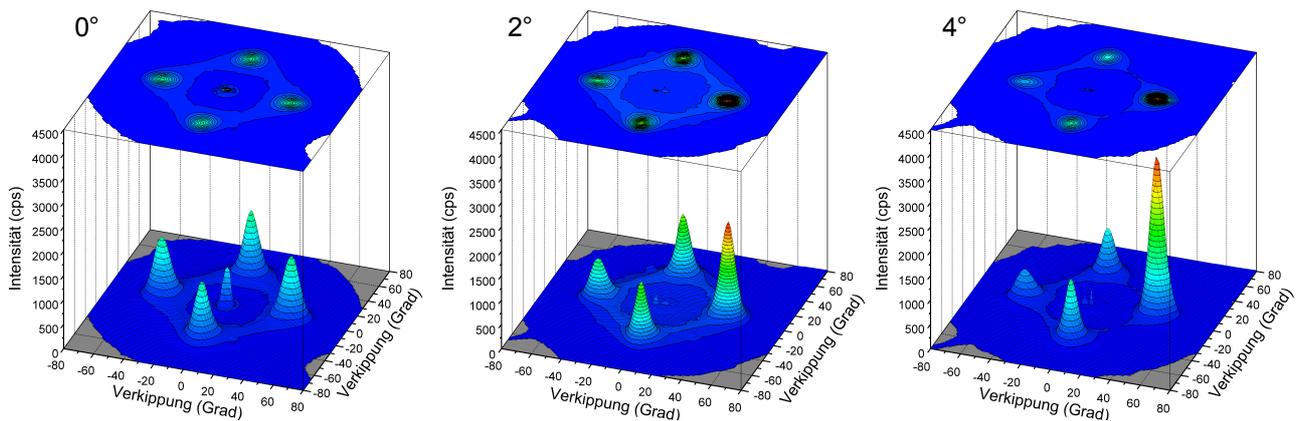


Abbildung 3.41: Röntgenbeugungs-Polfiguren von drei Proben mit *r*-plane orientiertem GaN auf vizinalen Si(001)-Substraten mit steigendem Winkel der Fehlorientierung [132].

zitstruktur des GaN deutlicher wird. Nach einer Probenneigung von  $43^\circ$  in Si[110]-Richtung während der Messung, um die Kristallitverkippung zu kompensieren, werden die sechseckigen Basalflächen gut erkennbar (Abbildung 3.40). Die anscheinende zusätzliche leichte Verdrehung der *r*-plane orientierten Kristallite um deren *c*-Achse konnte in großflächigeren Messungen jedoch nicht bestätigt werden bzw. ist mit der großen Halbwertsbreite der Verkippung zu erklären.

Um einkristalline und koaleszierte GaN-Schichten auf der Si(001)-Orientierung zu realisieren, ist die Selektion einer einzelnen Texturkomponente notwendige Voraussetzung. Ein untersuchter Ansatz dies zu erreichen, war wieder das Wachstum auf vizinalen Si(001)-Substraten, wodurch eine Reduktion des Anteils an Typ A Oberflächen des Silizium eintreten sollte. Wegen der beobachteten epitaktischen Korrelation zwischen der GaN-Orientierung und der Kristallstruktur des Siliziums, war eine gleich große Anteilsabnahme von zwei um  $180^\circ$  verdrehten Kristallitausrichtungen zu erwarten, wohingegen die anderen beiden Anteile entsprechend bevorzugt werden sollten.

Innerhalb einer Probenserie wurde der Winkel der Fehlorientierung in Si[110]-Richtung stufenweise von  $0^\circ$  auf  $4^\circ$  erhöht. Dabei zeigte sich in den zugehörigen Polfiguren, dass mit ansteigendem Winkel genau eine azimutale Ausrichtung bevorzugt wird (Abbildung 3.41). Diese ist mit der GaN[ $10\bar{1}1$ ]-Richtung senkrecht zu den Oberflächenstufen des Substrates ausgerichtet und ist dadurch gekennzeichnet, dass sie den kleinsten Winkel zwischen der *c*-Achse und der Oberflächennormalen aufweist. Der Beitrag der gegenüberliegenden Ausrichtung nimmt gleichzeitig stetig ab und bei einem Fehlschnitt von  $4^\circ$  beträgt das Intensitätsverhältnis zwischen beiden Anteilen dann etwa sechs zu eins. Die beiden anderen um jeweils  $90^\circ$  verdrehten Texturkomponenten bleiben hingegen nahezu unbeeinflusst von der steigenden Fehlorientierung [132]. Ein unterschiedlicher Bedeckungsgrad mit Typ A und Typ B Flächen der Si(001)-Fläche ist somit nicht der alleinige Grund für die beobachtete Präferenz. Vielmehr ist eine Abhängigkeit von den verschiedenartigen, gerichteten Oberflächenstufen anzunehmen, an denen sich die Atome während des epitaktischen Wachstums anlagern. Bei einer azimutalen Anordnung der Kristallite mit senkrechter GaN[ $\bar{1}01\bar{1}$ ]-Richtung hin zu den aufsteigenden Stufen werden diese Höhenunterschiede der atomaren Flächen

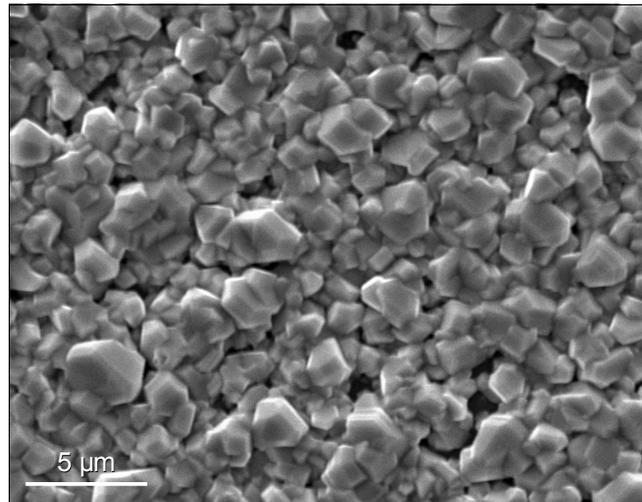


Abbildung 3.42: REM-Aufnahme der Oberfläche einer GaN-Schicht aus *r*-plane orientierten Kristalliten auf einem 4° fehlorientierten Si(001)-Substrat.

demnach bevorzugt überwachsen bzw. die schneller wachsende, Ga-terminierte (0001)-Basalfläche kann sich in die entgegengesetzte Richtung frei ausbreiten. Andererseits wird bei der um 180° verdrehten GaN[10 $\bar{1}$ 1]-Texturkomponente das Wachstum gehemmt. Sind die *c*-Achsenprojektionen der Kristallite parallel zu den Oberflächenstufen ausgerichtet, so sind die beiden entsprechenden azimuthalen Ausrichtungen epitaktisch äquivalent und nur schwach vom Fehlschnitt beeinflusst.

Trotz der signifikanten Bevorzugung einer einzigen Kristallitenausrichtung mit insgesamt über 60% aller Kristallitanteile, ist diese Präferenz noch zu klein, um eine koaleszierte GaN-Schicht zu realisieren. Zudem verhindert die große Schwankungsbreite der Verkippungsrichtung ein Zusammenwachsen der Kristallite. Die REM-Aufnahme der Oberfläche der Probe mit 4° Fehlorientierung belegt die polykristalline Schichtstruktur (Abbildung 3.42).

Eine weitere Steigerung der Fehlorientierung bei ergänzend gewachsenen Vergleichsproben auf 5° bzw. 6° brachte keine weitere Verbesserung der Selektion. Stattdessen erfolgte vermehrt eine

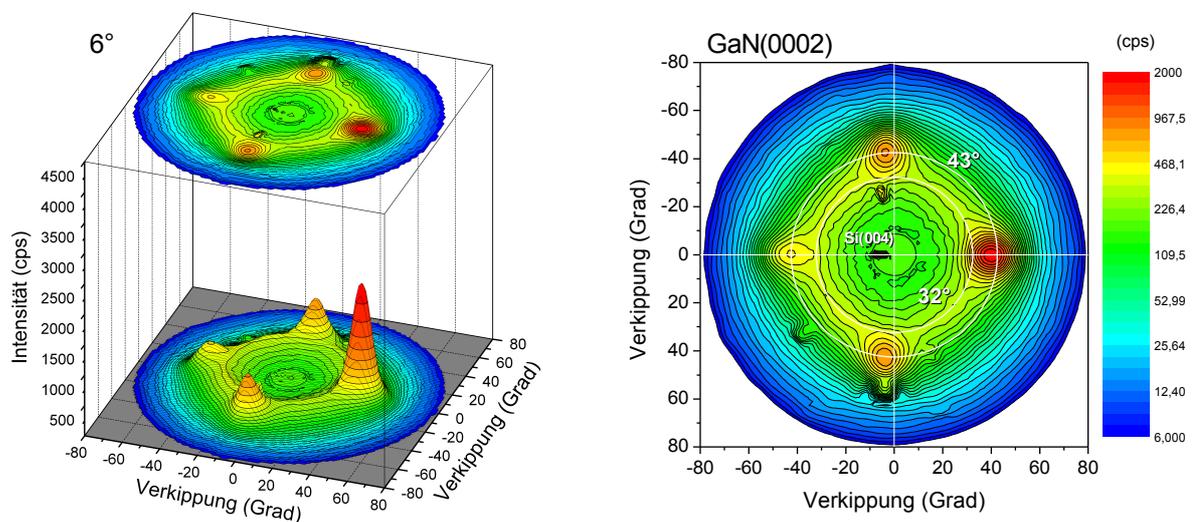


Abbildung 3.43: Röntgenbeugungs-Polfigur einer Probe mit *r*-plane orientiertem GaN auf vizinalem Si(001)-Substrat mit einer 6° Fehlorientierung in Si[110]-Richtung.

zusätzliche GaN( $10\bar{1}3$ )-Orientierung der Kristallite, welche somit nicht mehr vernachlässigbar ist. In der entsprechenden Polfigur in Abbildung 3.43 resultiert daraus ein kreisförmiger Intensitätsverlauf, der einer Verkipfung der c-Achse zur Oberflächennormalen von  $32^\circ$  entspricht. Anders als bei den r-plane orientierten Kristalliten tritt dabei jedoch keine azimutale Vorzugsrichtung auf, sondern die Anordnungen sind isotrop in der Ebene verteilt, woraus folgt, dass eine epitaktische Korrelation zum Substrat nahezu ausgeschlossen werden kann. Eine Erklärung könnten die gewählten Wachstumsparameter sein, insbesondere die niedrigen Abscheidetemperaturen der AlN-Keimschichten, bei denen sich die GaN( $10\bar{1}3$ )-Flächen als langsam wachsende Ebenen durchsetzen. Bei einer starken epitaktischen Vorgabe des Substrates, zum Beispiel auf Si(111) oder auf c-Saphir, wird dieser Effekt vollständig überdeckt.

Die Kathodolumineszenzanalyse einer Probe mit hauptsächlich r-plane orientierten GaN-Kristalliten zeigt im integralen Spektrum über eine Fläche von  $11 \times 9 \mu\text{m}^2$  eine dominante Emissionsbande bei ca. 358 nm, welche dem Donator gebundenen Exiton im GaN zugeordnet werden kann [146] (Abbildung 3.44). Die kleine Verschiebung gegenüber dem theoretischen Wert von 357,2 nm ist mit einer leichten tensilen Verspannung des GaN zu erklären [147]. Darüber hinaus sind mindestens 5 weitere, schwächere Lumineszenzanteile aufzulösen, wobei der Peak bei ca. 465 nm die mit Abstand größte Intensität aufweist. Diese Nebenmaxima sind primär auf kristallinen Störstellen im GaN zurückzuführen, die als strahlenden Rekombinationszentren wirken.

Mit Hilfe hochauflösender KL-Messungen können im direkten Vergleich mit einer SEM-Aufnahme derselben Probenstelle die verschiedenen Lumineszenzanteile des integralen Spektrums lokal einzelnen kristallinen Strukturen zugeordnet werden (Abbildung 3.45). Demnach weisen die größeren und r-plane orientierten GaN-Kristallite von etwa  $3 \mu\text{m}$  Durchmesser einen extrem schmalen Emissionspeak von nur etwa 4 meV Breite auf. Zudem zeigen die Kristallite kaum störstellenkorrelierte Intensitätsanteile, woraus abgeleitet werden kann, dass diese GaN-Kristallite eine sehr hohe kristalline Qualität aufweisen und versetzungsarm aufwachsen. Die Gebiete zwischen

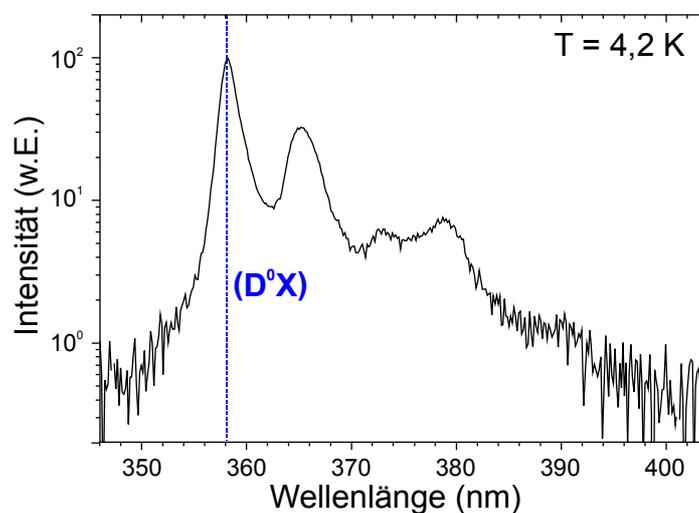


Abbildung 3.44: Über eine Fläche von  $11 \times 9 \mu\text{m}^2$  integriertes Kathodolumineszenz-Spektrum einer Probe mit r-plane orientierten GaN-Kristalliten auf exakt orientiertem Si(001).

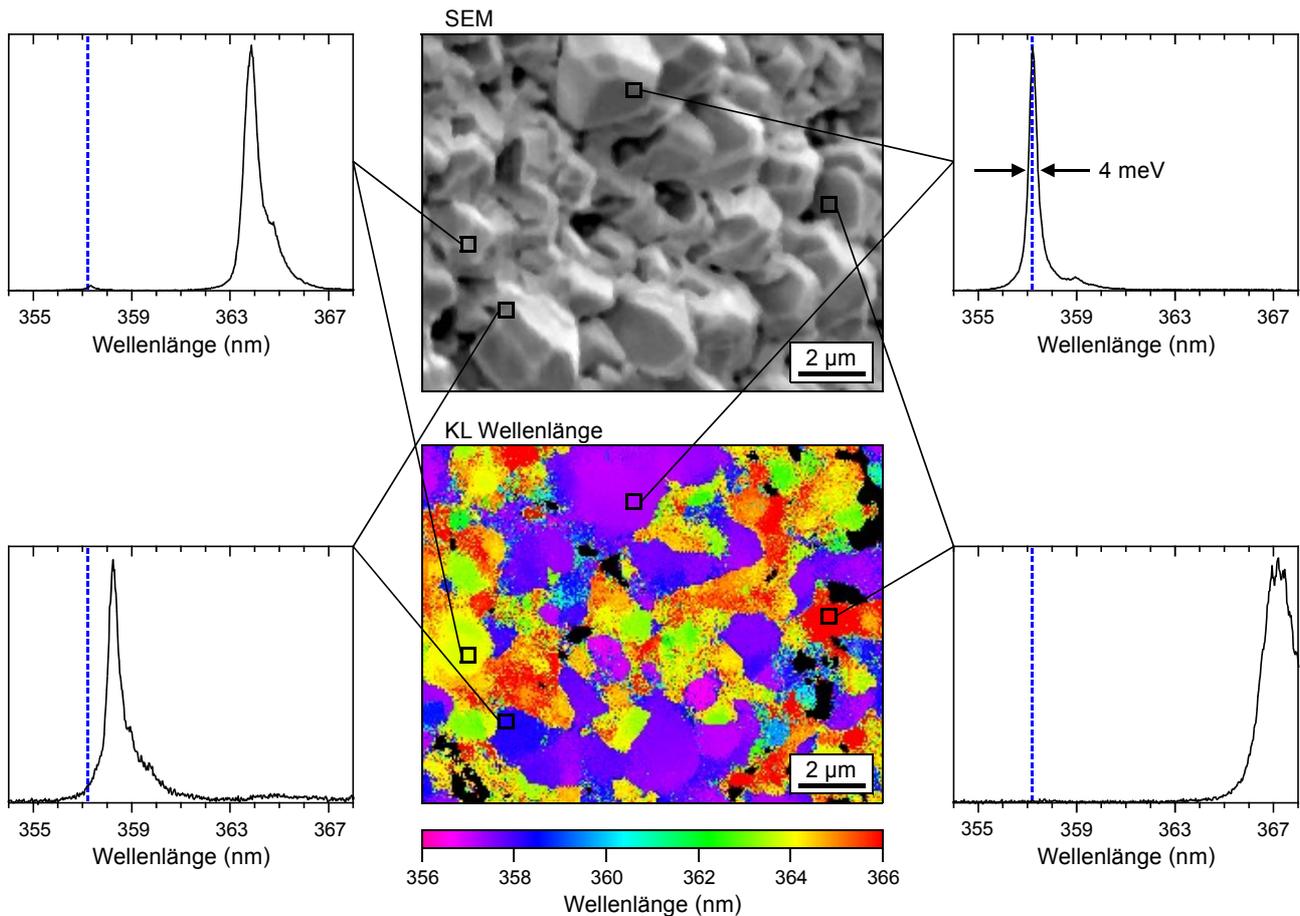


Abbildung 3.45: Ortsaufgelöste Kathodolumineszenz an *r*-plane orientierten GaN-Kristalliten auf exakt orientiertem Si(001).

diesen großen GaN-Kristalliten zeigen im Gegensatz dazu fast ausschließlich Störstellenlumineszenz im Bereich zwischen ca. 462 nm und 467 nm, wohingegen die bandkanten nahe Lumineszenz nahezu gänzlich verschwindet.

Würde durch ein Koaleszieren der großen *r*-plane orientierten Kristallite eine geschlossene GaN-Schicht erreicht werden, könnte wahrscheinlich eine sehr hochqualitative, *r*-plane orientierte und versetzungsarme GaN-Struktur auf Si(001)-Substrat realisiert werden. Aufgrund der semipolaren Eigenschaften dieser Kristallorientierung wäre eine Anwendung als optische Bauelemente vorteilhaft. Insbesondere wegen der unzureichenden Selektion einer einzigen azimuthalen Ausrichtung der vier auftretenden Texturkomponenten, konnte eine solche geschlossene Schicht jedoch noch nicht erreicht werden. Infolge der verstärkten Konzentration auf das Wachstum von *c*-achsenorientierten GaN-Schichten auf Si(001) wurden die Untersuchungen zu dieser Thematik innerhalb dieser Arbeit nicht weiter geführt, sie sind aber für zukünftige Forschungen sicher lohnenswert.

### **3.3. c-achsenorientiertes GaN auf Si(001)**

#### **3.3.1. Hochtemperatur AlN-Keimschichten**

GaN-basierte Bauelemente werden auf anderen Substratmaterialien oder anderen Siliziumorientierungen bereits erfolgreich realisiert. Die Standardausrichtung der GaN-Kristallite bei diesen Umsetzungen ist die Ga-terminierte c-Achsenorientierung, insbesondere bei den kommerziell erhältlichen Bauelementen. Die semi- und non-polaren Ausrichtungen zeigen dagegen in der Heteroepitaxie noch eine deutlich schlechtere kristalline Qualität [148]. Für elektronische Bauelemente kann das bewusste Ausnutzen der internen Polarisationsfelder in den Wurtzit-Strukturen entlang der c-Achse sogar einen wesentlichen Vorteil gegenüber den non-polaren Ausrichtungen bieten, da durch die elektrischen Felder die Ladungsträger an den Grenzflächen gezielt lokalisiert werden können. Eine anzustrebende Orientierung der GaN-Kristallite auf den Si(001)-Substraten war daher die parallele Ausrichtung der Basalflächen zur Waferoberfläche.

Aus den Untersuchungen an Proben mit AlGaIn/GaN-Pufferstrukturen auf Si(001) war abzuleiten, dass AlN-Zwischenschichten, die bei hohen Wachstumstemperaturen oberhalb etwa 1100°C abgeschieden wurden, den Anteil der c-achsenorientierten GaN-Kristallite in der Hauptschicht verstärken. Die Kristallite einer bei 1185°C gewachsenen, nominell 300 nm dicken, einzelnen AlN-Schicht auf einer AlN-Keimschicht (630°C) auf Si(001) zeigten zudem, im Gegensatz zu den GaN-Schichten, bereits ohne zusätzliche Pufferstruktur eine sehr leichte Präferenz der c-Achsenorientierung (Abbildung 6.8). In den folgenden Untersuchungen wurde deswegen bereits die Depositionstemperatur der AlN-Keimschichten von den standardmäßig verwendeten 680°C bis auf 1145°C stark erhöht. Durch die heißere Abscheidetemperatur der Keimschicht kann es bereits während des Aufheizens, in Abhängigkeit vorangegangener Wachstumsdurchgänge, vermehrt zu Ausgasungen aus den Wänden und den Quarzbestandteilen des MOVPE-Reaktors kommen. Insbesondere wurde bei einem vergleichbaren Reaktortyp eine Kontamination der Substratoberfläche mit Ga-Atomen nachgewiesen [149]. An den eigenen Proben war mit steigender Temperatur der AlN-Keimschicht eine zunehmende radiale Inhomogenität der Schichtqualität zu erkennen, wobei hauptsächlich der Randbereich der Wafer verstärkt Ätzeffekte und eine deutlich schlechtere Morphologie aufwies. Für das Wachstum von Hochtemperatur-AlN-Keimschichten musste daher der Reaktor vor jedem Wachstumsdurchgang bei maximaler Temperatur (1200°C, 10 min) ausgeheizt und somit gereinigt werden, wodurch wesentlich homogenere laterale Schichteigenschaften und eine bessere Reprodu-

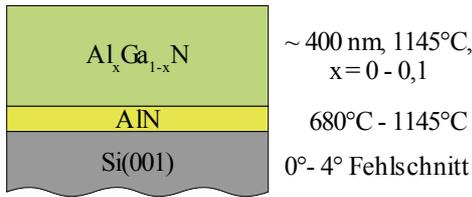


Abbildung 3.46: Schematischer Schichtaufbau der Teststrukturen mit *c*-achsenorientierten Kristalliten.

zierbarkeit der Ergebnisse erreicht wurden. In der sich anschließenden, etwa 400 nm dicken Hauptschicht wurde außerdem statt reinem GaN nun ternäres  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  mit einem Aluminiumanteil von etwa 10% abgeschieden, wodurch die Ätzeffekte mit dem Silizium-Substrat deutlich reduziert werden sollten. Des Weiteren war dadurch eine Verringerung der Kristallitdurchmesser zu erwarten, da die Beweglichkeit der Al-Atome auf der Waferoberfläche bei gleicher Depositionstemperatur geringer ist als die der Ga-Atome [150].

In Abbildung 3.46 ist eine schematische Darstellung des verwendeten Schichtaufbaus gezeigt.

Mit steigender Wachstumstemperatur der AlN-Keimschichten von  $680^\circ\text{C}$  auf  $1145^\circ\text{C}$  innerhalb einer Probenreihe nahm die kristalline Qualität der  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Hauptschicht stetig zu. Der Anteil der *c*-achsenorientierten Kristallite vergrößerte sich dabei kontinuierlich, wie aus den entsprechenden Röntgenbeugungsmessungen in Abbildung 3.47 und der um den Faktor 300 gestiegenen Intensität der  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}(0002)$ -Reflexion abzuleiten ist. Darüber hinaus waren bei Depositionstemperaturen von oberhalb  $1000^\circ\text{C}$  in den Messungen auch keine anderen Reflexionen von konkurrierenden Kristallorientierungen mehr aufzulösen, insbesondere auch keine  $(10\bar{1}2)$ -Orientierung. Daraus folgt, dass bei Verwendung einer solchen Hochtemperatur-AlN-Keimschicht hexagonale Gruppe-III-Nitridverbindungen auf Si(001)-Substraten abgeschieden werden können, die ausschließlich eine *c*-Achsenorientierung aufweisen. Um die Verkippung der Kristallite zu bestimmen, wurden Röntgenbeugungs  $\omega$ -scans an der  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}(0002)$ -Reflexion durchgeführt. Die Halbwertsbreite der entsprechenden Beugungsmaxima verringert sich demnach mit steigender Temperatur von  $\Delta\omega \approx 25^\circ$  bei  $680^\circ\text{C}$  auf bis zu  $\Delta\omega = 0,8^\circ$  bei  $1145^\circ\text{C}$ , wobei ab etwa  $1000^\circ\text{C}$  eine Sättigung eintritt (Abbildung 3.48). Der ausgeprägte Intensitätsanstieg der  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}(0002)$ -Reflexion in den 2:1-Messungen ist somit zum einem in dem Wegfall der konkurrierenden Kristallorientierungen und

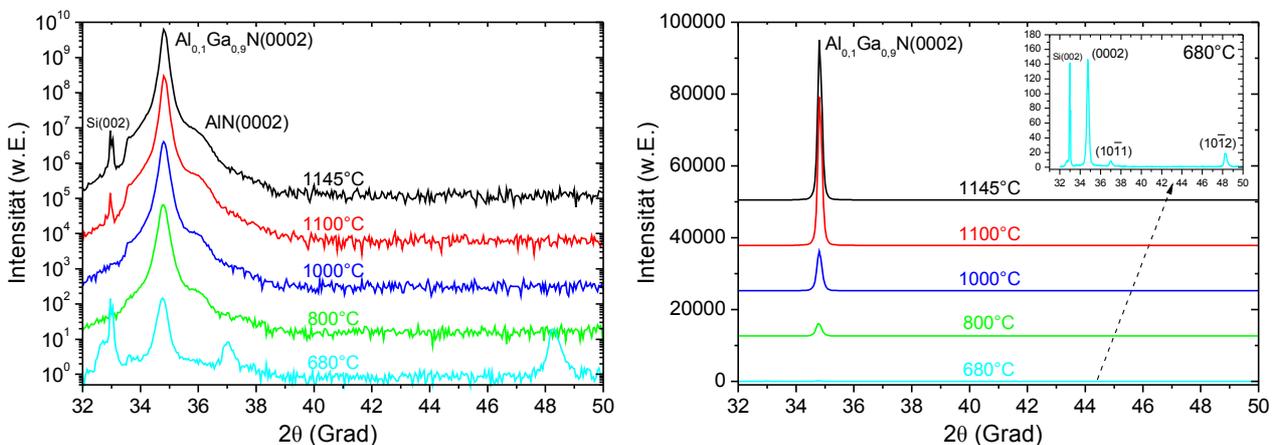


Abbildung 3.47: Röntgenbeugungsspektren einer Probenreihe von  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Schichten auf exakt orientierten  $\text{Si}(001)$ -Substraten mit steigenden Wachstumstemperaturen der AlN-Keimschichten.

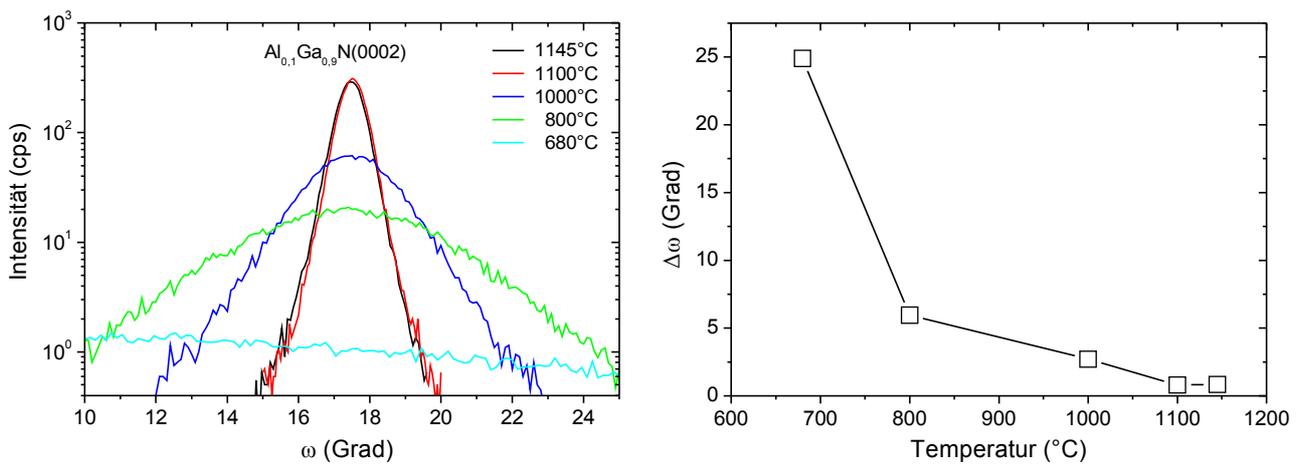


Abbildung 3.48: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans des  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N(0002)$ -Reflexes in Abhängigkeit der steigenden Wachstumstemperaturen der AlN-Keimschichten [151].

zum anderen in der kleineren statistischen Abweichung von der exakt senkrechten Ausrichtung der c-Achsen der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Kristallite zur Probenoberfläche begründet [151].

Die simultan gewachsenen Proben auf Si(111)-Substraten zeigen im Vergleich dazu nur eine geringe Abhängigkeit von der Depositionstemperatur der AlN-Keimschicht. Die Verkipfung der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Kristallite vergrößert sich zwar ebenfalls etwas mit fallender Temperatur, relativ ist dieses Verhalten jedoch deutlich schwächer ausgeprägt (Abbildung 3.49). Aus der gleichzeitig ansteigenden Intensität des AlN(0002)-Beugungspeaks bei Si(111) ist zudem abzuleiten, dass die Wachstumsrate der zugehörigen AlN-Keimschicht mit fallender Temperatur zunimmt [152], weshalb die Qualitätszunahme der unverändert gewachsenen  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Hauptschichten auf den Si(001)-Substraten bei steigenden Temperaturen direkt auf eine Abnahme der statistischen Verkipfungen bereits in der Keimschicht zurückzuführen ist, nicht jedoch auf eine einfache Zunahme der Keimschichtdicke. Zur weiteren Überprüfung dieses Effektes wurde bei einer konstanten Wachstumstemperatur von 1145°C die Wachstumsdauer der AlN-Keimschicht von 1 bis 8 Minuten vari-

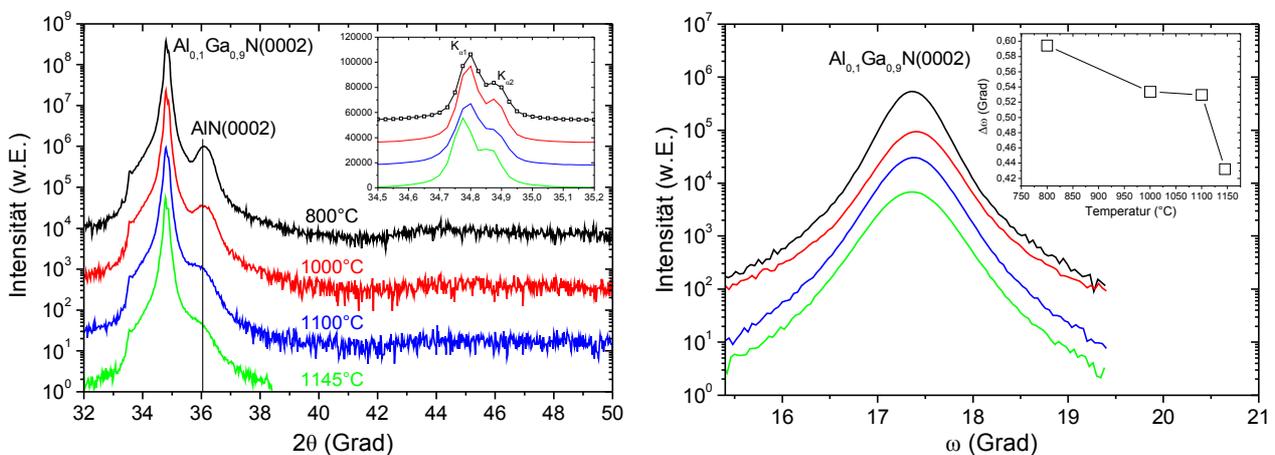


Abbildung 3.49: Röntgenbeugungsspektren einer Probenserie von  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Schichten auf Si(111)-Substraten mit steigenden Wachstumstemperaturen der AlN-Keimschichten (links) und zugehörige  $\omega$ -scans am  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N(0002)$ -Reflex (rechts).

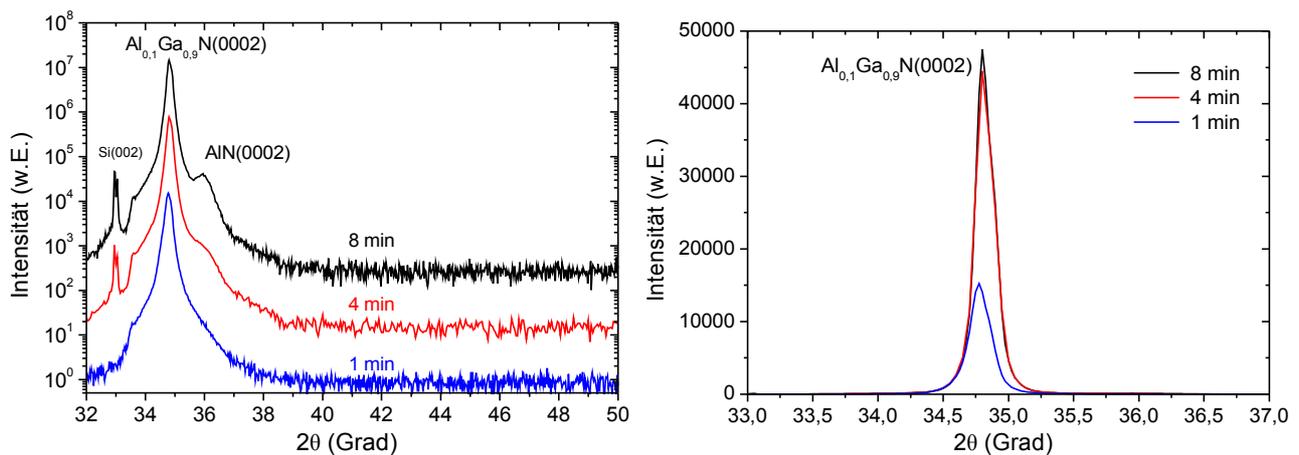


Abbildung 3.50: Röntgenbeugungsspektren einer  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Probenserie auf exakt orientierten  $Si(001)$ -Substraten mit steigender Wachstumsdauer der AlN-Keimschichten.

iert, und in Abbildung 3.50 sind die Röntgenbeugungsspektren dieser Probenserie gezeigt. Demnach ist kein wesentlicher Zusammenhang zwischen der Kristallorientierung in der Hauptschicht und der Dicke der Keimschicht erkennbar. Aufgrund verstärkter auftretender Ätzreaktionen mit dem Substrat bei der Probe mit der dünnsten AlN-Schicht, nimmt die gebeugte Intensität der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N(0002)$ -Reflexion zwar ab, die reine c-Achsenausrichtung bleibt jedoch bestehen. Der beobachtete Selektionsprozess der Kristallorientierung der Hauptschicht ist also primär nur durch die Depositionstemperatur der AlN-Keimschicht bestimmt.

Um die Oberflächenstruktur der HT-AlN-Keimschicht genauer zu untersuchen, wurde der Wachstumsprozess einer Probe nach einer AlN-Abscheidung von 4 min unterbrochen. Die Schicht besteht demnach aus etwa 10-20 nm großen, homogen verteilten Kristalliten, die jedoch nicht koalesziert sind, wie aus der FE-REM-Aufnahme in Abbildung 3.51 zu erkennen ist. Eine

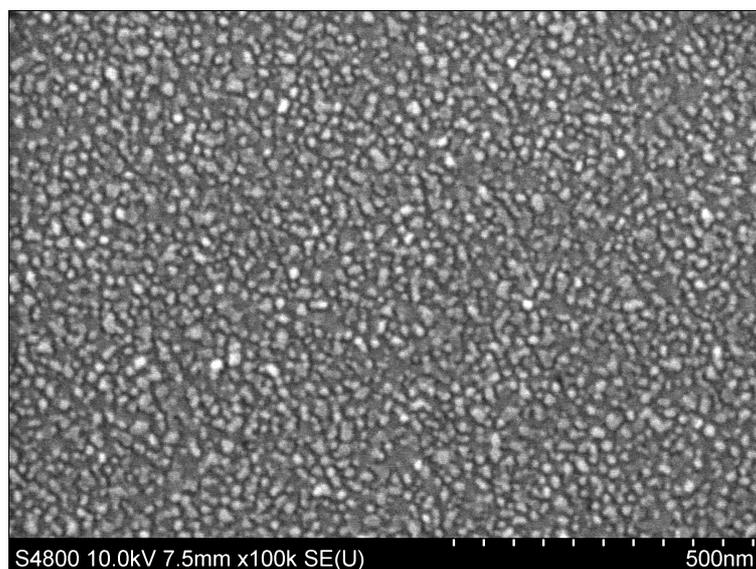


Abbildung 3.51: FE-REM-Aufnahme der Oberfläche einer bei  $1145^{\circ}C$  gewachsenen AlN-Keimschicht auf exakt orientiertem  $Si(001)$ -Substrat.

bestimmte Kristallitform oder bevorzugte Ausrichtungen lassen sich aus den FE-REM-Messungen allerdings nicht zweifelsfrei auflösen. Die Röntgenbeugungsmessung an dieser nominell nur etwa 20 nm dicken Einzelschicht zeigt jedoch, dass neben der sehr dominanten c-Achsenorientierung noch pulverartige AlN-Anteile vorhanden sind, deren genaue Quantifizierung jedoch aufgrund der geringen Beugungsintensität eingeschränkt ist (Abbildung 6.9).

Aus der Literatur und aus den Erfahrungen zum Wachstum von Gruppe-III-Nitriden auf Si(111) war bekannt, dass durch eine kurze Metallisierung der Substratoberfläche mit reinem Aluminium vor dem eigentlichen Abscheiden der AlN-Keimschicht, eine Nitridierung des Siliziums verhindert werden kann, und sich somit die kristallinen Eigenschaften der anschließenden Hauptschicht verbessern bzw. ein epitaktisches Aufwachsen erst ermöglicht wird [81, 153]. Auf einer dimerisierten  $2 \times 1$ -Si(001)-Oberfläche ist beim Aufbringen von Al-Atomen bei hohen Temperaturen oberhalb  $500^\circ\text{C}$  ein Aufbrechen der Dimere beobachtet worden [154], wobei pro Al-Atom 6 Si-Paarbindungen aufbrechen und eine  $3 \times 4$ -Zelle des Siliziums beansprucht wird. Die Al-Atome selbst sind dabei stochastisch auf der Oberfläche angeordnet. Um einen Einfluss dieser Metallisierung auf die Schichtqualität zu untersuchen, wurde die Depositionszeit des Aluminiums von 0 s auf 80 s gesteigert; dabei zeigte sich keine direkte Korrelation zwischen der c-Achsenorientierung der  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Kristallite und der Metallisierungsdauer (Abbildung 3.52). Wird jedoch ganz auf eine initiale Metallisierung verzichtet, so wird das epitaktische Wachstum deutlich gehemmt und die Probe zeigt verstärkt Ätzreaktionen, weshalb im Weiteren standardmäßig eine 10 s Al-Predeposition verwendet wurde. Die zunehmende Intensität des AlN(0002)-Reflexes mit steigender Depositionszeit trotz identischer Wachstumsparameter der AlN-Keimschichten kann mit einer nachträglichen Bildung von AlN aus der metallischen Al-Schicht unter dem Angebot von Stickstoff aus dem zerlegten  $\text{NH}_3$  erklärt werden. Die leichte Verschiebung des  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ (0002)-Reflexes zu einem kleineren Winkel bei der Probe mit 80 s Depositionszeit ist mit einer notwendigen Reinigung des Liner-Rohres und den daraus resultierenden etwas geringeren Wachstumstemperaturen zu begründen, wodurch der

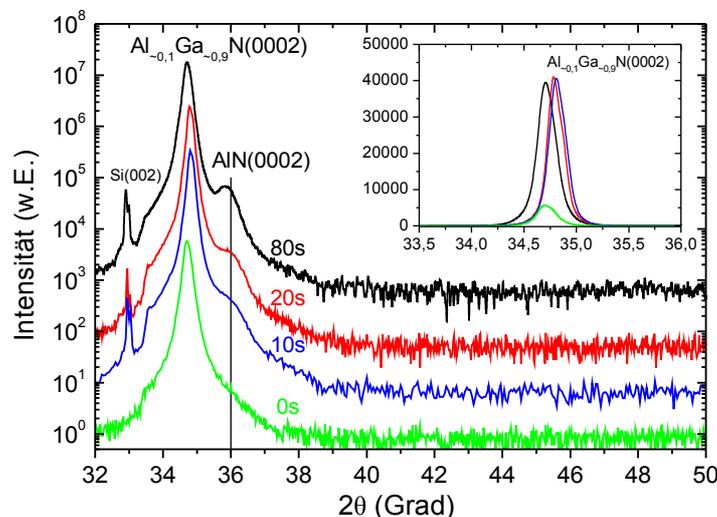


Abbildung 3.52: Röntgenbeugungsspektren einer  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Probenserie auf exakt orientierten  $\text{Si}(001)$ -Substraten mit steigender Dauer der Aluminium-Vordeposition.

eingebaute Ga-Anteil zunahm. In einer weiteren Probenserie wurde ein periodischer Wechsel von Metallisierung und AlN-Wachstum in einem 10fach Keimschicht-Übergitter in Abhängigkeit des  $\text{NH}_3$ -Angebotes untersucht. Insbesondere für hoch Al-haltige AlGaN-Verbindungen war bekannt, dass durch diese Methode eine signifikante Steigerung der kristallinen Qualität erreicht werden kann, da so chemische Vorreaktionen der Ausgangsstoffe im Reaktor unterdrückt werden [155, 156]. Aufgrund der nicht optimierten Wachstumsbedingungen bei den eigenen Versuchen konnte jedoch keine weitere Verbesserung der Schichtparameter erreicht werden bzw. die erhaltenen Werte waren sogar etwas schlechter als beim konventionellen Verfahren, weshalb dieser Ansatz nicht weiter angewandt wurde (Abbildung 6.10). Weitere, vertiefende Untersuchungen zum Einfluss einzelner Wachstumsparameter der AlN-Keimschicht auf die Probenqualität werden im Kapitel 3.3.3 zur Thematik einkristalliner GaN-Schichten vorgestellt.

Die Oberfläche einer etwa 400 nm dicken Standard-GaN-Schicht, die auf einer solchen Hochtemperatur-AlN-Keimschicht auf Si(001) abgeschieden wurde, wurde mittels FE-REM untersucht. Die etwa 1 bis 2  $\mu\text{m}$  großen GaN-Kristallite sind demnach alle c-achsenorientiert und besitzen eine ebene obere Begrenzung aus ihren Basalflächen; zudem wird die hexagonale Symmetrie der Wurtzitstruktur deutlich (Abbildung 3.53). Im Gegensatz zu einer identisch gewachsenen Vergleichsprobe auf Si(111) ist die Schicht auf Si(001)-Substrat jedoch nicht koalesziert. Vielmehr bilden sich zwischen den einzelnen Kristalliten scharfe Korngrenzen aus, die vorzugsweise parallel in eine  $\text{GaN}\langle 11\bar{2}0 \rangle$ -Richtung ausgerichtet sind [157]. Ein gleichartiges Resultat ergibt sich bei einem abrupten Wechsel der Gruppe-III-Quelle von TMAI zu TMGa nach einem 40 s AlN-Keimschichtwachstum ohne weitere Änderung der Reaktorbedingungen (Abbildung 6.11). Aus dem Auftreten der Korngrenzen und den azimuthalen Ausrichtungen der Kristallitkanten ist abzuleiten, dass die angrenzenden Kristallite um ihre c-Achse gegeneinander verdreht sind und somit ein einkristallines Zusammenwachsen verhindert wird. Um diese Verdrehung genauer zu bestimmen, wurde in einem Röntgenbeugungs- $\phi$ -scan die Probe um ihre Oberflächennormale gedreht und die

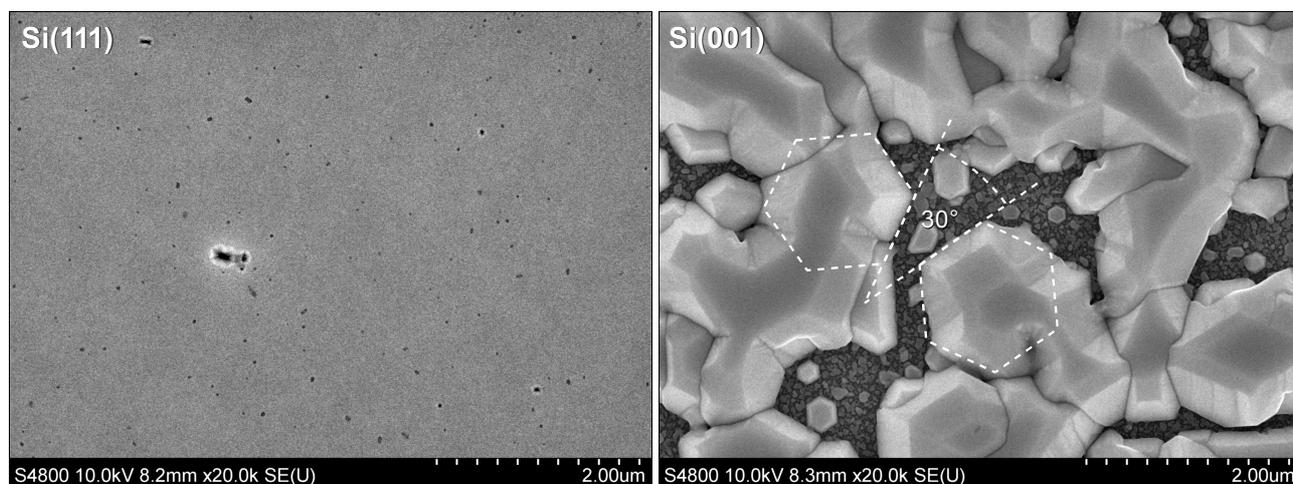


Abbildung 3.53: FE-REM-Aufnahme der Oberfläche einer nominell 400 nm dicken GaN-Schicht auf einer bei 1145°C gewachsenen AlN-Keimschicht auf exakt orientiertem Si(001)-Substrat (rechts) mit den schematisch eingezeichneten Ausrichtungen der GaN-Basalflächen. Vergleichend dazu die identische Schichtstruktur auf Si(111) (links) [158].

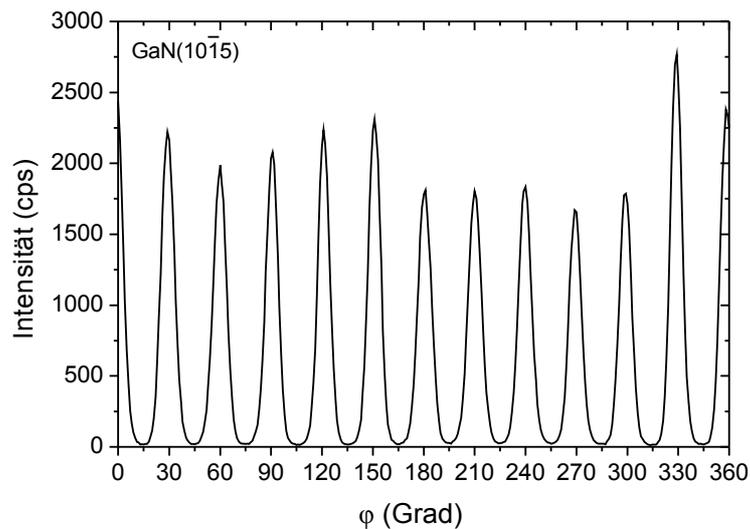


Abbildung 3.54: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scan der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer GaN-Schicht auf einer HT-AlN-Keimschicht auf exakt orientiertem Si(001). Ein Azimut von  $\phi = 0^\circ$  entspricht der Si[110]-Richtung.

Beugungsreflexe der asymmetrischen  $\text{GaN}\{10\bar{1}5\}$ -Netzebenen vermessen. Aufgrund der Symmetrieeigenschaften des hexagonalen Gitters treten diese äquivalenten Netzebenen genau sechs mal auf, weshalb im Fall nur einer alleinigen kristallographischen Ausrichtung des GaN in der entsprechenden Messung sechs Intensitätspeaks im Winkelabstand von  $\Delta\phi = 60^\circ$  zu erwarten wären; bei einer azimuthalen Gleichverteilung ergäbe sich dagegen ein homogener Intensitätsverlauf. Die Messung der GaN-Schicht auf einer HT-AlN-Keimschicht auf Si(001) in Abbildung 3.54 zeigt aber genau 12 Beugungsmaxima im periodischen Abstand von  $\Delta\phi = 30^\circ$ . Daraus folgt, dass in der GaN-Schicht genau zwei konkurrierende azimuthale Kristallitausrichtungen vorliegen, die um die c-Achse um  $90^\circ$  gegeneinander verdreht sind.

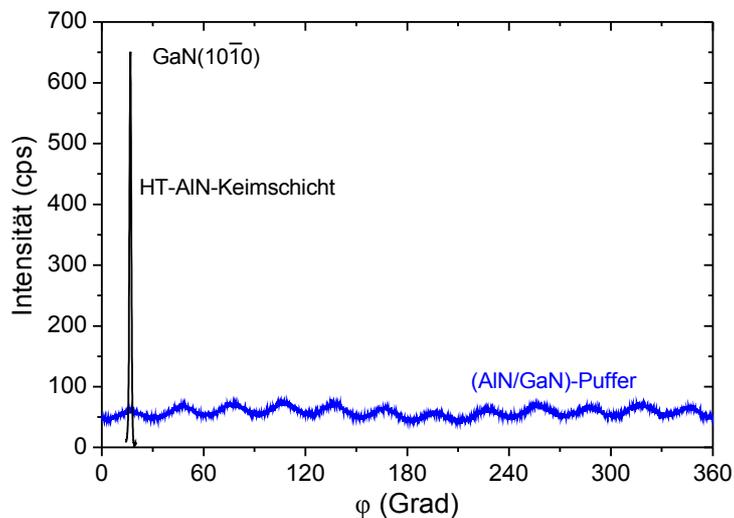


Abbildung 3.55: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans am  $\text{GaN}(10\bar{1}0)$ -Reflex unter streifendem Einfall an einer GaN-Schicht auf einer HT-AlN-Keimschicht (schwarz) im Vergleich zu einer Probe mit einer 30-fach (AlN/GaN)-Pufferschicht (blau) auf exakt orientierten Si(001)-Substraten [157].

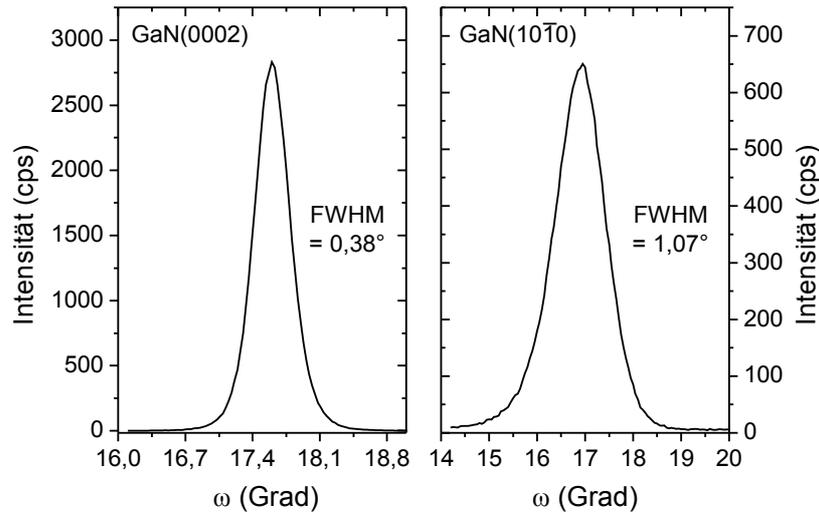


Abbildung 3.56: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans am GaN(0002)-Reflex und am GaN(10 $\bar{1}$ 0)-Reflex zur Bestimmung der statistischen Verkippung (links) bzw. der Verdrehung (rechts) von GaN-Kristalliten auf einer HT-AlN-Keimschicht auf exakt orientiertem Si(001).

Dieses Ergebnis wird zudem durch die auftretenden Winkel von  $30^\circ$  zwischen den Kristallitkanten in der FE-REM-Aufnahme bestätigt [158] und korrespondiert mit den Resultaten, die bereits an den Proben mit c-achsenorientiertem GaN auf (AlN/GaN)-Übergitterstrukturen auf Si(001) gewonnen wurden (Abbildung 3.17). Im direkten Vergleich konnten jedoch die statistischen Verdrehungen der Kristallite durch die HT-AlN-Keimschicht signifikant reduziert werden, wie aus der deutlich kleineren Halbwertsbreite der GaN(10 $\bar{1}$ 0)-Reflexionen im Röntgenbeugungs- $\phi$ -scan abzuleiten ist (Abbildung 3.55). Die quantitative Auswertung der entsprechenden Beugungsreflexe ergab bei der besten Probe eine statische Verdrehung der Kristallite um die c-Achse von  $\Delta\omega = 1,07^\circ$  und eine Verkippung der Basalebenen zur Substratoberfläche von  $\Delta\omega = 0,38^\circ$  (Abbildung 3.56). Dabei konnte zwischen den beiden Texturkomponenten kein Qualitätsunterschied nachgewiesen werden. Die erreichten Halbwertsbreiten liegen damit noch deutlich über den Werten für GaN auf Si(111), die bei vergleichbarer Struktur bei etwa 500-800" Verkippung und etwa 800" Verdrehung liegen [158].

Das Auftreten der zwei um  $90^\circ$  verdrehten Kristallitausrichtungen kann vereinfacht mit den beiden senkrecht zueinander verlaufenden Dimerausrichtungen der Si(001)-Oberfläche erklärt werden. Um einkristalline und koaleszierte GaN-Schichten auf Si(001) realisieren zu können, ist die Selektion nur einer azimuthalen Ausrichtung notwendige Voraussetzung. Daher wurde wieder die Oberflächensymmetrie der Si(001)-Substrate durch eine leichte Fehlorientierung der Netzebenen zur Oberfläche beeinflusst. Innerhalb einer Probenserie wurde der Winkel des Fehlschnitts von  $0^\circ$  auf  $4^\circ$  gesteigert und der jeweilige Einfluss auf die Kristallqualität der Al<sub>0,1</sub>Ga<sub>0,9</sub>N-Schichten auf HT-AlN untersucht. In Abbildung 3.57 sind FE-REM-Aufnahmen der Probenoberflächen dieser Serie vergleichend dargestellt, welche verdeutlichen, dass der Anteil von x = 0,1 Aluminium in der Hauptschicht eine Verkleinerung der Kristallitdurchmesser gegenüber reinem GaN von ca. 90% auf

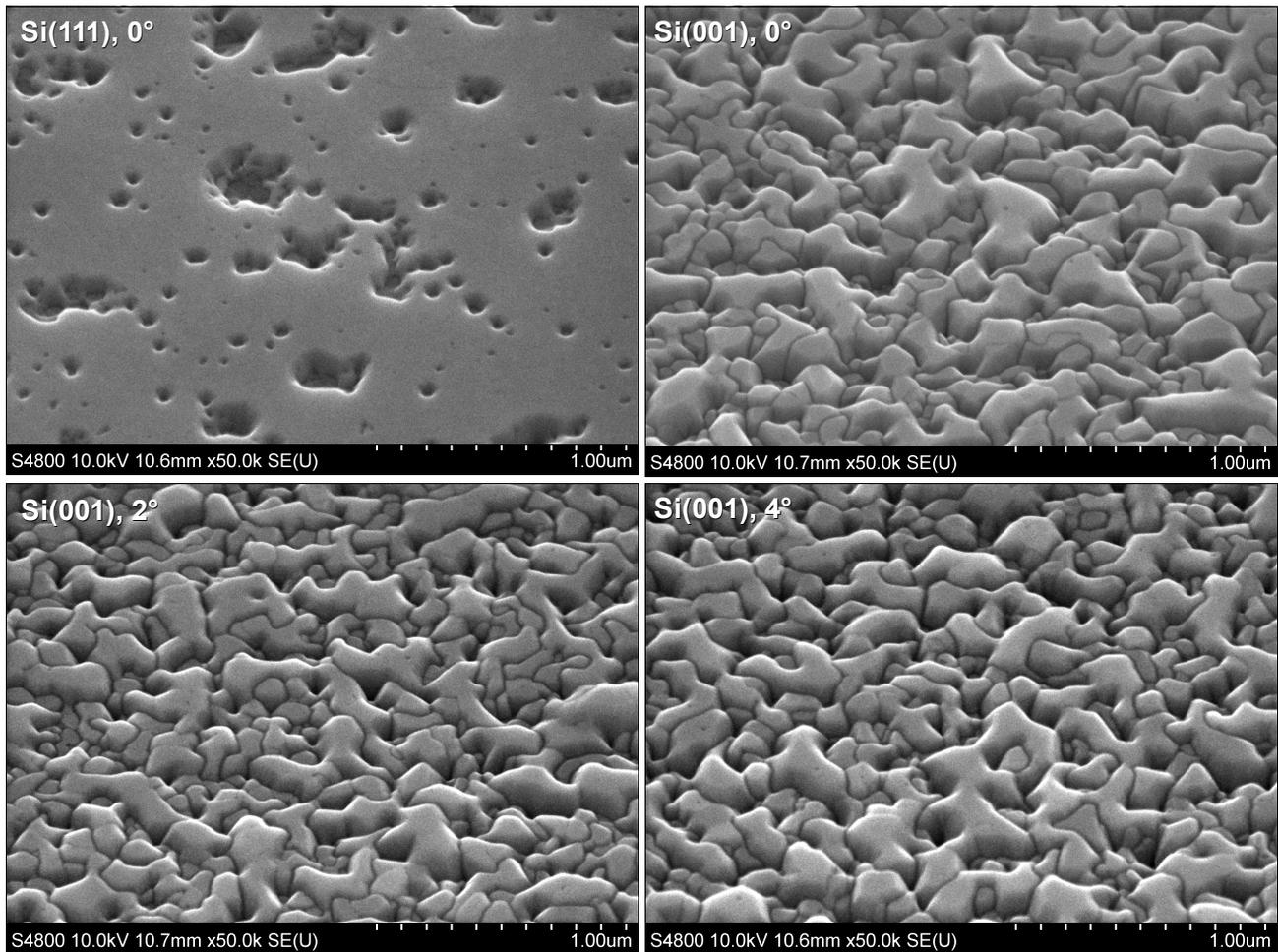


Abbildung 3.57: FE-REM-Aufnahmen der Oberfläche von ca. 400 nm dicken  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Schichten auf einer HT-AlN-Keimschicht ( $1145^\circ$ ) auf Si(001) in Abhängigkeit der Fehlorientierung. Vergleichend dazu eine identisch gewachsene Probe auf Si(111).

etwa 100-300 nm bewirkt. Die Kristallitkanten folgen zudem weniger ausgeprägt den Netzebenenverläufen der  $\{10\bar{1}0\}$ -Mantelflächen. Die Anzahl, die Verteilung und die Form der Korngrenzen zwischen den verschiedenen ausgerichteten Kristalliten zeigen jedoch keine offensichtliche Abhängigkeit von der Fehlorientierung der Si(001)-Substrate und die Schichtqualität bleibt nahezu unverändert.

Um die beiden azimutalen Texturkomponenten in Abhängigkeit der Fehlorientierung für eine quantitative Analyse unterscheiden zu können, wurden Röntgenbeugungs- $\omega$ - $\phi$ -maps an den  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N(10\bar{1}0)$ -Reflexionen in Transmissionsgeometrie durchgeführt. Bei den unverkippten Si(001)-Substraten ergeben sich aufgrund der hexagonalen Kristallstruktur bei der Drehung um die Oberflächennormale um  $\phi$  genau 12 Interferenzmaxima, die alle bei einer Probenneigung von  $\omega = 2\theta/2 = 16,24^\circ$  die maximale Intensität aufweisen (Abbildung 3.58). Das heißt, dass der entsprechende Beugungsvektor bei allen Reflexionen genau parallel zur der Probenoberfläche verläuft und somit beide Texturkomponenten genau c-achsenorientiert sind. Bei der Probe mit  $4^\circ$  Fehlorientierung weist hingegen eine Texturkomponente eine leichte Neigung der Kristallite von ca.  $0,52^\circ$  in Richtung des Fehlschnittes auf, wie aus dem sinusförmigen Verlauf der zugehörigen Maxima im

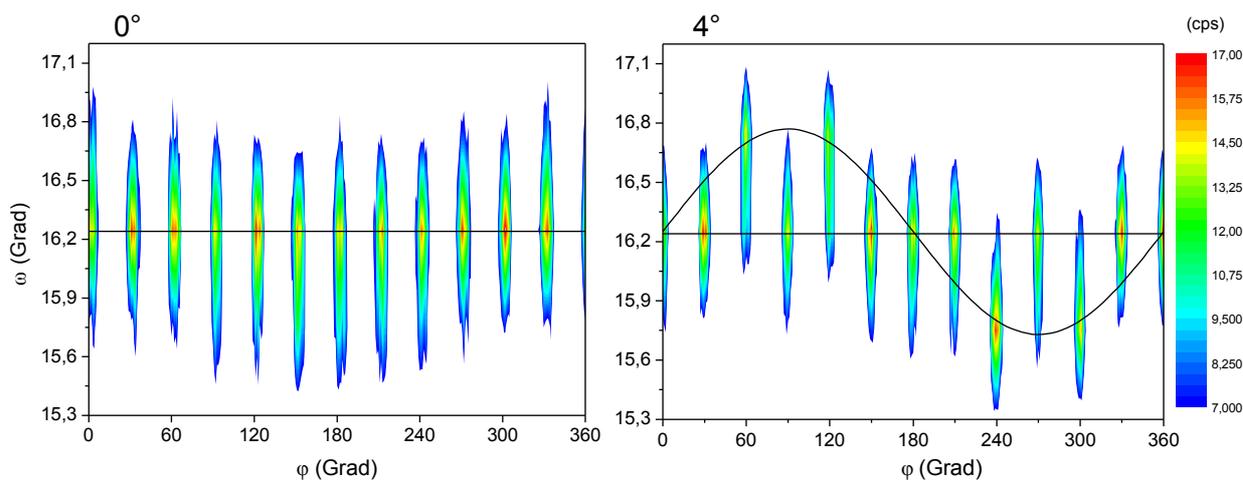


Abbildung 3.58: Röntgenbeugungs- $\omega$ - $\phi$ -maps des  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N(10\bar{1}0)$ -Reflexes in Transmissionsgeometrie einer Probe mit  $0^\circ$  Fehlorientierung (links) und mit  $4^\circ$  Fehlorientierung des  $Si(001)$ -Substrates (rechts).

$\omega$ - $\phi$ -map abzuleiten ist, während die konkurrierende Ausrichtung nahezu unbeeinflusst bleibt. Damit ist in Abhängigkeit des Fehlschnittes eine Asymmetrie zwischen den beiden Texturkomponenten nachgewiesen. Die Winkelposition  $\phi = 0^\circ$  in der Röntgenbeugungsmessung entspricht einer azimuthalen Einstrahlung in  $Si[1\bar{1}0]$ -Richtung, das heißt der Beugungsvektor ist dort parallel zu den Stufen ausgerichtet. Damit ergibt sich die in Abbildung 3.59 schematisch dargestellte Konstellation zwischen der Silizium-Oberfläche und den Ausrichtungen der c-Flächen der AlN-Texturkomponenten auf  $4^\circ$  fehlgeschnittenen Substraten.

Eine mögliche Erklärung, dass der Neigungswinkel der c-Achse viel kleiner ist als der Fehlschnitt der Substrate von  $4^\circ$ , beziehungsweise dass keine Neigung auftritt, kann zum einen mit einer geringen epitaktischen Korrelation zwischen  $AlN(000\bar{1})$  und  $Si(001)$  aufgrund der nicht übereinstimmenden Gittersymmetrie gegeben werden, weshalb das Wachstum eines regulären Wurtzitgitters erst nach einigen glättenden Atomlagen startet. Zum anderen ist die Größe der AlN-Kristallite

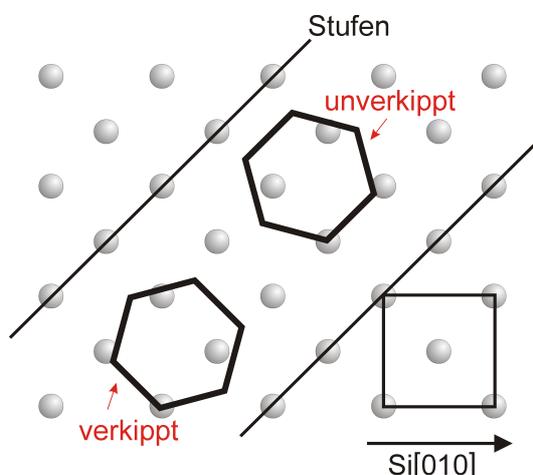


Abbildung 3.59: Schematische Darstellung der auftretenden gegensätzlichen in-plane Ausrichtungen der Basalflächen der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Kristallite in Relation zur Substratorientierung von vizinalem  $Si(001)$ .

zu beachten. Diese besitzen nach Abbildung 3.51 einen Durchmesser von etwa 10-20 nm, während der nominelle mittlere Stufenabstand auf der Siliziumoberfläche bei Annahme von Doppelstufen in Si[110]-Richtung bei einem Fehlschnitt von  $4^\circ$  nur etwa 3,9 nm beträgt; bei zusätzlich auftretenden Monostufen entsprechend weniger. Somit überwachsen die AlN-Kristallite der Keimschicht mehrere dieser atomaren Si-Stufen. Durch Ausbildung einer kohärent verkippten Kristallorientierung mit nur wenigen gemeinsamen atomaren Bindungen kann die Gesamtgrenzflächenenergie zwischen zwei Schichten unterschiedlicher Gitterkonstanten reduziert werden [159, 160, 161], da die notwendigen Verformungen des Kristalls und die notwendigen Versetzungen energetisch aufwendiger wären als der Energiegewinn durch die Absättigung aller freien Orbitale. Da sich die effektiven Netzebenenabstände der AlN-Kristallite in AlN[10 $\bar{1}$ 0]- und in AlN[2 $\bar{1}$  $\bar{1}$ 0]-Richtung um den Faktor  $\sqrt{3}/2$  unterscheiden und zusätzlich die atomaren Anordnungen an den Typ A und Typ B Stufen des Siliziums voneinander abweichen (Abbildung 2.5), ist ein unterschiedlicher kohärenter Kippwinkel der beiden azimuthalen Kristallitanordnungen des AlN zu erwarten. Dieser wäre dann von der Flächenbelegung des Siliziums, von der Keimschichtkomposition oder der Wachstumstemperatur abhängig. Weitere Untersuchungen zu diesem Effekt werden im Kapitel 3.3.3 vorgestellt.

### 3.3.2. SiN-Maskierung

Eine aus der Literatur bekannte Möglichkeit, die kristalline Qualität von GaN-basierten Schichtsystemen weiter zu verbessern, ist das so genannte ELO\*-Verfahren. Dabei werden auf der Waferoberfläche lokal begrenzte Bereiche definiert, auf denen durch eine aufgebrachte Maskierung das senkrechte Wachstum der Schicht unterbrochen wird. Die unbedeckten Bereiche bleiben ungestört und können im anschließenden epitaktischen Abscheideprozess die maskierten Segmente lateral überwachsen. Insbesondere senkrecht verlaufende Versetzungslinien können durch diesen Ansatz signifikant reduziert werden, da diese an den Masken blockiert werden bzw. oberhalb des maskierten Gebietes abknicken [162]; zudem ist der Spannungszustand in den überwachsenen Bereichen im Allgemeinen reduziert [163].

Im Fall der c-achsenorientierten GaN-Schichten auf Si(001)-Substraten war jedoch die primäre Herausforderung zunächst die Selektion einer alleinigen azimuthalen Ausrichtung, um einkristalline GaN-Schichten realisieren zu können. Beim ELO-Verfahren sind die überwachsenen Bereiche oberhalb der Maskierung nahezu unabhängig von der epitaktischen Vorgabe des Substrates. Vielmehr wird dort das laterale epitaktische Wachstumsverhalten des GaN neben den Abscheideparametern durch die kristallinen Orientierungen der ungestört gewachsenen GaN-Stege bestimmt. Wie in den vorherigen Abschnitten dargestellt wurde, existieren beim Wachstum von GaN auf Si(001) genau

---

\* englisch: epitaxial lateral overgrowth

zwei um  $90^\circ$  gegeneinander verdrehte, c-achsenorientierte Kristallitausrichtungen innerhalb dieser Stege. Durch die geeignete Wahl einer Maske mit einer parallelen Streifenstruktur sollte daher, je nach azimuthaler Ausrichtung der Maske bezüglich des Substrates, in den beiden Texturkomponenten eine jeweils andere, um  $90^\circ$  zueinander verdrehte Netzebenenschar parallel zu den Stufen der Maskierung ausgerichtet sein. Im speziellen Fall der Justierung der Maske in Si[110]-Richtung sind dies die GaN( $10\bar{1}0$ )- bzw. die GaN( $11\bar{2}0$ )-Ebenen. Die laterale Wachstumsgeschwindigkeit der Kristallite senkrecht zu den unterschiedlichen Netzebenen ist normalerweise verschieden, weshalb sich die niedrig indizierten und langsam wachsenden GaN( $10\bar{1}1$ )- oder GaN( $10\bar{1}0$ )-Flächen allgemein durchsetzen und sich die typische hexagonale Grundform bei einzelnen GaN-Kristalliten ausbildet. Da jedoch die mögliche laterale Ausbreitungsrichtung der GaN-Stege durch die maskierten Bereiche vorgegeben wird und für beide Texturkomponenten identisch ist, war zu erwarten, dass die Texturkomponenten bei gleicher Depositionsdauer einen unterschiedlichen Anteil an der überwachsenen Fläche über den Maskensegmenten haben. Das genaue Verhältnis zwischen den lateralen Wachstumsgeschwindigkeiten dieser beiden Netzebenen ist von den spezifischen Abscheideparametern abhängig. Für die GaN( $11\bar{2}0$ )-Ebenen war jedoch eine bis zu doppelt so schnelle Ausbreitung über die Maske zu erwarten [164] (Abbildung 6.4), wobei mit steigender Depositionstemperatur das pyramidale Wachstum unterdrückt wird [165]. Der verwendete Ansatz beruhte nun darauf, diese Asymmetrie in der Flächenbelegung auszunutzen und mit Hilfe darüber liegender Pufferschichtsysteme den kleineren Anteil zu eliminieren.

Auf die Oberfläche der Si(001)-Substrate wurde mittels PECVD eine Streifenmaske aus  $\text{Si}_x\text{N}_y$  aufgebracht. Die unbedeckte Stegbreite wurde dabei mit  $3,2\ \mu\text{m}$  so gewählt, dass sie ungefähr dem Kristallitdurchmesser des GaN auf den unstrukturierten Proben entspricht, und die Streifenbreite wurde zwischen  $3\ \mu\text{m}$  und  $19\ \mu\text{m}$  variiert. Die Ausrichtung des Streifenmusters zur Substratorientierung entsprach der Si[110]- oder der Si[100]-Richtung. In Abbildung 3.60 sind Nomarski-Aufnahmen der Oberfläche der so präparierten Substrate vom Gebiet der SiN-Maskierung gezeigt.

Die Standardoberflächenbehandlung der Siliziumsubstrate vor dem MOVPE-Wachstum mit mehreren chemischen Ätzschritten, insbesondere mit HF-Säure, hätte die SiN-Maske beschädigt. Daher wurden die Templates vor der Schichtdeposition im MOVPE-Reaktor bei  $1100^\circ\text{C}$  für 10 min unter  $\text{H}_2$ -Atmosphäre ausgeheizt, wodurch das native  $\text{SiO}_2$  von der unbedeckten Si(001)-Oberfläche

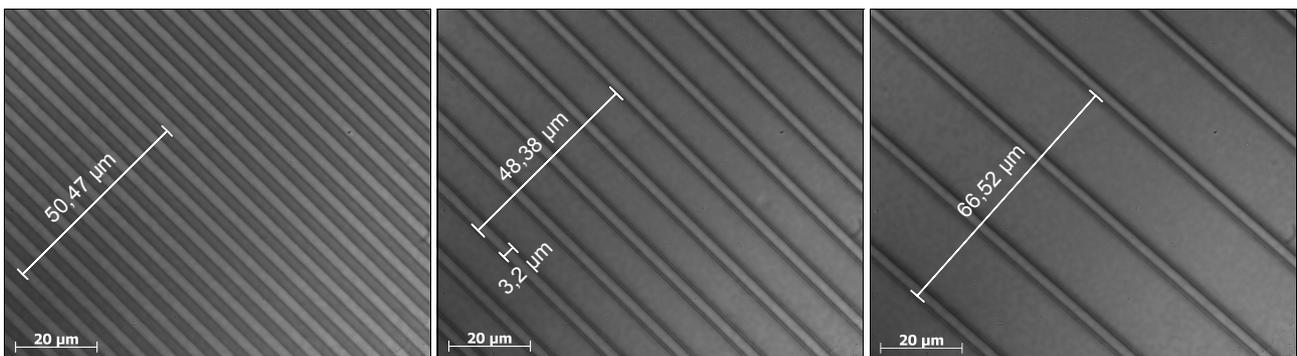


Abbildung 3.60: Nomarski-Aufnahmen der SiN-Maskierung direkt auf dem Si(001)-Substrat von Proben mit unterschiedlicher Maskenbreite.

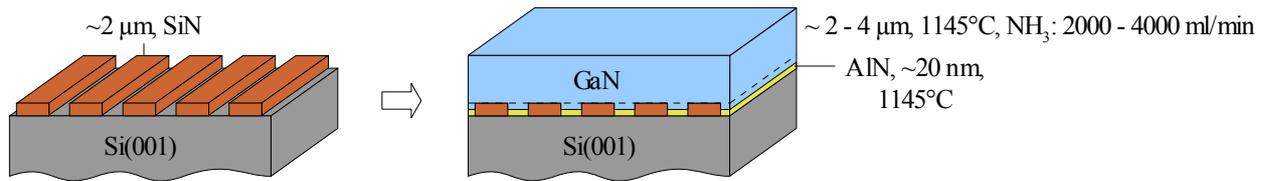


Abbildung 3.61: Schematischer Schichtaufbau der Teststrukturen mit einer SiN-Streifenmaskierung direkt auf dem Si(001)-Substrat.

entfernt werden sollte. Danach wurde eine etwa 20 nm dicke AlN-Keimschicht abgeschieden, gefolgt von einer Standard-GaN-Schicht, deren nominelle Dicke von 2 µm etwa der Stufenhöhe der SiN-Maske entsprach. Anschließend wurde das V/III-Verhältnis verdoppelt, um die laterale Ausbreitung des GaN in der überwachsenden Deckschicht zu beschleunigen [134, 166]. Ein schematischer Aufbau der geplanten Probenstruktur ist in Abbildung 3.61 dargestellt.

Nach der nominellen Wachstumszeit, bei der die offenen Bereiche der Maskierung vollständig bis auf Höhe der SiN-Fläche mit GaN geschlossen sein sollten, wurde an Teststrukturen das Wachstum unterbrochen. Aufgrund der auftretenden Migration der Ga-Atome von den maskierten Teilflächen zu den offenen Bereichen, ist die effektive Wachstumsrate des GaN in den Stegen höher als bei unmaskierten Substraten mit vergleichbaren Abscheidparametern [162], weshalb sich bereits erhöhte Streifen aus pyramidenförmigen GaN-Kristalliten bildeten. Diese Kristallite weisen dabei die erwarteten zwei azimuthalen Verdrehungen auf. Mit zunehmender Breite der maskierten Flächen steigt die nominelle Wachstumsrate an und zusätzlich ist ab etwa 10 µm eine steigende Anzahl von einzelnen, unausgerichteten GaN-Kristalliten auf den SiN-Flächen zu beobachten (Abbildung 3.62), wobei eine Abhängigkeit von der Streifenausrichtung nicht nachzuweisen ist.

Wird oberhalb von dieser Grundstruktur eine nominell 2 µm dicke GaN-Deckschicht abgeschieden, vergrößern sich diese vereinzelt Kristallite kontinuierlich oder es bilden sich zusätzlich

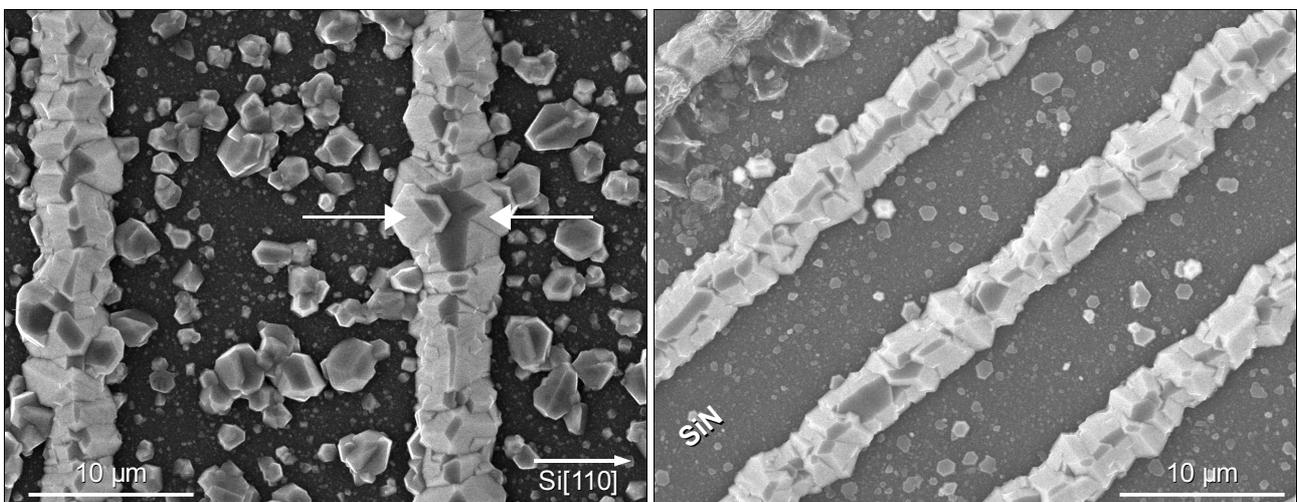


Abbildung 3.62: REM-Aufnahmen der Oberfläche von GaN-Kristalliten auf exakt orientiertem Si(001) im Bereich der SiN-Maskierung mit verschiedenen Streifenabständen und -orientierungen. Die beiden markierten Kristallite zeigen deutlich die möglichen, um 90° verdrehten azimuthalen Ausrichtungen des GaN.

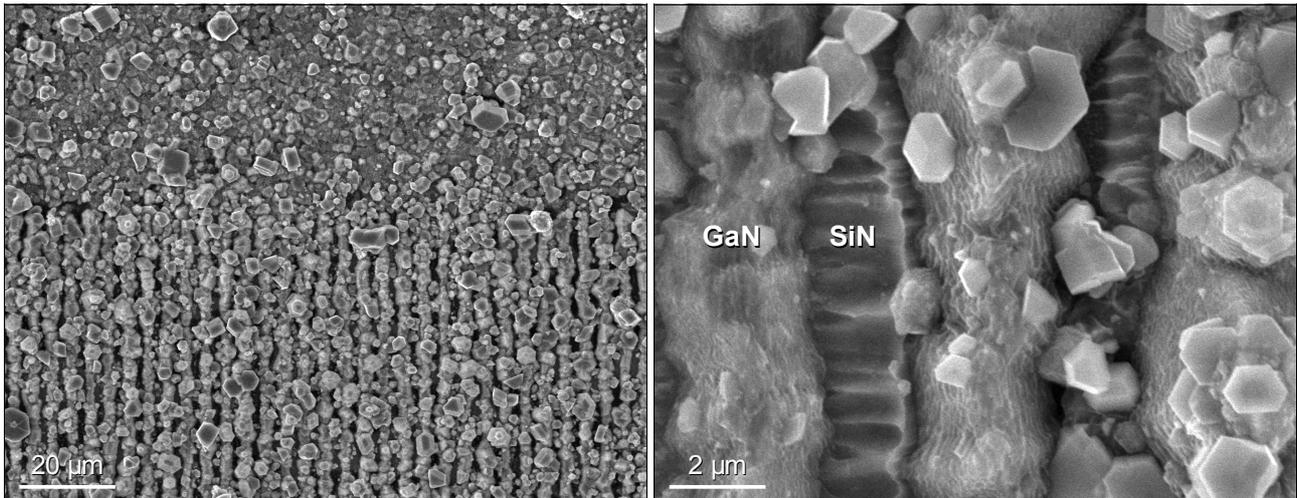


Abbildung 3.63: REM-Aufnahme einer insgesamt nominell 4 µm dicken GaN-Schicht mit polykristalliner Oberfläche auf SiN-maskiertem, exakt orientiertem Si(001)-Substrat (links). Die verätzte Schichtstruktur im Bereich der Maskierung einer identischen Probe (rechts).

neue Keime, welche zusammen das gleichmäßige Überwachsen der maskierten Bereiche verhindern. Die Probenoberfläche ist daher nicht geschlossen, sondern weist eine fast polykristalline Struktur auf. Darüber hinaus zeigen diese Proben großflächig sehr starke Ätzreaktionen mit dem Substrat, welche die Probestructur komplett zerstörten (Abbildung 3.63). Dieser Effekt ist nicht auf die strukturierten Bereiche begrenzt, sondern ist gleichmäßig auf der gesamten Waferoberfläche verteilt, insbesondere auch in den Bereichen einer geschlossenen SiN-Maske (Abbildung 6.12). Daraus ist abzuleiten, dass die Ätzreaktionen in der fehlenden AlN-Passivierung der Si(001)-Oberfläche unterhalb der SiN-Masken begründet sind und sich dann innerhalb des Substrats unterhalb der Maskierung ausbreiteten [81].

Deswegen wurde im Folgenden ein zweistufiger Herstellungsansatz verwendet. Im ersten Schritt wurde mittels MOVPE eine etwa 20 nm dicke AlN-Keimschicht auf die Si(001)-Substrate abgeschieden, gefolgt von einer etwa 40 nm dicken  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Pufferschicht. Auf diese Grundstruktur wurde anschließend mittels PECVD die SiN-Maskierung aufgebracht. Im zweiten MOVPE-Schritt wurde dann die eigentliche, 2-4 µm dicke GaN-Hauptschicht gewachsen. Die schematische Probenstruktur ist in Abbildung 3.64 dargestellt.

Durch die geschlossene AlN-Keimschicht auf der Siliziumoberfläche können die Ätzeffekte fast vollständig unterbunden werden. Da zudem die Al-haltigen Schichten bereits vor den SiN-Streifen abgeschieden werden und die Ga-Atome im Vergleich zu den Al-Atomen eine höhere Mobilität auf

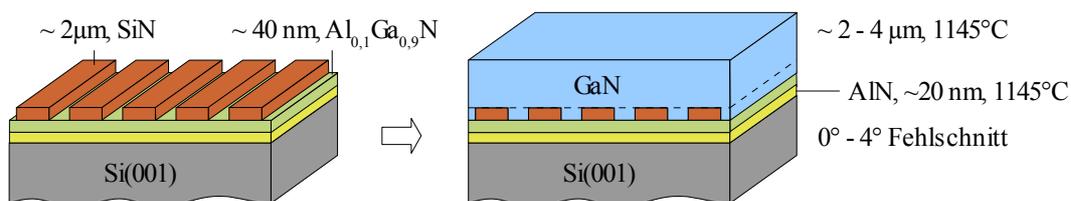


Abbildung 3.64: Schematischer Schichtaufbau der Teststrukturen mit einer SiN-Streifenmaskierung oberhalb der HT-AlN-Keimschicht auf Si(001).

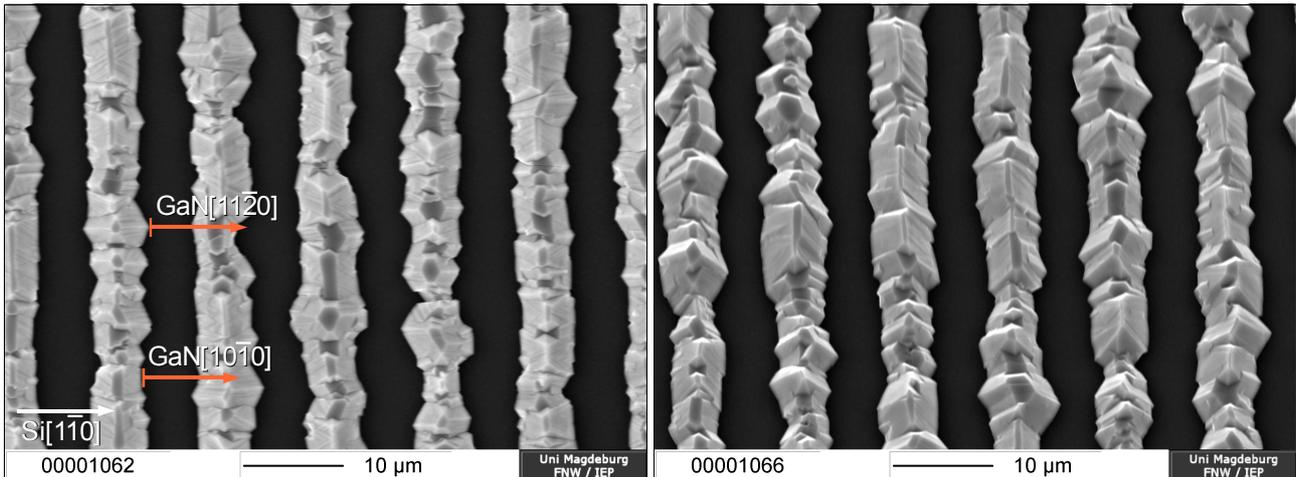
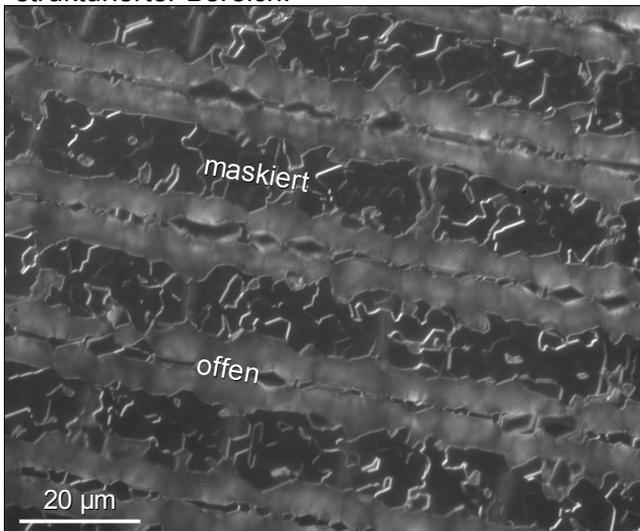


Abbildung 3.65: REM-Aufnahme einer GaN-Streifenstruktur auf einem SiN-maskierten AlN/AlGaN-Puffer auf exakt orientiertem Si(001). Die rechte Aufnahme zeigt die Probe unter einer Neigung von  $20^\circ$  in Streifenrichtung.

der Oberfläche besitzen  $[150]$ , kommt es zu keiner relevanten nachträglichen Bekeimung der SiN-Schichten mehr. Die maskierten Bereiche weisen somit fast keine vereinzelt Kristallite mehr auf, wie die REM-Aufnahmen in Abbildung 3.65 belegen. Das Verhältnis von lateraler zu vertikaler Wachstumsgeschwindigkeit des GaN ist jedoch zu gering, um senkrecht zur Streifenrichtung und innerhalb der durchgeführten Depositionszeit eine vollständig zusammengewachsene Fläche zu erhalten. Die GaN-Kristallite, bei denen die GaN $[11\bar{2}0]$ -Richtung senkrecht zu den Streifen verläuft, zeigen im Mittel ein etwas schnelleres Überwachsen der bedeckten Segmente, weshalb dieser Ansatz prinzipiell erfolgreich sein könnte.

Damit sich die notwendige Gesamtwachstumszeit der Proben verkürzt, wurde die  $2\ \mu\text{m}$  dicke SiN-Maske durch einen chemischen Ätzschritt für ca. 2 Sekunden in 5-prozentiger HF-Säure soweit

strukturiertes Bereich:



unstrukturierter Bereich / Probenmitte:

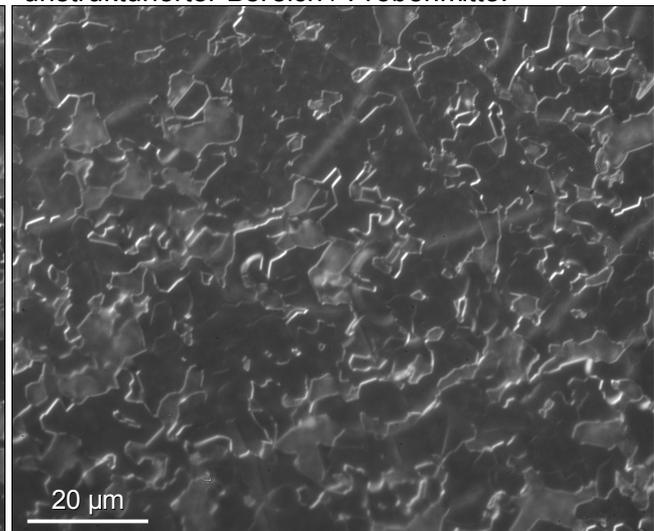


Abbildung 3.66: Nomarski-Aufnahmen der GaN-Oberfläche einer Probe mit gedünnter SiN-Maske auf einem AlN/AlGaN-Puffer auf exakt orientiertem Si(001) im Bereich der Streifenstruktur (links) und von der gleichmäßig mit SiN bedeckten Probenmitte (rechts).

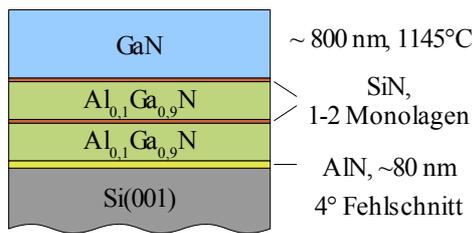


Abbildung 3.67: Schematischer Schichtaufbau der Proben mit SiN-Zwischenschichten.

gedünnt, dass sie im Lichtmikroskop nicht mehr nachzuweisen war. Die Depositionszeit der oberen GaN-Deckschicht wurde zudem vervierfacht, um die Stege koaleszieren zu lassen. Die Oberflächenstrukturen dieser Proben, die in der Wafermitte über einen gleichmäßig mit SiN bedeckten und unstrukturierten Bereich verfügten, wurden mittels Nomarski-Mikroskopie analysiert (Abbildung 3.66). Über den offenen Stellen der Streifenmaske sind demnach pyramidale GaN-Stege gewachsen, woraus abzuleiten ist, dass die SiN-Maske

durch den Ätzprozess nicht völlig entfernt worden ist. Auf den maskierten Segmenten hat sich diesmal jedoch ebenfalls eine GaN-Schicht ausgebildet, die eine geschlossene Oberfläche aufweist und offensichtlich nicht von den Stegen aus lateral in dieses Gebiet hinein gewachsen ist. Vielmehr konnte das Wachstum des GaN direkt auf der SiN-Schicht starten. Dieser Befund wird durch die auftretenden gleichen Oberflächenstrukturen im gleichmäßig bedeckten Bereich in der Probenmitte bestätigt, wo aufgrund des fehlenden Streifenmusters keine GaN-Stege vorhanden sind. Somit konnte erstmalig eine vollständig geschlossene Schicht aus c-achsenorientiertem GaN auf Si(001) realisiert werden. Aus den deutlich sichtbaren Korngrenzen zwischen den etwa 5-20  $\mu\text{m}$  großen Domänen kann jedoch abgeleitet werden, dass die beiden azimuthalen Ausrichtungen des GaN weiterhin vorhanden sind.

Da eine Streifenstrukturierung für eine geschlossene GaN-Schicht also nicht zwingend notwendig ist und die Dicke des SiN nur wenige Nanometer betragen konnte, wurde bei den folgenden Proben die Maskierung bereits während des MOVPE-Prozesses abgeschieden. Aus der

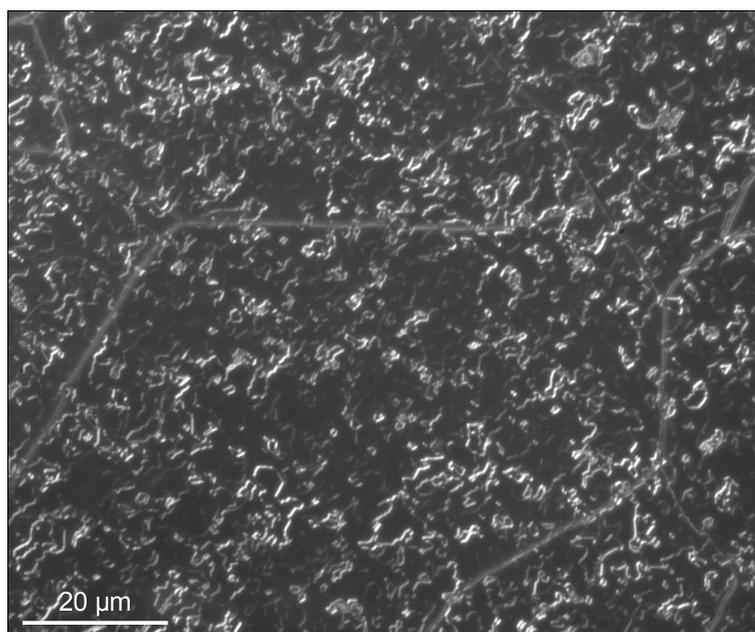


Abbildung 3.68: Nomarski-Aufnahme der Oberfläche einer GaN-Schicht auf in-situ gewachsenen SiN-Masken auf einem AlN/AlGaIn-Puffer auf exakt orientiertem Si(001).

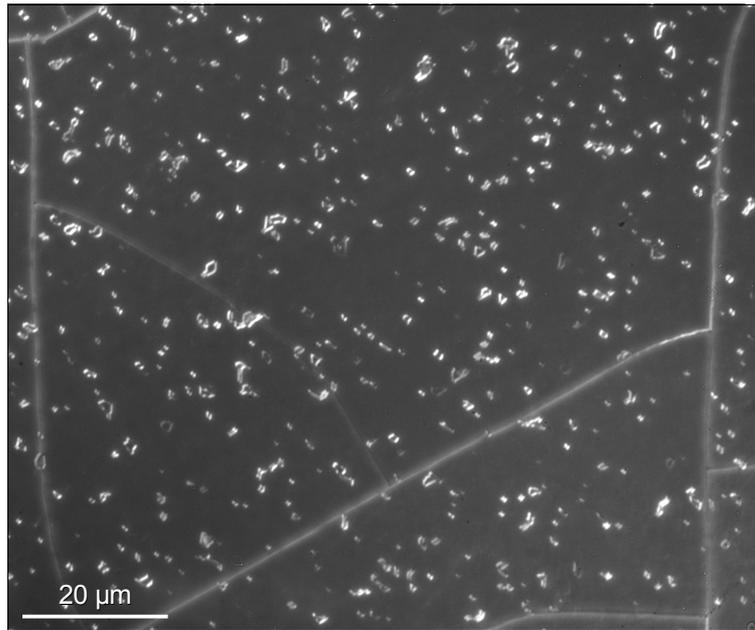


Abbildung 3.69: Nomarski-Aufnahme der Oberfläche einer GaN-Schicht auf einem AlN/AlGaIn-Puffer mit SiN-Zwischenschichten auf 4° fehlorientiertem Si(001).

Literatur und aus den eigenen Erfahrungen der Arbeitsgruppe ist bekannt, dass eine nominell nur 1-2 Monolagen dicke SiN-Zwischenschicht nicht vollständig geschlossen ist und als Nanomaske wirkt, auf der das GaN anschließend versetzungsarm epitaktisch aufwachsen kann [81, 167, 168]. Innerhalb der AlN/Al<sub>0,1</sub>Ga<sub>0,9</sub>N-Pufferstruktur und zwischen dem Puffer und der GaN-Hauptschicht wurden daher zwei solcher SiN-Schichten abgeschieden (Abbildung 3.67). In Abbildung 3.68 ist eine Nomarski-Aufnahme dieser Probe dargestellt, welche vergleichbare Oberflächenstrukturen zeigt wie die Probe mit der nachträglich gedünnten SiN-Maskierung und ebenfalls eine vollständig geschlossene GaN-Oberfläche besitzt. Zudem treten in der Probe erstmals thermische Risse auf, die auf eine gestiegene kristalline Qualität in der Schicht zurückzuführen sind. Die zusammenhängende Schicht bewirkt, dass sich die beim Abkühlen entstehenden thermischen Spannungen nicht mehr zwischen den unabhängig voneinander wachsenden Kristalliten abbauen können. Die beiden anteilsgleichen azimuthalen Komponenten des GaN sind ebenfalls wieder nachzuweisen.

Die gleiche Schichtstruktur wurde auf einem Substrat mit einer 4° Fehlorientierung in Si[110] gewachsen, um eine Asymmetrie auf die Substratoberfläche vorzugeben. Die Oberfläche dieser Probe besitzt eine wesentlich homogenere Morphologie und zeigt außerdem zusammenhängende kristalline Gebiete, die innerhalb der untersuchten Fläche nicht mehr durch Korngrenzen voneinander getrennt sind, wie aus den Nomarski-Aufnahmen in Abbildung 3.69 deutlich wird. Stattdessen schließen die Korngrenzen etwa 1-3 µm große Teilbereiche ein. Innerhalb der Teilflächen war eine Übereinstimmung der azimuthalen Ausrichtung des GaN anzunehmen, woraus folgt, dass eine Komponente bevorzugt ist.

Die kristalline Ausrichtung der GaN-Kristallite in der jeweiligen Hauptschicht wurde daher für beide Fehlorientierungen des Substrates mittels Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans am GaN(10 $\bar{1}$ 5)-Reflex untersucht (Abbildung 3.70). Demnach treten bei den nicht fehlorientierten Substraten beide

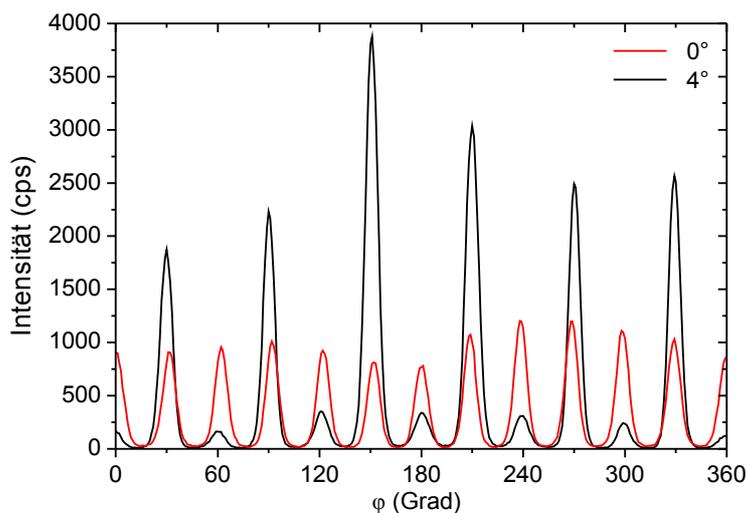


Abbildung 3.70: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer GaN-Schicht auf einem AlN/AlGaIn-Puffer mit SiN-Zwischenschichten auf einem Si(001)-Substrat mit  $0^\circ$  bzw.  $4^\circ$  Fehlorientierung.

Ausrichtungsmöglichkeiten gleich häufig auf, wie aus den etwa konstanten zugehörigen Beugungsintensitäten abzuleiten ist. Die Probe mit  $4^\circ$  fehlgeschnittener Substratorientierung zeigt hingegen erstmals eine deutliche Präferenz derjenigen Komponente, bei der die  $\text{GaN}\{10\bar{1}0\}$ -Flächen parallel zur Si[110]-Richtung ( $\phi = 0^\circ$ ) des Fehlschnittes angeordnet sind. Somit kann das Auftreten der großflächigen, koaleszierten Oberflächenbereiche im Nomarski-Bild direkt mit dieser nachgewiesenen Bevorzugung einer GaN-Komponente korreliert werden.

Zum unmittelbaren Nachweis dieses Zusammenhangs wurden an der fehlorientierten Probe ortsaufauflösende EBSD-Messungen durchgeführt. Der untersuchte Bereich und die Schrittweite wurden dazu so gewählt, dass eine von einer Oberflächenstufe umschlossene kleine Teilfläche analysiert wurde, die im Nomarski-Bild als Helligkeitskontrast sichtbar wird. Die flächige Darstellung der inversen Polfigur des resultierenden Beugungsbildes ermöglicht dann die lokale, farblich codierte Zuordnung der jeweiligen Orientierungen der GaN-Kristallite. Der direkte Vergleich mit einer

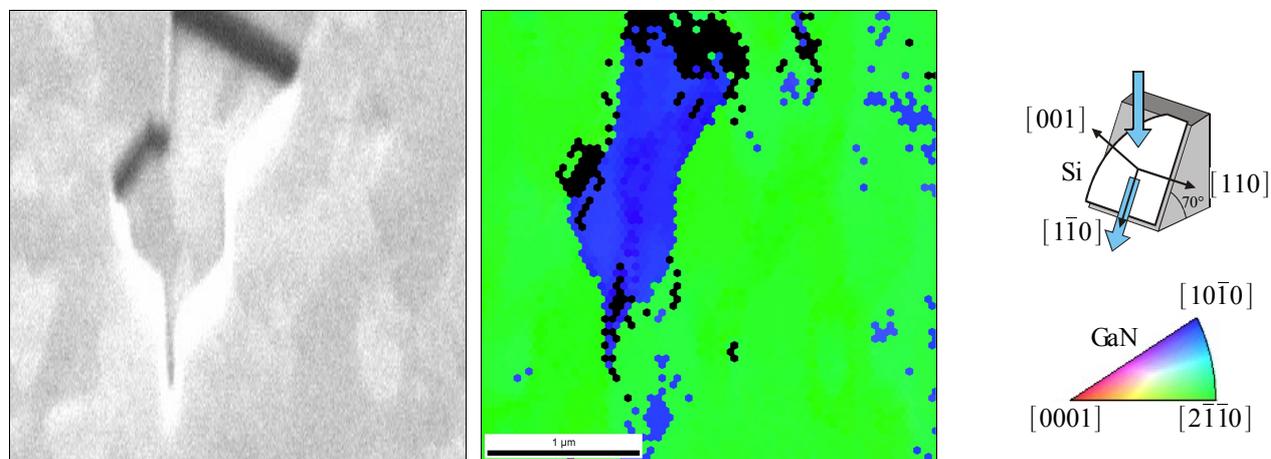


Abbildung 3.71: Vergleichende Darstellung einer REM-Aufnahme (links) und der mittels EBSD bestimmten inversen Polfigur (rechts) derselben Probenposition einer GaN-Schicht auf vizinalem Si(001).

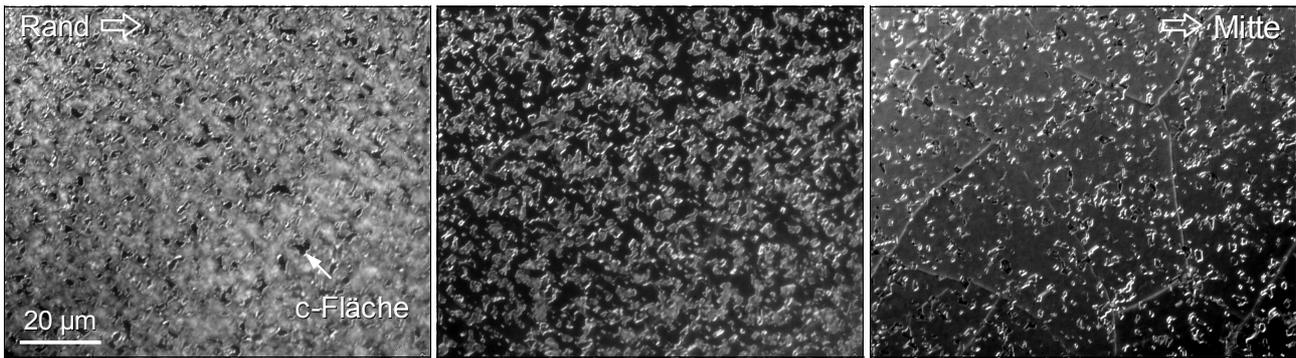


Abbildung 3.72: Nomarski-Aufnahmen der Oberfläche einer GaN-Schicht auf einem AlN/AlGaIn-Puffer mit SiN-Zwischenschichten auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) an verschiedenen Probenpositionen entlang des Radius vom äußeren Rand (links) zur Probenmitte (rechts).

REM-Aufnahme derselben Probenposition belegt, dass der Verlauf der Korngrenzen direkt mit den um  $90^\circ$  gegeneinander verdrehten Ausrichtungen des GaN korreliert, wobei innerhalb der einzelnen Teilflächen nur jeweils eine Texturkomponente präferiert aufwächst (Abbildung 3.71). Die vertikale Wachstumsrate in den umschlossenen Bereichen ist zudem geringer als auf den großen Teilflächen.

Die Wafer besitzen über die Probenfläche einen radial sehr inhomogenen Verlauf der erreichten Schichtqualität. Insbesondere der äußere Randbereich zeigt eine noch fast polykristalline Oberflächenstruktur. Mit zunehmender Annäherung zum Waferzentrum existiert jedoch eine kontinuierlich wachsende Anzahl von c-achsenorientierten GaN-Kristalliten, die jeweils etwa  $1\text{-}3\ \mu\text{m}$  große und ebene Teilflächen ausbilden, welche dann koaleszieren und schließlich eine geschlossene Oberfläche in der Probenmitte bilden (Abbildung 3.72). Neben der weiteren Optimierung des Selektionsprozesses einer alleinigen Texturkomponente war deshalb eine bessere Homogenität der Schichteigenschaften über die gesamte Waferfläche zu erreichen.

Eine mögliche Erklärung für die polykristallinen Randbereiche kann mit einem temperaturbe-

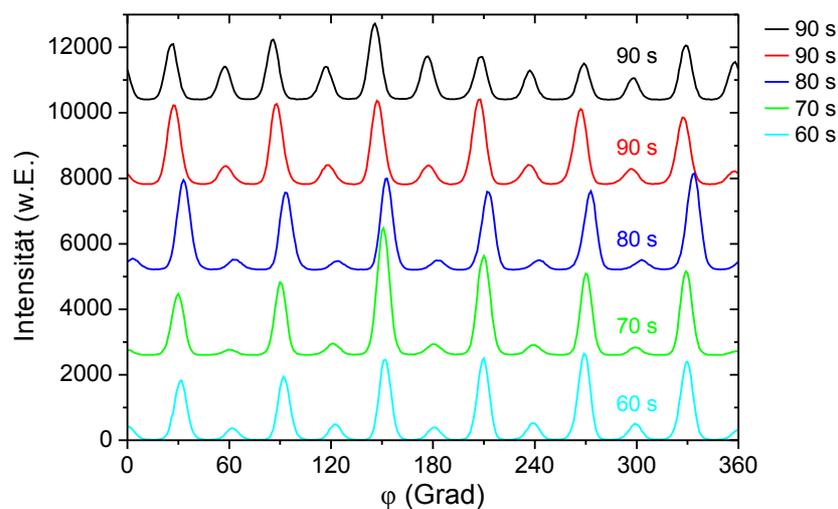


Abbildung 3.73: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion einer Probenserie auf  $4^\circ$  vizinalem Si(001)-Substrat mit unterschiedlichen Depositionszeiten der SiN-Zwischenschichten.

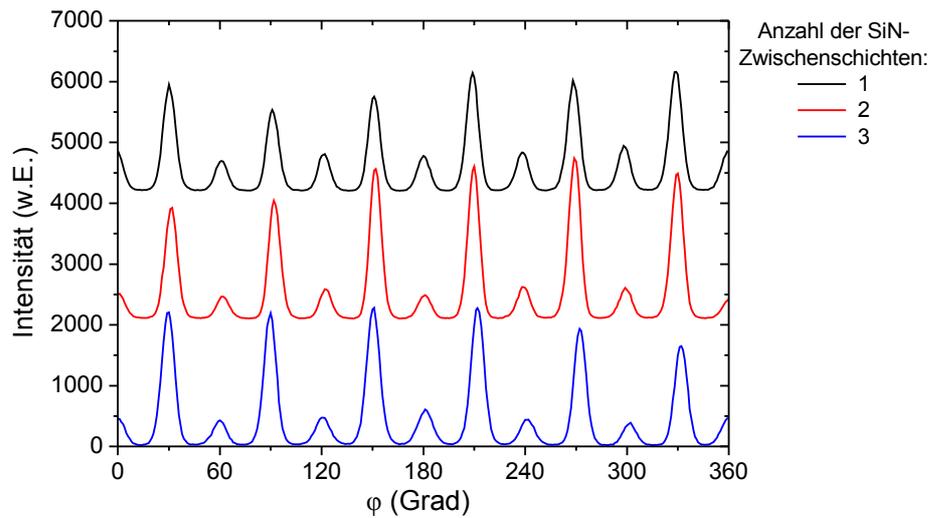


Abbildung 3.74: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion einer Probenreihe auf  $4^\circ$  vizinalen Si(001)-Substraten mit unterschiedlicher Anzahl der SiN-Zwischenschichten.

dingten radialen Dickengradienten der SiN-Maskierung gegeben werden, wodurch diese am Rand zu stark geschlossen ist und somit eine ausreichende epitaktische Vorgabe der Kristallorientierung der unterliegenden Pufferschichten auf die GaN-Hauptschicht verhindert. Daher wurde in einer Probenreihe die Depositionszeit der SiN-Zwischenschichten von den standardmäßig verwendeten 90 s bis auf 60 s reduziert, was der nominellen Dicke etwa einer Monolage SiN entspricht [81]. Dabei ergab sich kein direkter Einfluss auf den Selektionsprozess der Texturkomponenten, wie aus den entsprechenden Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans am GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflex und den etwa konstanten Intensitätsverhältnissen in Abbildung 3.73 deutlich wird. Die Breite des polykristallinen Randbereiches konnte jedoch signifikant auf etwa 5-10 mm reduziert werden.

Um die Relevanz der SiN-Zwischenschichten auf die Schichtqualität zu überprüfen, wurde deren Anzahl im Puffer von 1 bis 3 variiert. Dabei wurde die Dicke der einzelnen AlGa<sub>0,9</sub>N-Pufferschichten über und unter der Nano-Maskierung mit jeweils etwa 400 nm konstant gehalten, damit der Koaleszierungsgrad nominell unverändert blieb. Dadurch ergibt sich folglich eine Zunahme der Gesamtdicke der Probe mit steigender Anzahl der SiN-Zwischenschichten. Aus den Röntgenbeugungsuntersuchungen kann jedoch kein direkter Einfluss auf den Selektionsprozess des GaN auf den vizinalen Substraten festgestellt werden, woraus abzuleiten ist, dass die oberen SiN-Schichten nicht signifikant zu diesem beitragen (Abbildung 3.74).

Die Stärke der Präferenz einer Texturkomponente in den unteren Al<sub>0,1</sub>Ga<sub>0,9</sub>N-Pufferschichten und in der GaN-Hauptschicht wurde an einer Probe mit zwei SiN-Maskierungen direkt verglichen. Dabei bestätigt sich erneut, dass der Puffer eine sehr viel geringere azimutale Selektion aufweist als die GaN-Deckschicht (Abbildung 3.75). Die scheinbare Vorselektion im Al<sub>0,1</sub>Ga<sub>0,9</sub>N von etwa 2:1, die aus den Intensitätsverhältnissen der zugehörigen Reflexionen im  $\phi$ -scan folgt, kann mit der überlagerten Intensität der angrenzenden GaN( $10\bar{1}5$ )-Peaks bei einem Azimut von  $\phi = 30^\circ$  erklärt

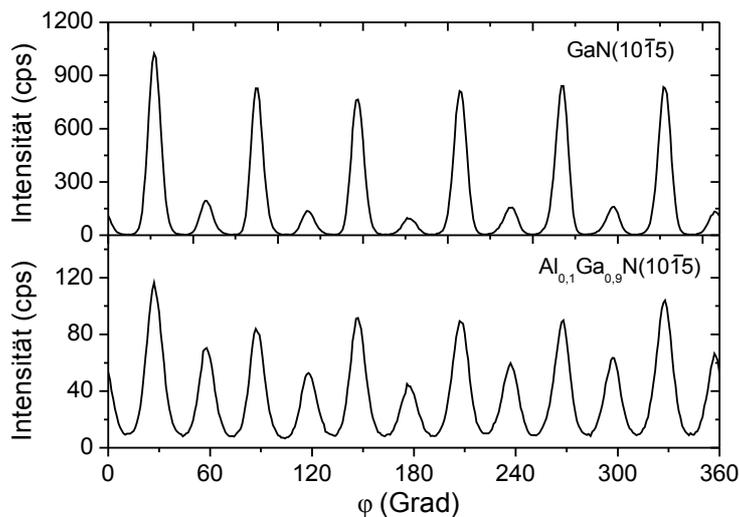


Abbildung 3.75: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN(10 $\bar{1}$ 5)- und der Al<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N(10 $\bar{1}$ 5)-Reflexion an derselben Probe auf 4° fehlorientiertem Si(001).

werden.

Da in den bisherigen Untersuchungen in den vorangegangenen Kapiteln somit keine azimutale Selektion in der AlN-Keimschicht oder des Al<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N-Puffers auf vizinalen Substraten nachzuweisen war, muss das präferierte Wachstum einer Texturkomponente folglich durch die zusätzlichen Grenzflächen gefördert werden. In einer weiteren Probe wurde deshalb die zweite Al<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N-Pufferschicht durch eine reine GaN-Schicht ersetzt, wodurch sich die Eigenschaften der ersten Grenzfläche, und dabei insbesondere die Größe der aufgewachsenen Kristallite, änderten.

Die entsprechende Probe weist eine optisch sehr homogene und glatte Oberfläche auf und in der Nomarski-Aufnahme sind keine offensichtlichen Korngrenzen zwischen den azimutalen Komponenten mehr aufzulösen (Abbildung 3.76). Zudem verlaufen die thermischen Spannungsrisse nahezu gradlinig, hauptsächlich entlang der kristallographisch vorgegebenen GaN{11 $\bar{2}$ 0}-Richtungen

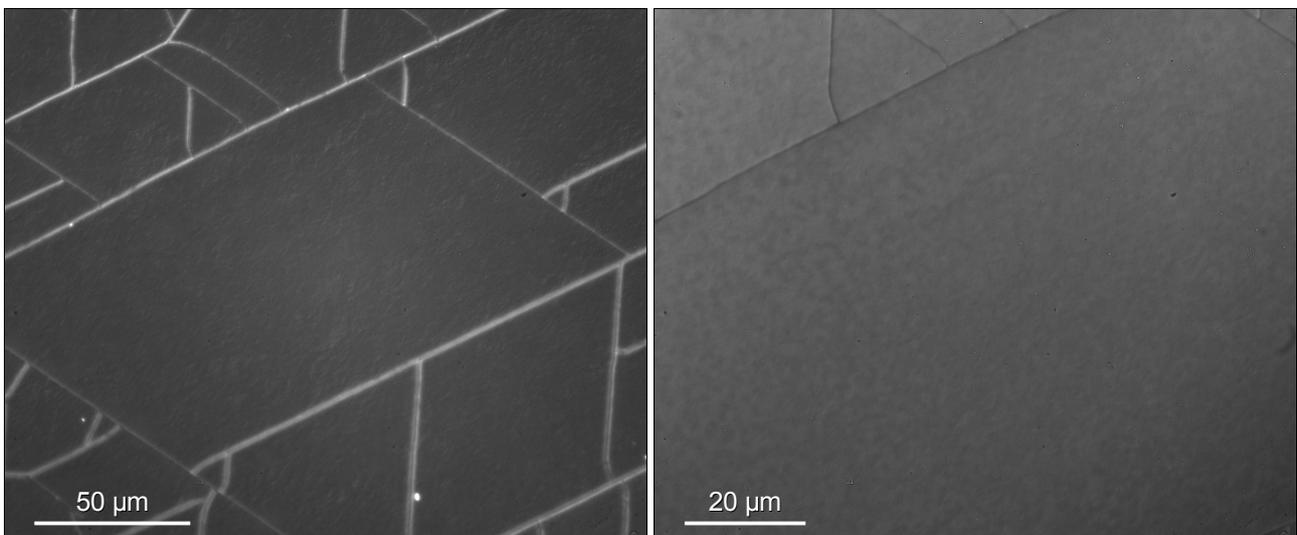


Abbildung 3.76: Nomarski-Aufnahme der Oberfläche einer GaN-Schicht auf einem AlGaN/GaN-Puffer mit zwei SiN-Zwischenschichten auf 4° fehlorientiertem Si(001) [157].

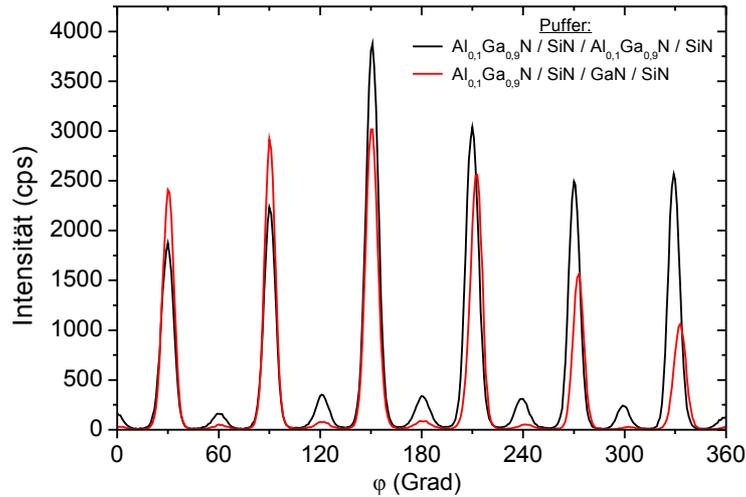


Abbildung 3.77: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer Probe mit zwei  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Pufferschichten und von einer Probe mit einem  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}/\text{GaN}$ -Puffer auf  $4^\circ$  vizinalem  $\text{Si}(001)$ -Substrat.

und schließen Winkel von  $60^\circ$  ein [157].

Durch die Verwendung von GaN anstatt  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$  in der unteren Pufferschicht hat sich der Volumenanteil der reduzierten Texturkomponente des GaN in der Hauptschicht weiter verringert, wie aus dem Vergleich der Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans in Abbildung 3.77 deutlich wird. Eine quantitative Auswertung des Verhältnisses kann aus diesen Messungen nur als obere Abschätzung gegeben werden. Zum einen zeigen die Komponenten ein unterschiedliches Kippverhalten bezüglich des Fehlschnittes, wodurch bei der Drehung der Probe um die Oberflächennormale beide Komponenten unterschiedlich stark aus den Beugungsbedingungen herauskippen. Zum anderen

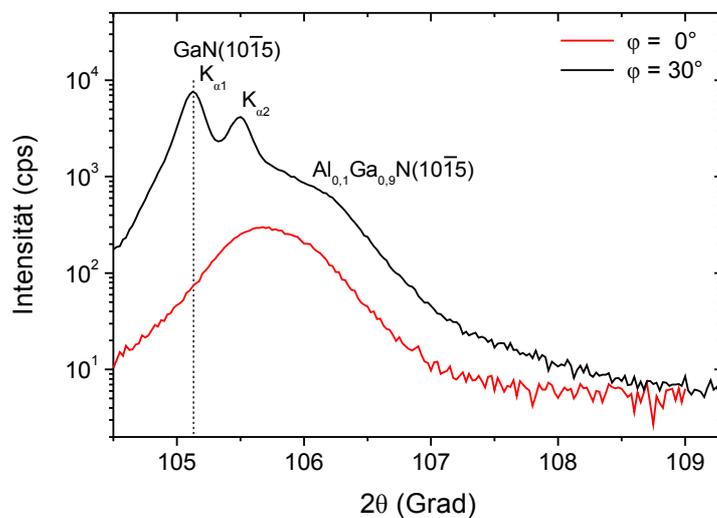


Abbildung 3.78: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans um den  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflex einer Probe mit  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}/\text{GaN}$ -Schicht auf  $4^\circ$  vizinalem  $\text{Si}(001)$ -Substrat bei um  $30^\circ$  verdrehten Azimuten.

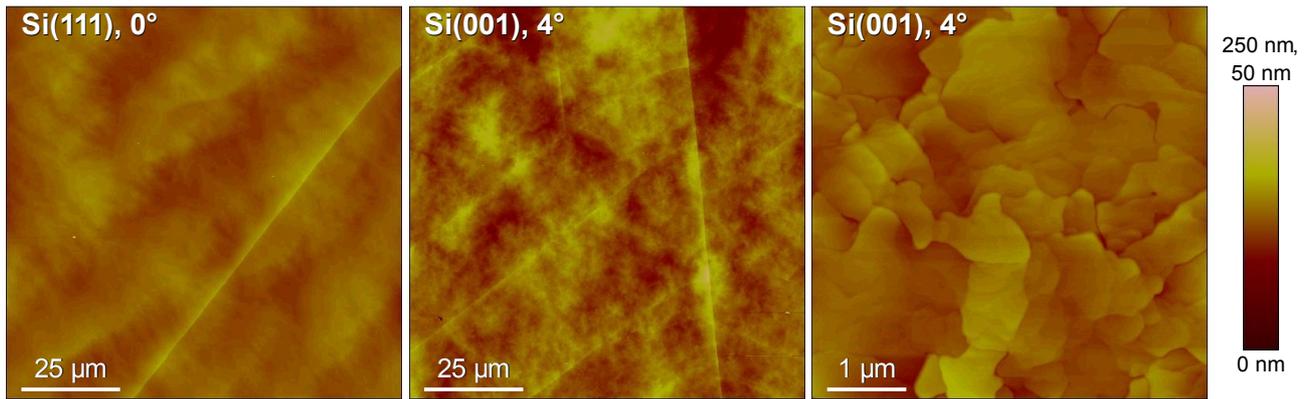


Abbildung 3.79: AFM-Aufnahmen einer Probe mit einem  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}/\text{GaN}$ -Puffer und SiN-Nanomaske auf  $4^\circ$  vizinalem Si(001)-Substrat im Vergleich mit einer identischen Probenstruktur auf Si(111). Die Farbskala entspricht einer Höhendifferenz von 250 nm in den linken beiden Bildern und von 50 nm im rechten Bild.

weist die  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}(10\bar{1}5)$ -Reflexion, aufgrund von Schwankungen im Netzebenenabstand, eine breite Winkelverteilung  $\Delta 2\theta$  auf. Wegen der nicht vorhandenen bzw. deutlich schwächer ausgeprägten Selektion einer azimuthalen Komponente im  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Puffer, verursacht dieser Effekt trotz fast fehlender GaN-Komponente einen zusätzlichen Intensitätsanteil von etwa 100 cps bei der Messung an der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion bei  $2\theta = 105,2^\circ$ , wie die  $\theta/2\theta$ -scans an einer ähnlichen Vergleichsprobe bei Azimuten von  $\varphi = 0^\circ$  und  $\varphi = 30^\circ$  belegen (Abbildung 3.78). Daraus folgt, dass das Verhältnis der Volumenanteile der GaN-Texturkomponenten in der Probe besser als 30 zu 1 ist.

Die Morphologie der Probe wurde mittels AFM analysiert (Abbildung 3.79). Die rms-Oberflächenrauigkeit beträgt demnach etwa  $\sigma_{\text{rms}} = 2,41 \text{ nm}$  auf einer  $5 \times 5 \mu\text{m}^2$  großen Teilfläche bzw.  $\sigma_{\text{rms}} = 18,93 \text{ nm}$  auf einer  $100 \times 100 \mu\text{m}^2$  großen Teilfläche, wobei die Zunahme hauptsächlich durch Überhöhungen und Stufen an den auftretenden Risskanten zu begründen ist. Die Werte sind somit im direkten Vergleich noch etwa dreimal schlechter als bei einer identischen und simultan gewachsenen Schichtstruktur auf Si(111) ( $\sigma_{\text{rms}, 5 \times 5 \mu\text{m}^2} = 0,73 \text{ nm}$ ).

Das präferierte Wachstum einer azimuthalen Texturkomponente des GaN auf Si(001)-Substraten wird somit direkt durch das Auftreten und die Eigenschaften einer  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}/\text{SiN}/\text{GaN}$ -Grenzfläche beeinflusst. Dabei ist weder bei dickeren Pufferstrukturen mit zusätzlichen  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}/\text{SiN}/\text{GaN}$ -Grenzschichten, noch bei unterschiedlich dicken SiN-Nanomaskierungen eine weitere Verbesserung der Selektion festzustellen. Um zu überprüfen, ob eine SiN-Zwischenschicht zwingend notwendig ist, oder ob die  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}/\text{GaN}$ -Grenzschicht der relevante Strukturparameter ist, wurde die Anzahl der SiN-Nanomaskierungen von 3 auf 0 reduziert, wobei nun die Gesamtdicke und der Schichtaufbau der Pufferstruktur konstant gehalten wurde. Somit besteht die Probe ohne SiN-Schicht nur aus einer etwa 80 nm dicken AlN-Keimschicht, einer homogenen 800 nm dicken  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Pufferschicht und der sich anschließenden 800 nm dicken GaN-Deckschicht. In Abbildung 3.80 sind die zugehörigen Röntgenbeugungs- $\varphi$ -scans der  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}(10\bar{1}5)$ -Reflexion der Probenserie dargestellt. Die Beugungsintensität nimmt mit sinkender Anzahl der SiN-Nanomasken deutlich ab, was mit einem unterschiedlichen Spannungszustand der GaN-Schichten und einer

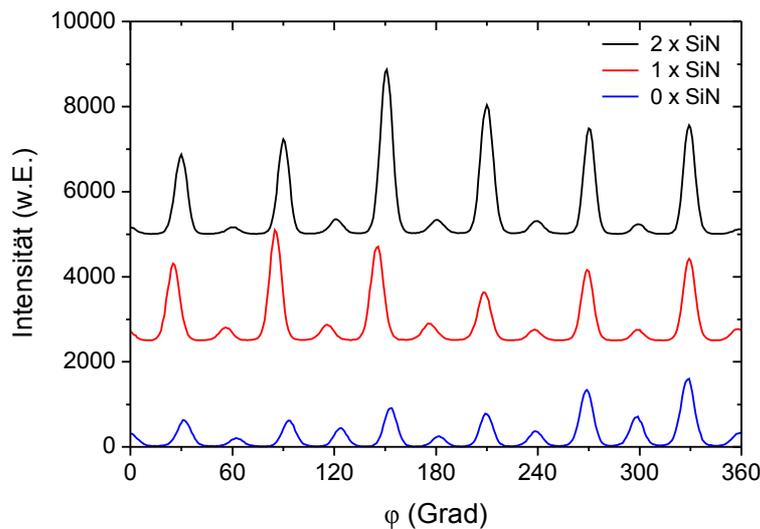


Abbildung 3.80: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion in Abhängigkeit der Anzahl der SiN-Nanomaskierungen von Proben mit  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Pufferschichten gleicher Gesamtdicke auf  $4^\circ$  fehlgeschnittenen Si(001)-Substraten.

abnehmenden allgemeinen Probenqualität erklärt werden kann. Das bevorzugte Aufwachsen einer azimutalen Ausrichtung des c-achsenorientierten GaN auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) ist jedoch auch bei fehlender SiN-Zwischenschicht eindeutig nachgewiesen. Da im Gegensatz dazu bei den Einzelschichten aus  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$  oder GaN auf Si(001) diese Selektion bisher nicht zu beobachten war, muss die  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ /GaN-Grenzschicht ein notwendiges Kriterium sein oder den Selektionseffekt zumindest hochgradig verstärken.

Ein mögliches laterales Überwachsen der Minoritätsanteile auch innerhalb der GaN-Deckschicht mit zunehmender Dicke würde zu einer Veränderung der kristallinen Schichtparameter in Wachstumsrichtung führen und somit zu einer Reduktion der effektiven, beugenden Teilchengrößen parallel zum (000 $l$ )-Gittervektor in einem Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scan. Die finite Ausdehnung  $d$  der Kristallite verursacht eine Verbreiterung der entsprechenden Intensitätspeaks, welche mit Hilfe der Scherrer-Formel abgeschätzt werden kann:  $FWHM = \lambda \cdot K / (d \cdot \cos(\theta))$ , mit  $\lambda$  = Röntgenwellenlänge und  $K$  = teilchenformabhängige Scherrerkonstante. Durch eine Auftragung der Peakhalbwertsbreiten der Beugungsreflexe steigender Ordnung in einem Williamson-Hall-Plott kann der Beitrag der inhomogenen Verspannungen und der Apparatur an der Gesamtpeakbreite separiert und dadurch die effektive Teilchengröße abgeschätzt werden\*. Die Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans der GaN(000 $l$ )-Reflexionen sowie die entsprechende Halbwertsbreitenentwicklung einer Teststruktur mit einer einzelnen GaN-Deckschicht auf einem  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Puffer sind in Abbildung 3.81 dargestellt. Aus dem Schnittpunkt  $y_0$  der linearen Ausgleichsgerade mit der Ordinate folgt mit  $\lambda = 0,154$  nm und unter Vernachlässigung des Gerätefehlers für die effektive Teilchengröße in Wachstumsrichtung in der GaN-Schicht  $d = \lambda \cdot K / y_0 = 392$  nm, wobei für die Scherrerkonstante  $K$  ein Wert von 0,89 für hexagonale Kristalle in c-Richtung verwendet wurde [169]. Die nominelle Dicke

\* Dabei wird eine additive Zusammensetzung der Einzelbeiträge zur resultierenden Gesamtpeakbreite angenommen.

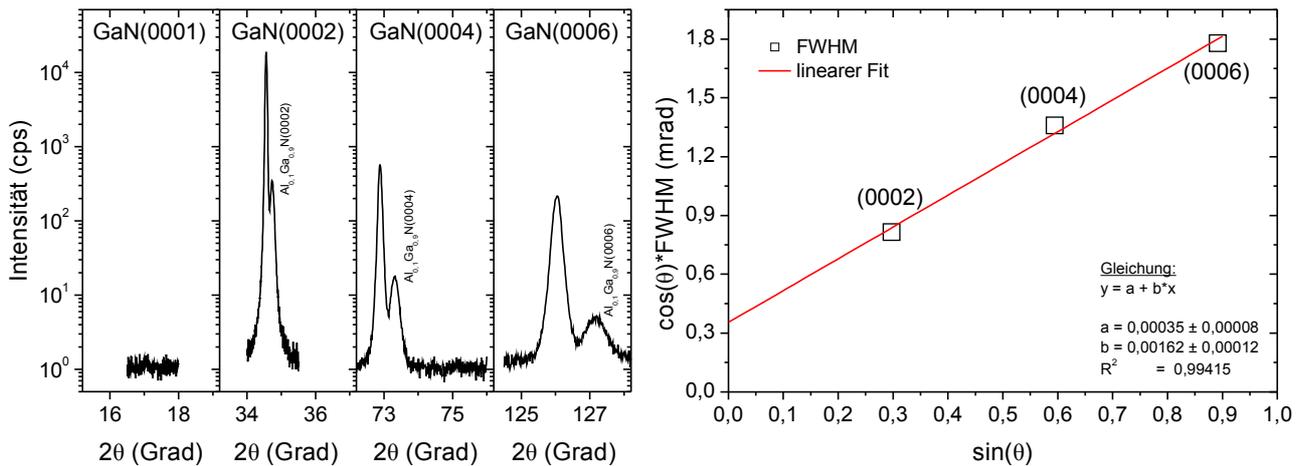


Abbildung 3.81: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans der GaN(0001)-Reflexionen mit steigender Beugungsordnung von  $l = 1$  bis 6 einer Probe mit  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Pufferschicht und einer ca. 400 nm dicken GaN-Deckschicht auf  $4^\circ$  vizinalen Si(001) (links) und zugehöriger Williamson-Hall-Plot zur Bestimmung der GaN-Kristallitgröße in Wachstumsrichtung.

der 10 min gewachsenen GaN-Deckschicht betrug 400 nm, was durch die optische in-situ Schichtdickenmessung innerhalb der Messgenauigkeit voll bestätigt wurde. Die effektive Teilchengröße stimmt somit sehr gut mit der Dicke der GaN-Deckschicht überein. Daraus ist abzuleiten, dass innerhalb der GaN-Schicht die einzelnen Kristallite ein nahezu senkrecht, kontinuierliches kolumnares Wachstum in Richtung der c-Achse aufweisen und sich deshalb das Volumenverhältnis der beiden azimuthalen Texturkomponenten in der Teilschicht nicht signifikant ändert.

### 3.3.3. Einkristalline GaN-Schichten auf vizinalen Si(001)-Substraten

Da eine SiN-Maskierung für das bevorzugte Wachstum einer azimuthalen Texturkomponente des GaN auf Si(001) also nicht zwingend notwendig ist, wurde bei den folgenden Teststrukturen zunächst auf diese Nano-Maskierung verzichtet. Durch den somit deutlich vereinfachten Probenaufbau konnte zum einen die Reproduzierbarkeit des Wachstums gesteigert werden, zum anderen konnte die Zahl der freien Prozessparameter für die Optimierung des Selektionsprozesses reduziert

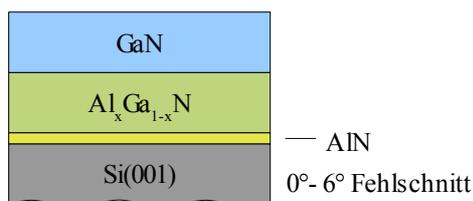


Abbildung 3.82: Schematischer Schichtaufbau der Teststrukturen mit einer  $Al_xGa_{1-x}N$ /GaN-Grenzfläche.

werden. Die allgemeine Struktur der Proben besteht demnach aus einer HT-AIN-Keimschicht, einer  $Al_xGa_{1-x}N$ -Pufferschicht und einer abschließenden GaN-Deckschicht, womit alle Proben genau eine relevante  $Al_xGa_{1-x}N$ /GaN-Grenzfläche aufweisen. Ein schematischer Schichtaufbau ist in Abbildung 3.82 dargestellt.

Um die jeweiligen Grenzflächenstrukturen einzeln auflösen zu können, wurde das Wachstum einer Probe

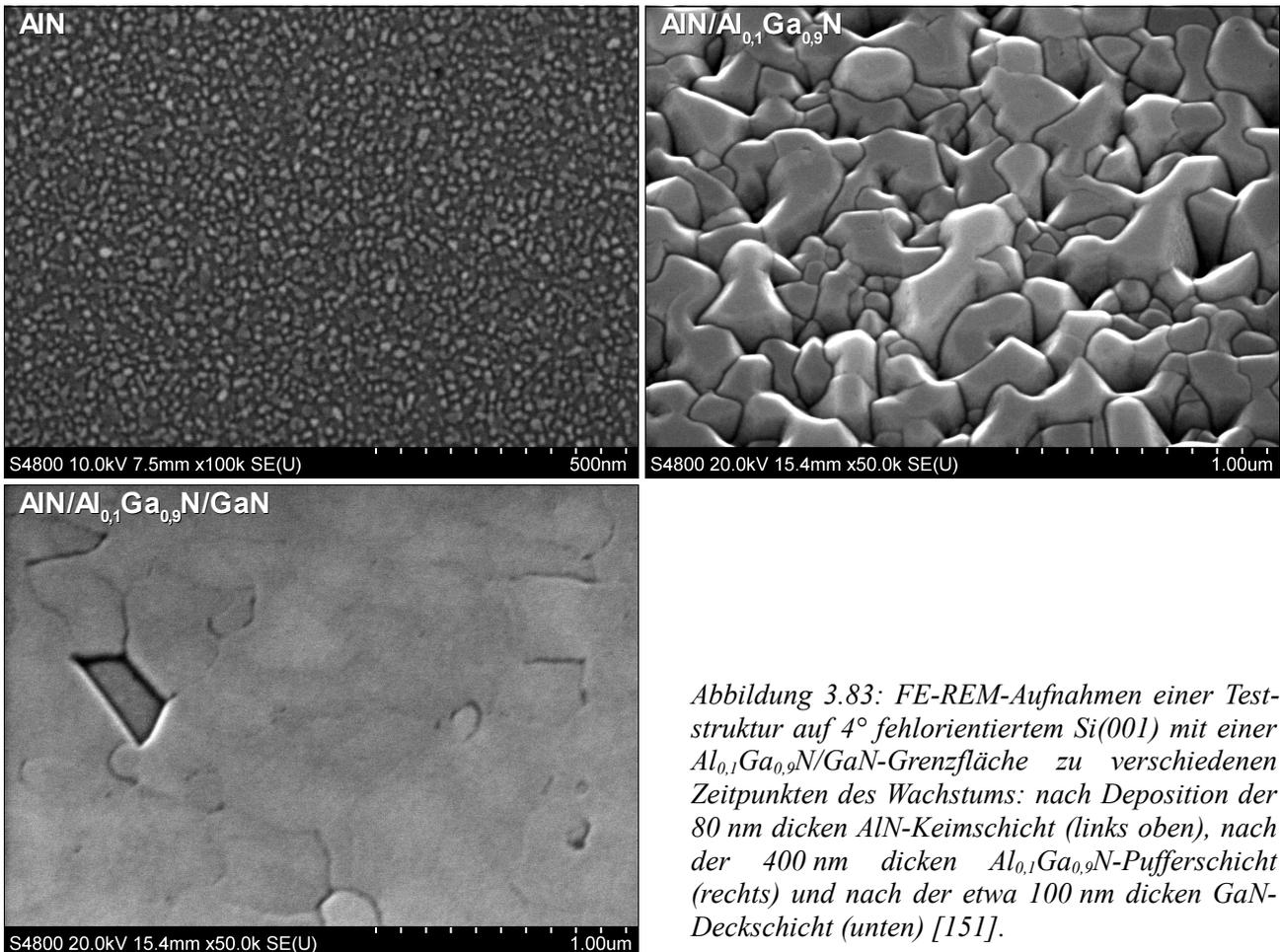


Abbildung 3.83: FE-REM-Aufnahmen einer Teststruktur auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit einer  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N/GaN$ -Grenzfläche zu verschiedenen Zeitpunkten des Wachstums: nach Deposition der 80 nm dicken AlN-Keimschicht (links oben), nach der 400 nm dicken  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Pufferschicht (rechts) und nach der etwa 100 nm dicken GaN-Deckschicht (unten) [151].

mit 80 nm AlN ( $1145^\circ\text{C}$ ), 400 nm  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$  und 100 nm GaN auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) nach jeder einzelnen Depositionsschicht abgebrochen. Die AlN-Keimschicht besteht demnach aus etwa 10-20  $\mu\text{m}$  großen, c-achsenorientierten und nicht koaleszierten Kristalliten, wie die FE-REM-Aufnahmen in Abbildung 3.83 belegen und wie es bereits in den Untersuchungen zu den Hochtemperatur-Keimschichten an anderen Proben festgestellt wurde. In den röntgenografischen Untersuchungen zeigen diese AlN-Kristallite innerhalb der Messungenauigkeit aufgrund der geringen Beugungsintensität noch keine azimuthale Präferenz. In voller Übereinstimmung mit Abbildung 3.57 sind die etwa 300 nm großen  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Kristallite in der nachfolgenden Pufferschicht, trotz der Fehlorientierung des Substrates, ebenfalls nicht vollständig zusammengewachsen und durch deutlich ausgeprägte Korngrenzen voneinander getrennt. Die direkt auf dem  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Puffer abgeschiedene GaN-Deckschicht weist hingegen eine signifikant glattere Oberflächenstruktur auf, wobei die einzelnen GaN-Kristallite nun offensichtlich koaleszieren können [151].

Die kristallographische Orientierung in der Schichtstruktur wurde mittels Röntgenbeugung untersucht. Um mögliche, eventuell verfälschende Intensitätsanteile der unterliegenden Pufferschichten vom GaN-Beugungspeak separieren zu können, wurden zwei reciprocal-space-maps um die GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion bei einem Azimut von  $\varphi = 0^\circ$  bzw.  $\varphi = 30^\circ$  vermessen (Abbildung 3.84). Der Vergleich der Beugungsintensitäten erlaubt dann eine Abschätzung der jeweiligen Volumen-

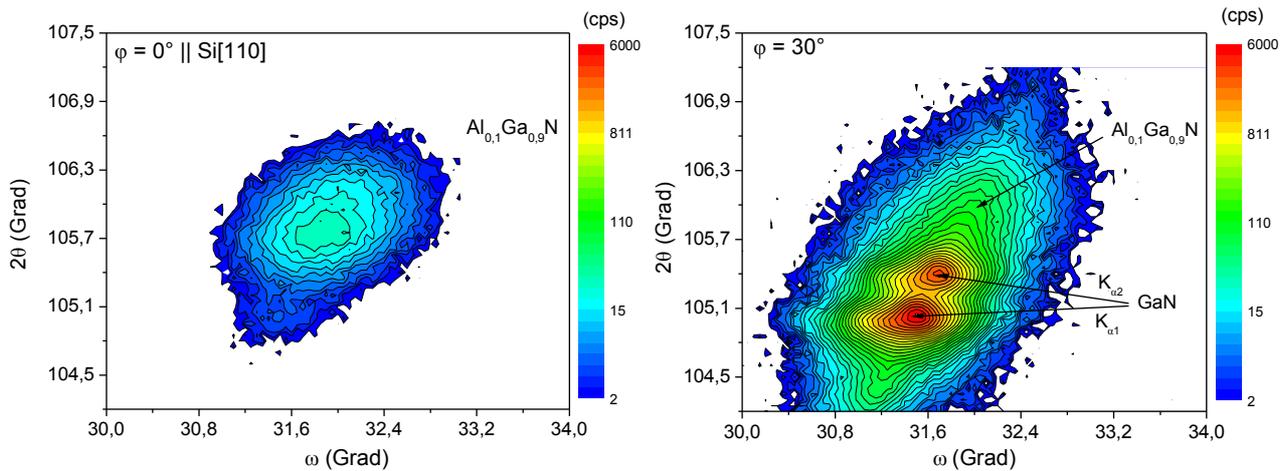


Abbildung 3.84: Röntgenbeugungs-reciprocal-space-maps um die GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion einer Probe mit einer  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ /GaN-Grenzfläche auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001)-Substrat bei zwei um  $30^\circ$  verschiedenen Azimuten.

teile der azimuthalen Texturkomponenten in den Schichten. Das Maximum bei  $2\theta = 105,02^\circ$ , welches der GaN-Deckschicht zuzuordnen ist, reduziert sich demnach signifikant bei  $\varphi = 0^\circ$  auf unter 10 cps, wodurch sich ein Intensitätsverhältnis, und somit die Stärke der Präferenz einer Komponente, von etwa 600:1 ergibt. Die Reflexion der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Pufferschicht bleibt hingegen in beiden Messungen deutlich ausgeprägt. Eine genauere Abschätzung der Volumenanteile im Puffer wäre aufgrund der starken Überhöhung durch den sich überlagernden GaN-Peak bei  $\varphi = 30^\circ$  an dieser Probe mit  $Al_xGa_{1-x}N$ /GaN-Grenzfläche jedoch stark fehlerbehaftet.

Das unterschiedliche Verkippsverhalten bezüglich des Fehlschnittes der beiden azimuthalen Ausrichtungen wird dabei von der Pufferschicht direkt und mit identischer Amplitude auf die GaN-Hauptschicht übertragen, wie aus den sinusförmigen Verläufen der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N(10\bar{1}5)$ - und der

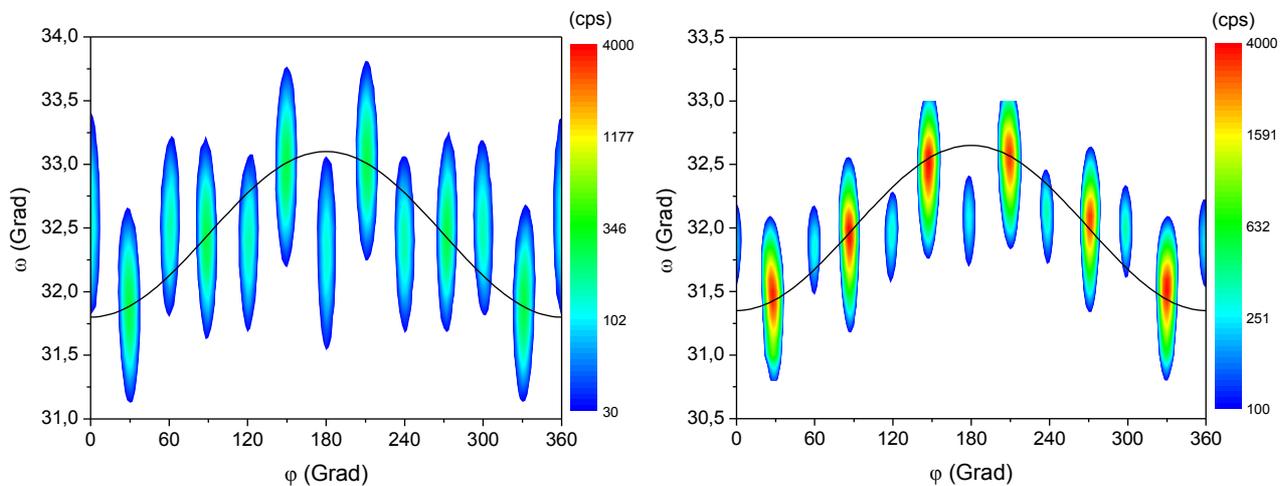


Abbildung 3.85: Röntgenbeugungs- $\omega$ - $\varphi$ -maps der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer Probe ohne GaN-Deckschicht (links) und der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion einer Probe mit  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ /GaN-Grenzfläche (rechts), beide auf  $4^\circ$  fehlorientierten Si(001)-Substraten.

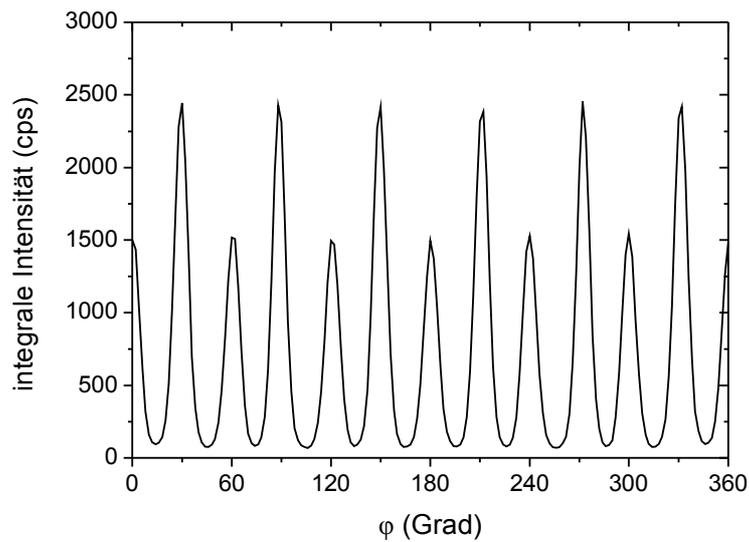


Abbildung 3.86: Über die Verkippung  $\omega$  integrierte Beugungsintensität der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N(10\bar{1}5)$ -Reflexionen im Röntgenbeugungs- $\omega$ - $\phi$ -map einer Probe ohne GaN-Deckschicht auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001)-Substrat.

GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexionen in den Röntgenbeugungs- $\omega$ - $\phi$ -maps an den Teststrukturen mit bzw. ohne GaN-Deckschicht zu erkennen ist (Abbildung 3.85).

Da bei der Probe ohne Deckschicht keine überlagerte GaN-Intensität auftritt, kann aus den über die Verkippungen integrierten Intensitäten das Verhältnis der Texturkomponenten in der  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Schicht direkt nachgewiesen werden. Demnach existiert bereits im Puffer eine leichte Bevorzugung einer azimuthalen Ausrichtung im Verhältnis von etwa 1,6 (Abbildung 3.86).

Wird die Dicke der GaN-Hauptschicht auf 800 nm gesteigert, erhält man dann eine homogene und koaleszierte Probenoberfläche, die von einzelnen thermischen Rissen unterbrochen wird. Die mittels AFM untersuchte Morphologie ist dabei von ähnlicher Qualität wie die der Proben mit zusätzlicher SiN-Nanomaskierung, wodurch die Relevanz der  $Al_xGa_{1-x}N$ /GaN-Grenzfläche für den Selektionsprozess erneut bestätigt wird (Abbildung 3.87).

Alle bisherigen Proben, bei denen eine Präferenz einer azimuthalen Texturkomponente auftrat,

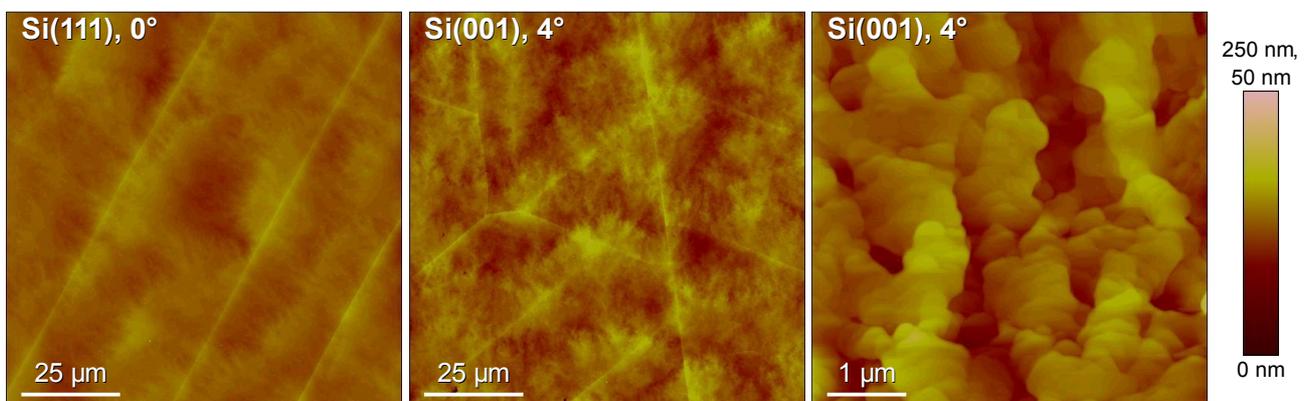


Abbildung 3.87: AFM-Aufnahmen einer Probe mit einer  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ /GaN-Grenzfläche auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001)-Substrat im Vergleich mit einer identischen Probenstruktur auf Si(111). Die Farbskala entspricht einer Höhendifferenz von 250 nm in den linken beiden Bildern und von 50 nm im rechten Bild.

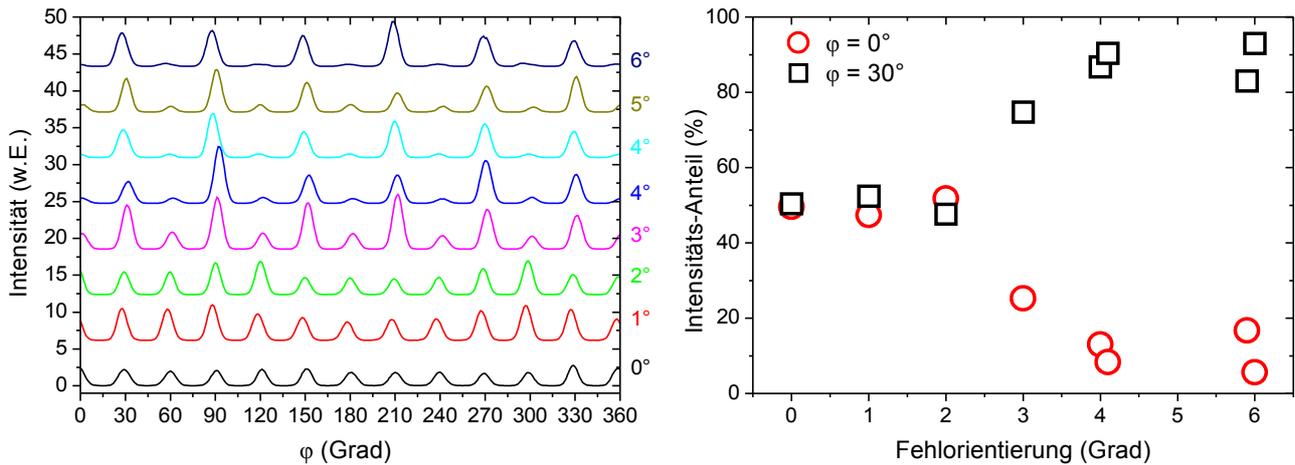


Abbildung 3.88: Röntgenbeugungs- $\varphi$ -scans der GaN(10 $\bar{1}$ 5)-Reflexion von Proben mit zunehmender Fehlorientierung der Si(001)-Substrate (links). Prozentualer Anteil der integrierten Intensitäten der jeweils 6 zugehörigen Beugungsmaxima der beiden azimuthalen Texturkomponenten (rechts) [151].

wurden auf 4° vizinalem Si(001) gewachsen, während bei 0° Fehlorientierung keine koaleszierten Schichten realisiert werden konnten (vergl. Abbildung 3.70). Um einen kritischen oder den optimalen Winkel für dieses Wachstumsverhalten festzustellen, wurde innerhalb einer Probenserie der Fehlschnitt der Substrate in Si[110]-Richtung von 0° auf 6° gesteigert. Bei den verwendeten Abscheideparametern zeigt sich dabei bis zu einem Wert von etwa 2° kein reproduzierbarer Einfluss auf das gleichverteilte Auftreten der GaN-Komponenten. Oberhalb dieses kritischen Winkels, der mit der theoretischen Vorhersage des Ausbildens von Si-Doppelstufen auf der Si(001)-Oberfläche korrespondiert [67, 68], kommt es anschließend zu einer monoton zunehmenden Asymmetrie im Verhältnis der beiden Volumenanteile. Ab etwa 4°-5° tritt hinsichtlich der absoluten Anteilswerte dann eine Sättigung im Selektionsprozess ein, wie aus dem Verhältnis von etwa 9 zu 1 der integrierten Beugungsintensitäten der sechs zugehörigen GaN(10 $\bar{1}$ 5)-Reflexionen der jeweiligen GaN-Komponenten abgeleitet werden kann (Abbildung 3.88) [151]. Einen absoluten oberen Grenzwert für das relative Verhältnis der Anteile mit steigendem Winkel lässt sich aus der dargestellten Probenserie zwar nicht eindeutig bestimmen (Abbildung 6.13), jedoch konnte bei allen untersuchten Proben mit einer Fehlorientierung von mehr als 5° keine weitere Qualitätszunahme außerhalb der Reproduzierbarkeitsschwankungen nachgewiesen werden.

Die Entwicklung der Oberflächenmorphologie innerhalb der Probenserie wurde mittels AFM untersucht und die entsprechenden Aufnahmen sind in Abbildung 3.89 dargestellt. Demnach bilden die nicht koaleszierten GaN-Kristallite bei Fehlorientierungen von kleiner als 2° eine schuppenartige Oberfläche mit etwa 3-10  $\mu\text{m}$  großen Teilflächen, die durch senkrechte Höhenstufen voneinander getrennt sind. Die typische Höhendifferenz beträgt dabei etwa 50 nm, wie aus den Linien-scans in Abbildung 3.90 zu erkennen ist. Mit weiter steigendem Winkel vergrößern sich diese Teilflächen und ab etwa 4° kann dann eine nahezu geschlossene GaN-Schicht realisiert werden, die von einzelnen thermischen Rissen unterbrochen wird. Die etwa 1  $\mu\text{m}$  großen, abgesenkten Einschlüsse, die der oppositionellen Texturkomponente zugeordnet werden können, weisen ebenfalls eine Tiefe

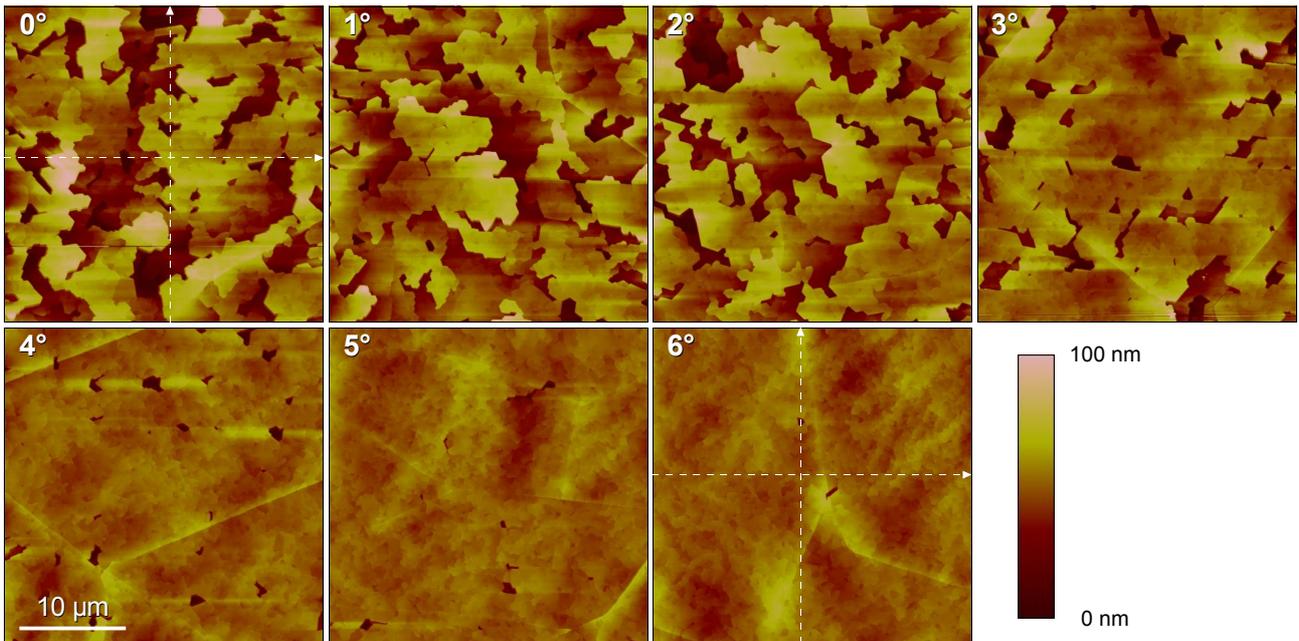


Abbildung 3.89: AFM-Aufnahmen einer GaN-Probenserie mit steigendem Winkel der Fehlorientierung der Si(001)-Substrate [54]. Die gestrichelten Linien indizieren die Verläufe der Linienscans aus Abbildung 3.90.

von etwa 50 nm auf. Die erreichte Oberflächenrauigkeit beträgt bei einer Fehlorientierung von 6° auf einem  $30 \times 30 \mu\text{m}^2$  großen analysierten Bereich etwa  $\sigma_{\text{rms}} = 9,6 \text{ nm}$ .

Das Auftreten einer koaleszierten Probenoberfläche lässt sich somit direkt auf eine notwendige kritische Disparität der Volumenanteile der beiden Texturkomponenten in der GaN-Schicht zurückführen. Die zunehmende Bevorzugung einer azimuthalen Kristallitausrichtung mit der Fehlorientierung erfolgt dabei nicht homogen im Schichtvolumen verteilt, sondern ergibt sich aus einer wachsenden Asymmetrie der lateralen Belegungsanteile, die jeweils nur eine präferierte Komponente aufweisen. Die Darstellung der inversen Polfigur der EBSD-Messungen der Probenserie in Abbildung 3.91 erlaubt wieder die orts aufgelöste Zuordnung dieser Flächenanteile und deren Entwick-

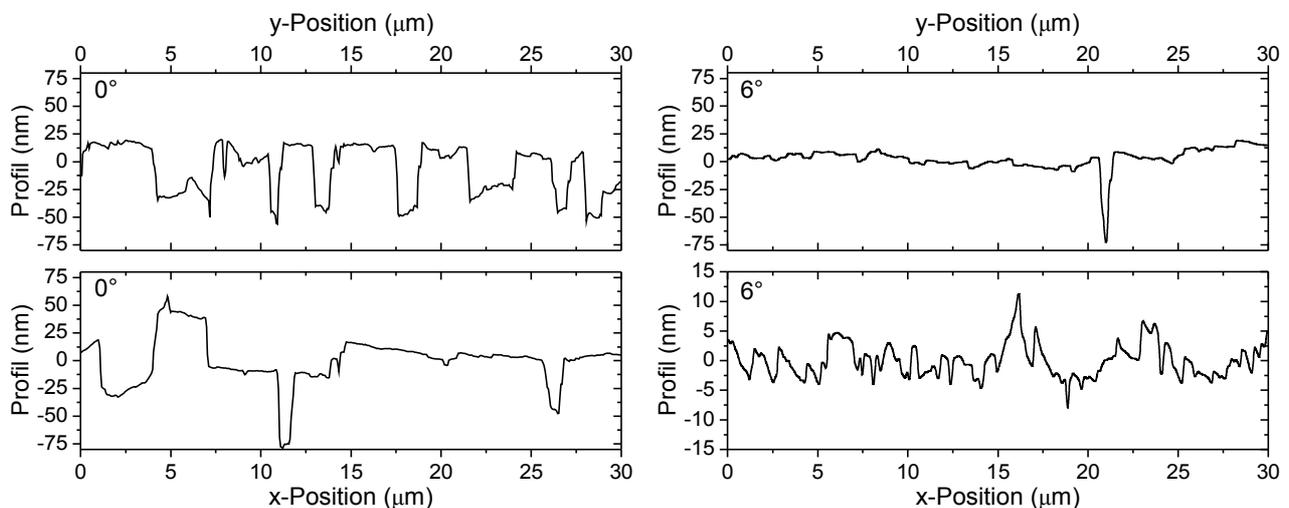


Abbildung 3.90: AFM-Linienscans in x- und y-Richtung auf einer 800 nm dicken GaN-Schicht mit  $\text{Al}_{0,1}\text{Ga}_{0,9}\text{N}$ -Puffer auf Si(001). Die Fehlorientierung der Substrate beträgt 0° (links) bzw. 6° (rechts).

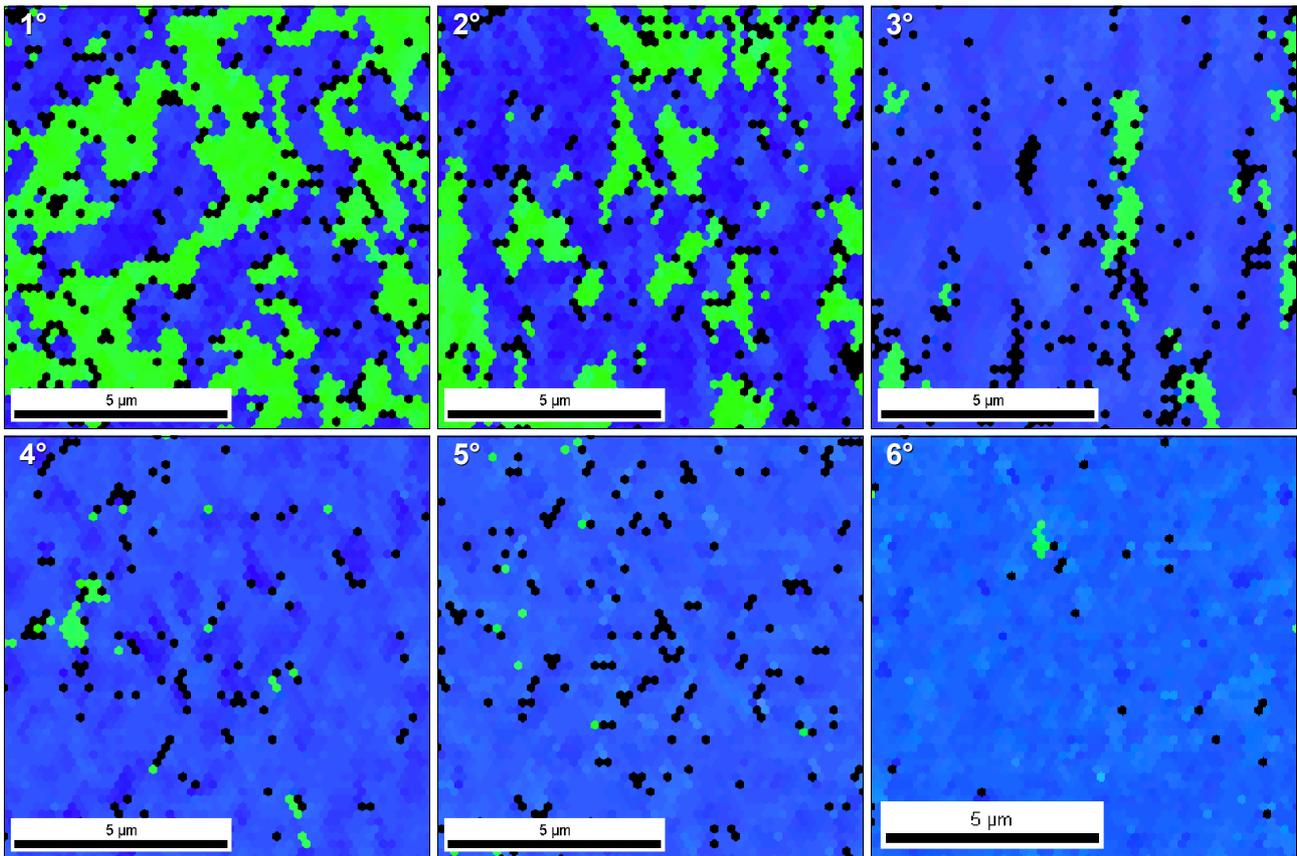


Abbildung 3.91: Inverse Polfiguren der EBSD-Aufnahmen einer GaN-Probenserie mit steigendem Winkel der Fehlorientierung der Si(001)-Substrate [54]. (Farbcodierung gemäß Abbildung 3.71).

lung mit der Fehlorientierung. Demnach wachsen die dominanten, anfänglich etwa 2-5 µm großen, einkomponentigen Bereiche mit wachsender Fehlorientierung stetig an, bzw. die Minoritätsanteile verkleinern sich entsprechend. Oberhalb etwa 4° tritt dann, in Übereinstimmung mit den Röntgen- daten, in der Schicht nur fast ausschließlich eine azimutale Texturkomponente mit GaN[2 $\bar{1}\bar{1}$ 0] parallel ausgerichtet zu Si[110] auf.

Durch den direkten Vergleich einer EBSD-, REM- und AFM-Auswertung derselben Probenposi-

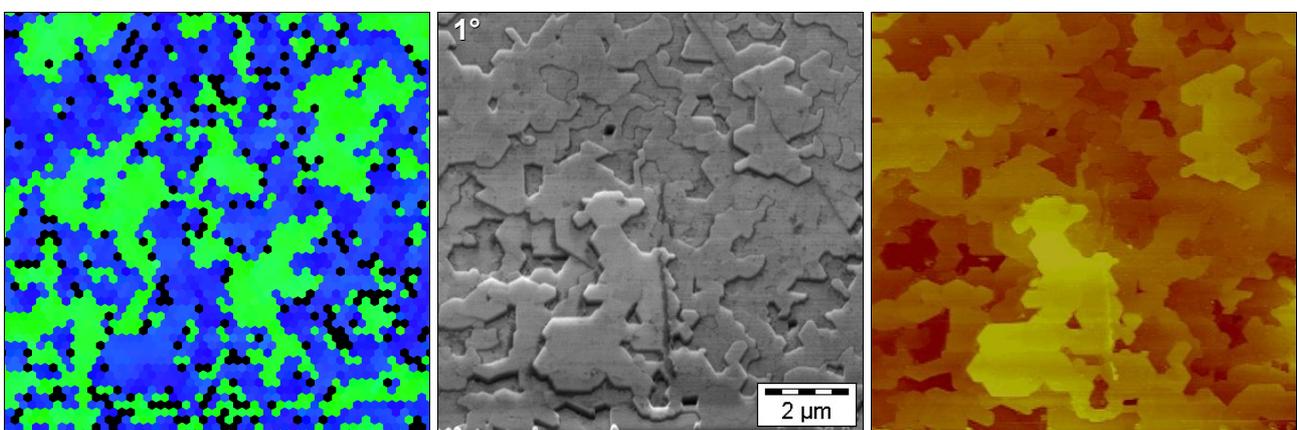


Abbildung 3.92: Vergleich einer EBSD- (links), einer REM- (Mitte) und einer AFM-Aufnahme (rechts) von derselben Oberflächenposition einer GaN-Teststruktur auf 1° fehlorientiertem Si(001)-Substrat [54].

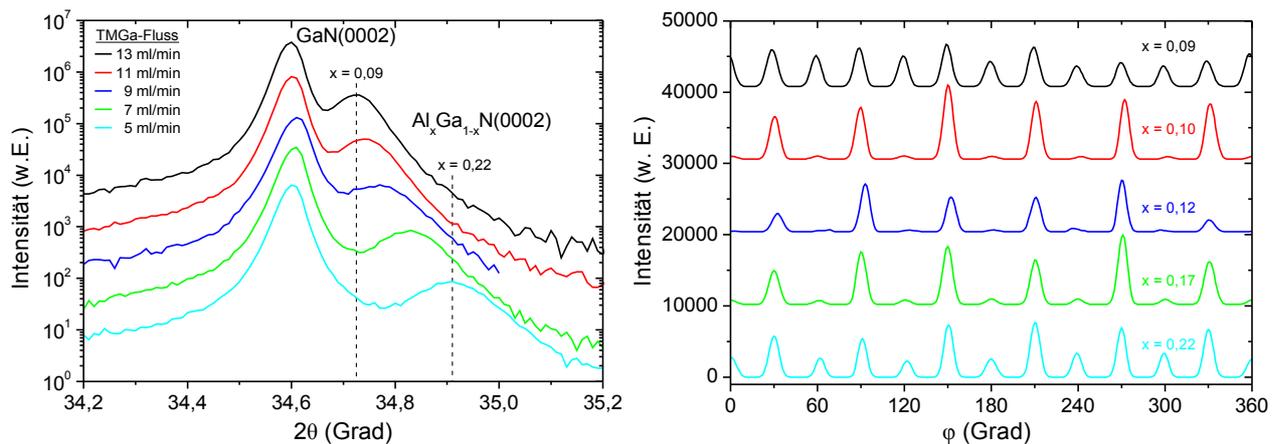


Abbildung 3.93: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans der GaN(0002)-Reflexion (links) und zugehörige  $\phi$ -scans an der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion (rechts) von Proben mit zunehmender Al-Konzentration in der  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Pufferschicht auf  $4^\circ$  vizinalem Si(001).

tion können zudem der unmittelbare Zusammenhang und die laterale Koinzidenz von kristalliner Orientierung, dem Verlauf der Korngrenzen und der Morphologie der Probe bewiesen werden (Abbildung 3.92) [54]. Um in den weiteren Herstellungsschritten eine Schichtqualität zu erreichen, die eine Realisierung von GaN-basierten Bauelementen auf Si(001) ermöglicht, war die Optimierung des Selektionsprozesses der Texturkomponenten daher die primäre Vorgabe.

Da insbesondere die  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -Grenzfläche auf diesen einen erheblichen Einfluss hat, wurde das Kompositionsverhältnis der unteren Pufferschicht durch Variation des TMGa-Flusses so verändert, dass in einer Probenserie die Al-Konzentration von etwa  $x = 0,09$  auf  $x = 0,22$  schrittweise gesteigert wurde (Abbildung 3.93). Dadurch wurde zudem eine deutliche Reduzierung der  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Kristallitgröße und der Wachstumsrate im Puffer erreicht. Weil bisher weder bei einer einzelnen AlN-Schicht noch bei einer einzelnen GaN-Schicht eine ausreichende Koaleszierung beobachtet wurde, war zu erwarten, dass die Präferenz einer azimutalen Komponente bei Al-Konzentrationen nahe den Extremwerten wieder abnimmt. Die jeweiligen Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexionen zeigen ein ausgeprägtes Selektionsverhalten bei Proben mit einem Al-Gehalt um etwa  $x = 0,12$ , wobei ein optimaler Wert für  $x$  aufgrund der Reproduktionsschwankungen und der störenden Hintergrundintensität der  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Reflexion jedoch nicht eindeutig festgelegt werden kann. Eine Abhängigkeit der Kristallitverkipfung in der GaN-Hauptschicht von der Al-Konzentration trat hingegen nicht auf (Abbildung 6.14). Des Weiteren wurde überprüft, ob der Wert der Al-Konzentration, bei dem die stärkste Selektion auftritt, durch eine Veränderung des Fehlschnittwinkels der Substrate beeinflusst wird, da der sich ändernde Abstand der atomaren Oberflächenstufen eventuell durch einen angepassten Kristallitdurchmesser des  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$  kompensiert wird. Die entsprechenden Probenserien wurden daher auf  $1^\circ$  bis  $6^\circ$  vizinalen Substraten abgeschieden; die Al-Konzentrationen wurden dabei aus den bereits untersuchten Werten des TMGa-Flusses aus Abbildung 3.93 bei sonst identischen Wachstumsparametern übernommen.

Die auftretenden Schwankungen in der Reproduzierbarkeit waren zu groß, um eine direkte

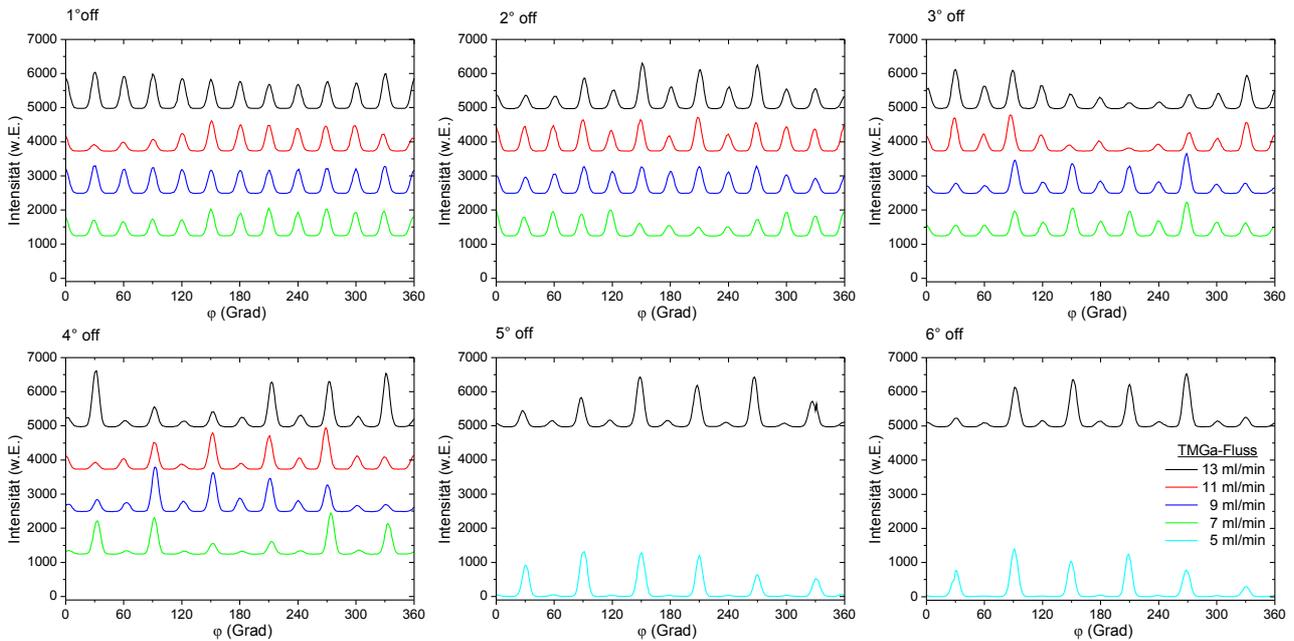


Abbildung 3.94: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion von Proben mit verschiedenen Al-Konzentrationen in der Pufferschicht und mit zunehmender Fehlorientierung der Substrate von  $1^\circ$  bis  $6^\circ$ . (Die Farbcodierung der Kurven entspricht den Werten aus Abbildung 3.93).

Korrelation zwischen der Al-Konzentration und dem Fehlschnittwinkel bei der jeweils stärksten Selektion eindeutig nachweisen zu können. Aus dem Intensitätsvergleich der den beiden Texturkomponenten zuzuordnenden Reflexionsmaxima in Abbildung 3.94 lässt sich jedoch eine leichte tendenzielle Abhängigkeit annehmen, wonach bei kleineren Winkeln um  $2^\circ$  ein größerer TMGa-Fluss von 13 ml/min vorteilhaft erscheint, wohingegen bei größeren Winkeln ein entsprechend kleinerer Ga-Anteil etwas günstiger ist. Ein reduzierter Kristallitdurchmesser in der Pufferschicht würde demnach mit einer Abnahme des Stufenabstandes auf der Si-Oberfläche korrelieren. Dabei ist jedoch anzumerken, dass der mittlere Stufenabstand bei einem Fehlschnitt von  $4^\circ$  selbst unter Annahme von ausschließlich Doppelstufen schon auf etwa 4 nm abgesunken ist und somit bereits im Größenbereich der gemessenen Kristallitdurchmesser von reinem AlN liegt. Eine direkte Übereinstimmung mit dem  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Kristallitdurchmesser im Puffer, welcher sich entsprechend der Al-Konzentration ( $x = 0,09$  bis  $x = 0,22$ ) ergibt und etwa 100 nm bis 400 nm beträgt, liegt demnach nicht vor.

Da, wie in Abbildung 3.86 nachgewiesen wurde, bereits die Pufferschicht eine leichte Vorselektion der Texturkomponenten aufweist, könnte der Effekt aber auch auf ein jeweils optimiertes Größenverhältnis der Kristallite an den beiden Grenzschichten zurückzuführen sein, bei dem dann das stärkste selektive Wachstumsverhalten auftritt. Eine mögliche, sehr kleine Variation des Kristallitdurchmessers in der AlN-Keimschicht durch den steigenden Fehlschnitt des Substrates würde dann eine jeweils andere optimale Al-Konzentration in der Pufferschicht begründen. Eine solche Veränderung der mittleren Kristallitgröße in der Al-Keimschicht mit dem Schnittwinkel war jedoch aufgrund der großen statistischen Schwankung und der geringen Teilchengröße nicht zweifelsfrei nachzuweisen.

Unter der Vorgabe, einen möglichst geringen Fehlschnittwinkel des Substrates zu verwenden, und aus der zusammenfassenden Betrachtung der Probenserien aus den Abbildungen 3.88 bis 3.94 wurde für die weiteren Untersuchungen  $x = 0,12$  als Normwert für die Al-Konzentration in der Pufferschicht bei einer Standardfehlorientierung von  $4^\circ$  in Si[110]-Richtung gewählt.

Das Auftreten eines Selektionsprozesses der Texturkomponenten war bisher nur bei leicht vizi-nalen Substraten nachzuweisen, was mit der epitaktischen Vorgabe durch die Oberflächenrekonstruktion des Substrates und dem Ausbilden von Doppelstufen erklärt werden konnte. Für die Umformatierung der Si-Atome auf der Substratoberfläche und den Abbau der Monostufen benötigt man eine Mindestaktivierungsenergie, die einer Temperatur von etwa 450 K [68] bis 770 K entspricht [62], sowie, je nach Schnittwinkel und Temperatur, einen endlichen Zeitraum. In der Literatur wird zudem berichtet, dass allein durch eine thermische Vorbehandlung einer Si(001)-Oberfläche oberhalb  $1000^\circ\text{C}$  eine einzelne bevorzugte  $(2\times 1)$ -Domänenstruktur erreicht wurde [170]. Die Siliziumsubstrate wurden im Initialisierungsprozess im MOVPE-Reaktor standardmäßig in etwa 7 min von Raumtemperatur auf die gewünschte Wachstumstemperatur erhitzt und diese anschließend 1 min lang unter Stickstoffatmosphäre stabilisiert. Um eine ausreichende Zeit zur Rekonstruktion der Si-Oberfläche zu gewährleisten, wurden nun zusätzlich vor der eigentlichen Deposition der AlN-Keimschicht unterschiedlich lange Ausheizphasen von 0-5 min Länge bei einer Temperatur von  $1145^\circ\text{C}$  und einem Reaktordruck von 200 mbar integriert. Da das Aufbrechen der Siliziumbindungen der Substratoberfläche potentiell durch atomaren Wasserstoff begünstigt werden kann [62], wurde zudem der reaktionsträge, molekulare Stickstoff in der Reaktoratmosphäre während des Ausheizens teilweise vergleichend durch  $\text{H}_2$  ersetzt. Aus den Röntgenbeugungsuntersuchungen konnte jedoch kein signifikanter Einfluss auf den Selektionsgrad der Texturkomponenten oder die kristalline Schichtqualität der Probenserie abgeleitet werden (Abbildung 3.95) und eine weitere Erhöhung der Tempezeit auf 15 bzw. 25 Minuten an späteren Vergleichsproben bestä-

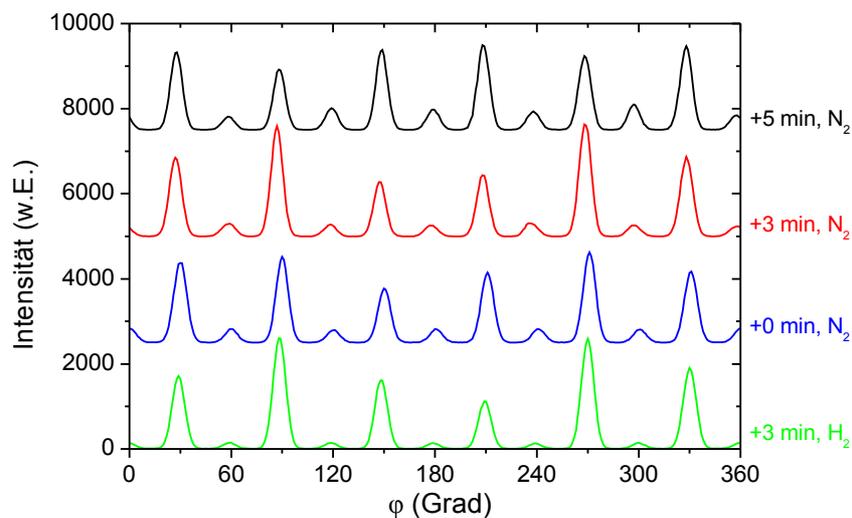


Abbildung 3.95: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion von Proben mit  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Pufferschicht auf  $4^\circ$  fehlgeschnittenem Si(001) in Abhängigkeit der Ausheizparameter vor der Bekeimung.

tigte diesen Befund (Abbildung 6.15). Durch den zusätzlichen Ausheizschritt von mindesten 5 min unter Stickstoffatmosphäre ergab sich jedoch eine subjektive Erhöhung der Probenhomogenität, und dabei insbesondere des Randbereiches, weshalb im Folgenden dieser Schritt standardmäßig verwendet wurde.

Zur weiteren Optimierung der erreichten Probenqualität und insbesondere zur Verstärkung des Selektionsprozesses im GaN wurden weitere Prozessparameter des MOVPE-Wachstums einzeln variiert und deren Einfluss untersucht. Um das laterale Überwachsen der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Kristallite der Pufferschicht durch die größeren, darüber liegenden GaN-Kristallite der Hauptschicht zu begünstigen, wurde das V/III-Verhältnis während des GaN-Wachstums erhöht, wodurch ein schnelleres Wachsen der Seitenflächen und somit eine bessere Koaleszierung erzielt werden sollte [134]. Durch eine Steigerung des Ammoniak-Flusses als Stickstoffvorstufe wird aber gleichzeitig die senkrechte Wachstumsrate des GaN reduziert, wodurch die Gesamtschichtdicke trotz gleicher Abscheidezeit abnimmt. Um einen möglichen, sich überlagernden Effekt der größeren Schichtdicke auf die Probenqualität abzugrenzen und um eine vergleichbare Hintergrundintensität des  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Puffers in den Röntgenbeugungsmessungen zu gewährleisten, wurde die Depositionszeit des GaN derart angepasst, dass eine annähernd identische Schichtdicke erreicht wurde. Innerhalb einer Probenserie wurde der  $\text{NH}_3$ -Fluss von 2 l/min auf 6 l/min erhöht und in Abbildung 3.96 sind die zugehörigen Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexionen dargestellt sowie die in-situ Laser-Reflektivität zur Abschätzung der GaN-Schichtdicke (ca. 400 nm) aus den Fabry-Pérot-Oszillationen. Der Effekt auf die Selektivität der azimuthalen Texturkomponenten ist demnach nur gering, es existiert aber ein leichtes Optimum bei einem  $\text{NH}_3$ -Fluss von etwa 3 l/min. Im Gegensatz dazu zeigt sich jedoch eine signifikante Auswirkung auf die Oberflächenbeschaffenheit der Wafer. Während bei einem Fluss von 2 l/min die GaN-Deckschicht in den Nomarski-Untersuchungen neben thermischen Spannungsrissen noch eine Vielzahl von Senken und Gräben nachzuweisen sind, wird die Oberflächenmorphologie mit steigendem V/III-Verhältnis deutlich homogener, was mit dem verbesserten lateralen Wachstum erklärt werden kann (Abbildung 3.97). Oberhalb eines

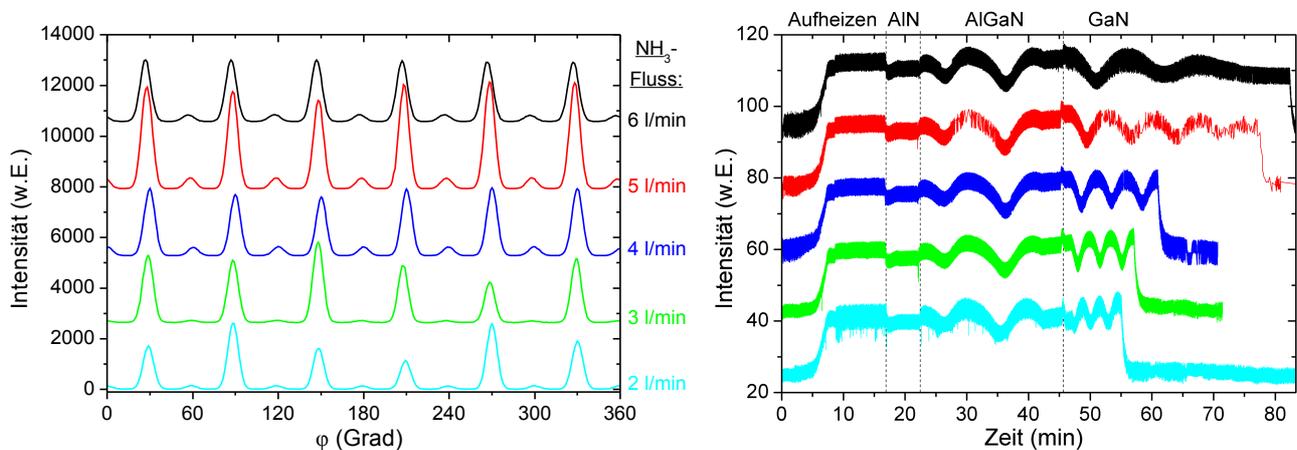


Abbildung 3.96: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer Probenserie auf  $4^\circ$  vixialem Si(001) mit steigendem  $\text{NH}_3$ -Fluss in der GaN-Hauptschicht (links) und die zugehörigen in-situ Reflektivitätsmessungen der Probenserie zur Abschätzung der GaN-Schichtdicke während des Wachstums (rechts).

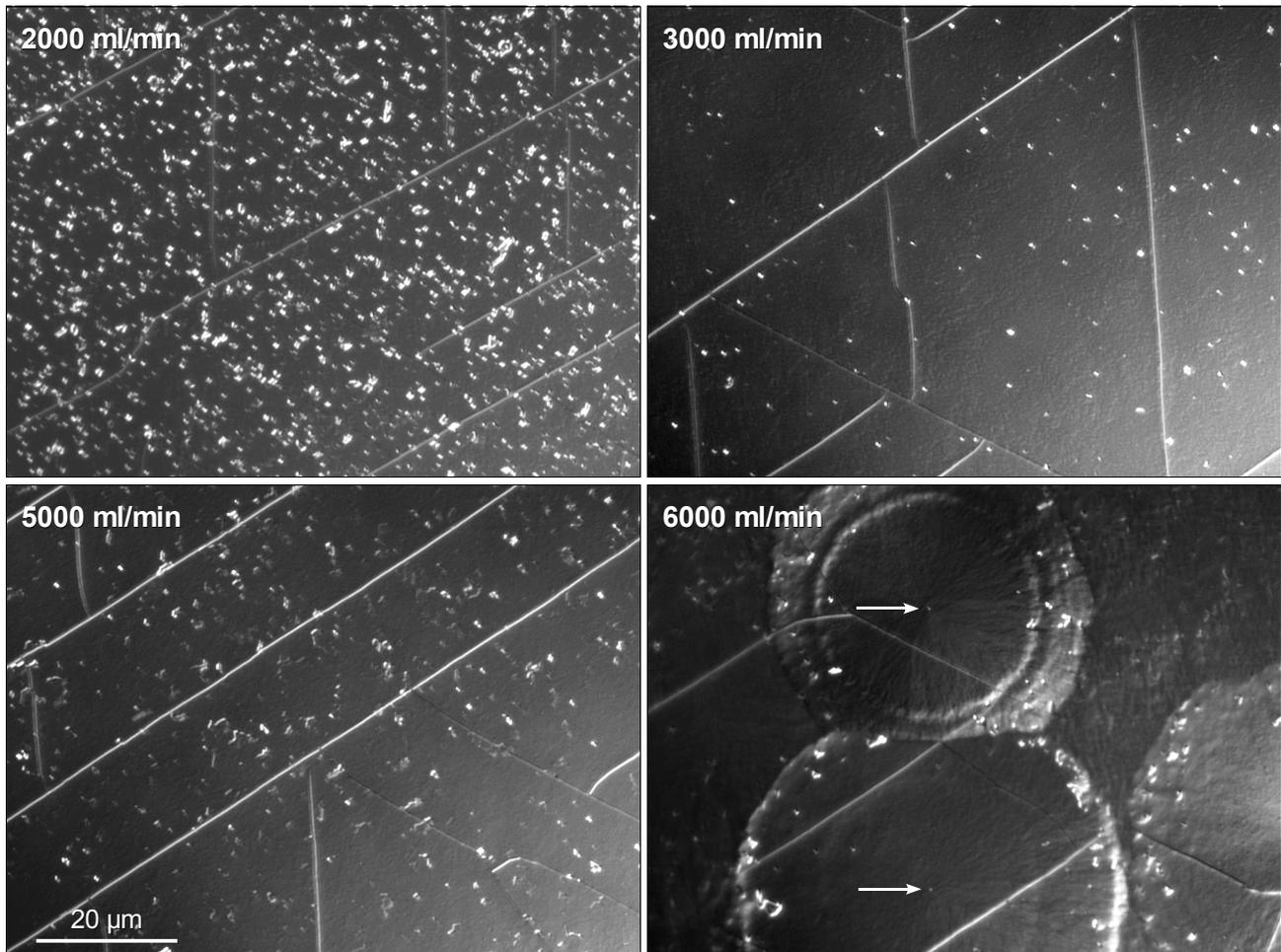


Abbildung 3.97: Nomarski-Aufnahmen der Probenmitte einer Testserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit steigendem Ammoniak-Fluss während des Wachstums der GaN-Hauptschicht. Die beiden Pfeile markieren die kristalline Störung in der Plateaumitte.

Flusses von etwa 4 l/min nimmt die Rauigkeit jedoch wieder zu und zusätzlich treten vereinzelt runde Plateaus von etwa 30  $\mu\text{m}$  bis 50  $\mu\text{m}$  Durchmesser auf. Ab etwa 6 l/min ist dann die gesamte Probenfläche von diesen Plateaus überzogen, die exakt in ihrem Zentrum jeweils immer eine kleine Oberflächenstörung aufweisen und sehr wahrscheinlich auf eine dort lokalisierte kristalline Versetzung zurückzuführen sind [171]. Als Standard-V/III-Verhältnis für das Wachstum der ersten GaN-Schicht auf dem  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Puffer wurde daher ein Wert von 1370 angenommen, der sich bei einem  $\text{NH}_3$ -Fluss von 3 l/min ergibt. Testreihen, bei denen in der GaN-Schicht verschiedene Gradienten im Ammoniakfluss angeboten wurden, von einem anfänglich sehr hohen Wert zur besseren Koaleszierung hin zu einem geringeren Wert für eine bessere Wachstumsrate und kristalline Qualität, zeigten keine weitere Verbesserung der Probeneigenschaften.

Durch eine einfache Vergrößerung der Schichtdicken der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Pufferschicht bzw. der AlN-Keimschicht sollte ein zumindest teilweises Überwachsen der Minoritätsanteile durch die bevorzugte Texturkomponente bereits innerhalb dieser tiefer liegenden Wachstumsstufen ermöglicht werden. Durch eine Variation der jeweiligen Wachstumszeit von 10-30 min bzw. von 1-4 min ergab sich jedoch nur ein sehr kleiner und nicht reproduzierbarer Einfluss auf die kristallinen Eigen-

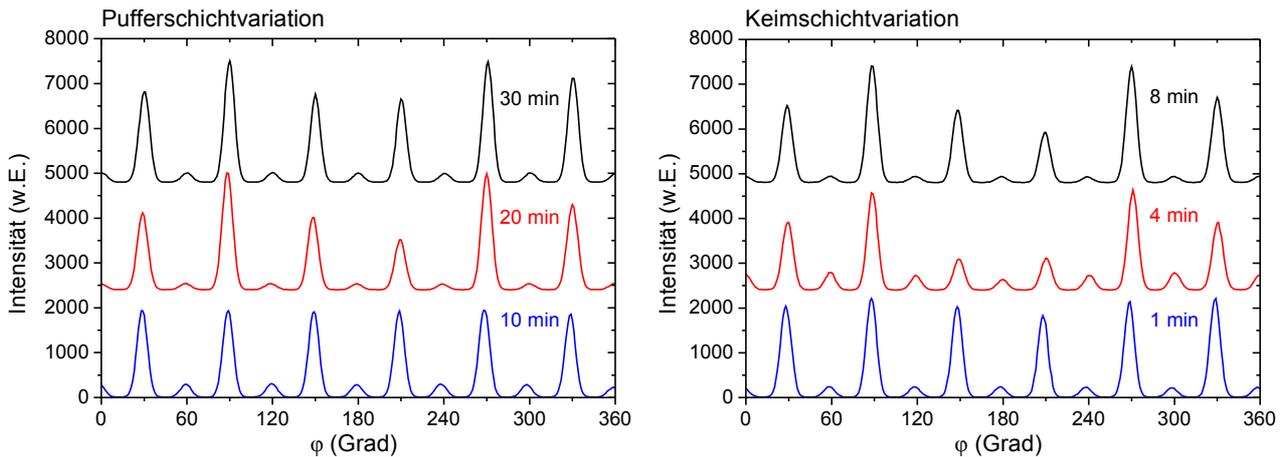


Abbildung 3.98: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem  $\text{Si}(001)$  mit zunehmender Wachstumszeit der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Pufferschicht (links) und einer Serie mit zunehmender Wachstumszeit der  $\text{AlN}$ -Keimschicht (rechts).

schaften der GaN-Deckschicht, wie aus den entsprechenden vergleichenden Messungen in Abbildung 3.98 abzuleiten ist.

Die vervollständigende Serie mit einer Variation der GaN-Deckschichtdicke brachte dann ein zu den bisherigen Resultaten abweichendes Messergebnis. Ab dieser Testreihe wurde stets die komplementäre Texturkomponente des GaN mit der um  $30^\circ$  verdrehten azimuthalen Ausrichtung, bei welcher die  $\text{GaN}[10\bar{1}0]$ -Richtung parallel zu  $\text{Si}[110]$  verläuft, bevorzugt. Die allgemeine Probenqualität und der Selektionsgrad blieben dabei nahezu unverändert. Weitere Untersuchungen und mögliche Erklärungen zu diesem Wachstumsverhalten werden später noch ausführlicher behandelt.

Die Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexionen der Serie mit steigender GaN-Wachstumszeit in Abbildung 3.99 konstatieren diesen Befund durch die veränderten Winkelpositionen der lokalen Beugungsmaxima der präferierten GaN-Ausrichtung bei  $\phi = 0^\circ$ , die gegenüber

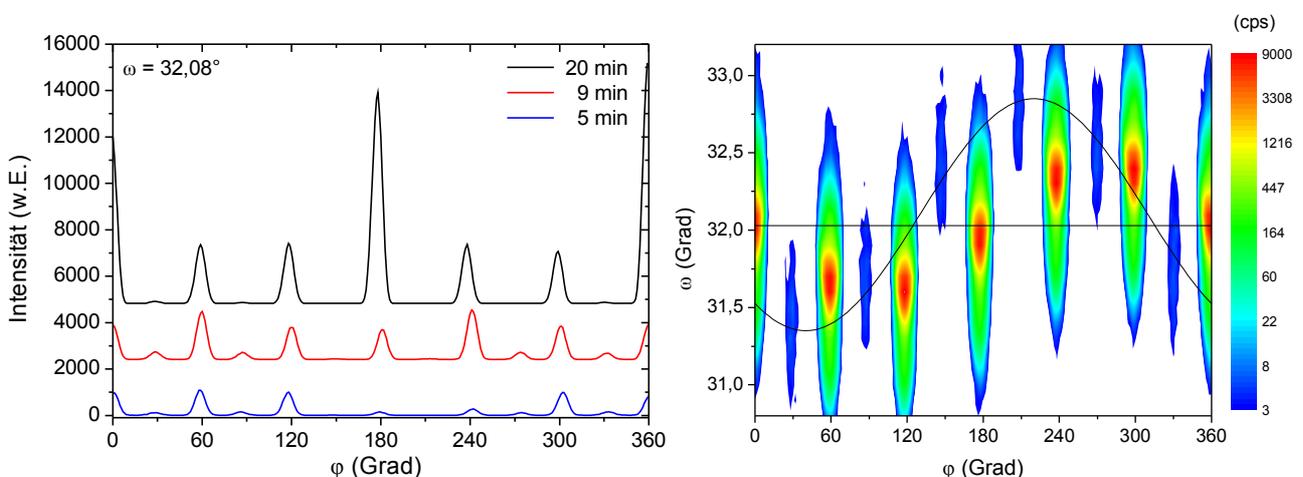


Abbildung 3.99: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem  $\text{Si}(001)$  mit zunehmender Wachstumszeit der GaN-Deckschicht (links). Und zugehöriger  $\omega$ - $\phi$ -map der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion der Probe mit 20 min GaN-Wachstumszeit zur Verdeutlichung der auftretenden Intensitätsschwankungen durch das Probentaumeln während der Drehung um  $\phi$  (rechts).

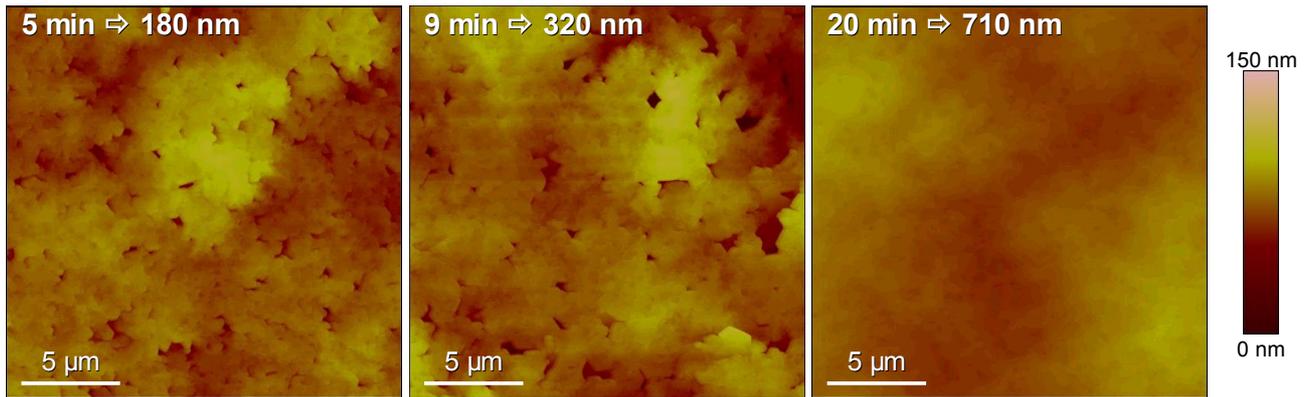


Abbildung 3.100: AFM-Aufnahmen einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit steigender Dicke der GaN-Hauptschicht durch eine Erhöhung der Wachstumszeit.

den bisherigen Messungen genau um  $30^\circ$  verschoben sind. Die deutlichen Intensitätsschwankungen der zugehörigen Beugungsmaxima einer Texturkomponente sind durch das Taumeln der Probe während der Drehung um den Winkel  $\varphi$  zu erklären. Die zunehmende Dicke der GaN-Deckschicht induziert in den Röntgenmessungen eine verstärkte Intensität der GaN-Reflexionen und eine Abschwächung des verfälschenden Hintergrunds der überlagerten  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Reflexionen. Zur ergänzenden Auswertung wurden daher AFM-Messungen der Probenoberflächen angefertigt (Abbildung 3.100). Demnach weist die GaN-Schicht nach 9 min Wachstumszeit auf einer Fläche von  $20 \times 20 \mu\text{m}^2$  noch vereinzelte und nicht koaleszierte Bereiche auf, während nach 20 min die gesamte Schicht dann deutlich glatter ( $\sigma_{\text{rms}} = 8,84 \text{ nm}$ ) und vollständig geschlossen ist. Für spätere und komplexere Strukturen mit nachfolgenden Wachstumsschritten wurde deshalb eine Dicke der ersten GaN-Schicht auf dem AlGaIn-Puffer von mindestens 500 nm bei Standardwachstumsbedingungen ( $T = 1145^\circ\text{C}$ ,  $p = 200 \text{ mbar}$ ,  $V/\text{III} = 1370$ ) festgelegt.

Die Korngrößen der GaN-Kolumnen sowie die lateralen und vertikalen Wachstumsraten können außerdem durch eine Veränderung des totalen Reaktordruckes beeinflusst werden. Durch eine Erhöhung des Gesamtdruckes ist dabei eine Zunahme des Kristallitdurchmessers infolge der sich verringernden Keimanzahl zu erwarten [172]. Weil die Minoritätsanteile im Puffer dadurch häufiger überwachsen werden können, sollte ein ausgeprägteres Selektionsverhalten im GaN erreicht werden. Zudem sollte die vertikale Wachstumsrate signifikant abnehmen, da durch verstärkt auftretende Vorreaktionen mehr GaN bereits zum Beispiel an den Reaktorwänden abgeschieden wird [173]. In einer Probenserie wurde daher der Gesamtdruck während des Wachstums der GaN-Schicht von 100-400 mbar variiert, wodurch sich die mittels in-situ Reflektivität bestimmte GaN-Schichtdicke von ca. 550 nm auf ca. 270 nm reduzierte. Die Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans in Abbildung 3.101 zeigen dementsprechend eine kontinuierliche Abnahme der Intensität der GaN-Reflexionen. Eine verstärkte Präferenz einer azimuthalen Texturkomponente konnte aus den zugehörigen  $\varphi$ -scans jedoch nicht abgeleitet werden.

Durch die Erhöhung des Reaktordruckes während des  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Pufferwachstums war neben einer Veränderung der Abscheiderate, auch ein Einfluss auf die Komposition  $x$  zu erwarten, da die

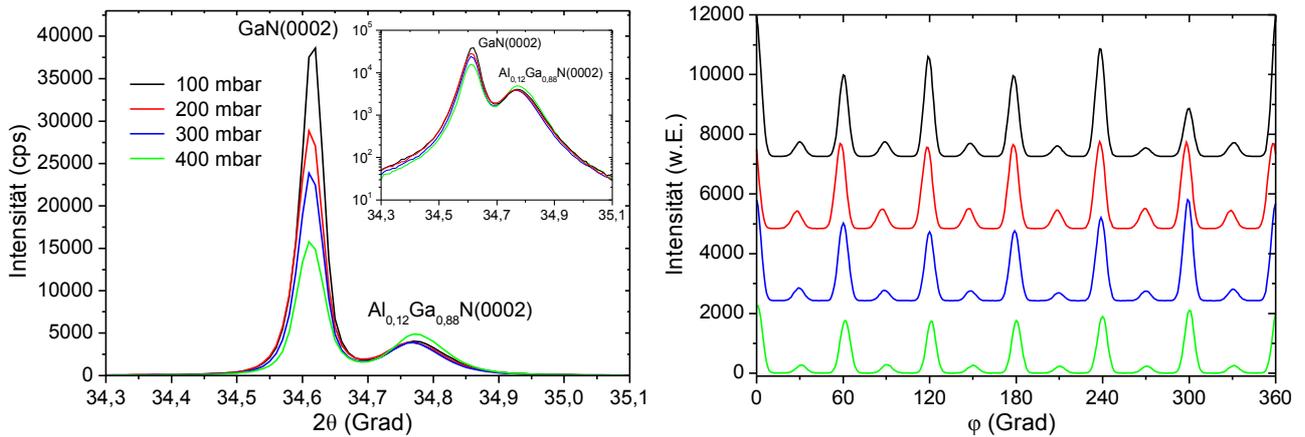


Abbildung 3.101: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans an der GaN(0002)-Reflexion einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit zunehmendem Reaktordruck beim Wachstum der GaN-Deckschicht (links) und zugehörige Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN(10 $\bar{1}$ 5)-Reflexion (rechts).

Zusammensetzung empfindlich von der vorhandenen Quantität der Ga-Atome im Reaktorgasfluss abhängt [126]. In einer entsprechenden Probenserie reduzierte sich die Al-Konzentration von  $x = 0,18$  bei einem Druck von 50 mbar bis hin zu einem fast verschwindenden  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Anteil mit unter 2% Aluminium bei einem Druck von 200 mbar, wie aus der Winkelverschiebung des  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}(0002)$ -Röntgenbeugungsmaximums in den  $\theta/2\theta$ -scans abzuleiten ist (Abbildung 3.102). Trotz dieses Effektes konnte aber keine Verbesserung im Selektionsverhalten des GaN erreicht werden.

Ein deutlicher Einfluss zeigte sich jedoch bei der Änderung des Reaktordruckes während der Keimschichtdeposition innerhalb einer Probenserie von 100 mbar auf 26 mbar. Zusätzlich zur höheren vertikalen Wachstumsrate des AlN nimmt dabei der Minoritätsanteil der azimuthalen GaN-Texturkomponente in der Deckschicht mit fallendem Druck kontinuierlich ab, was durch die höherfrequenten Fabry-Pérot-Oszillationen der in-situ Laserreflektivität bzw. die geringer werdende

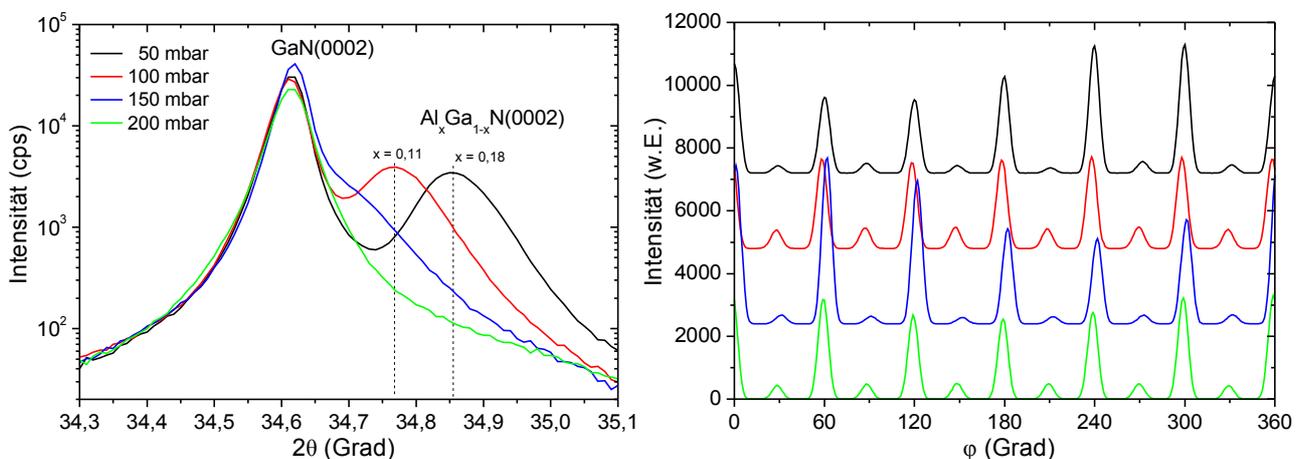


Abbildung 3.102: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans an der GaN(0002)-Reflexion einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit zunehmendem Reaktordruck beim Wachstum des  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Puffers (links) und die zugehörigen Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN(10 $\bar{1}$ 5)-Reflexion (rechts).

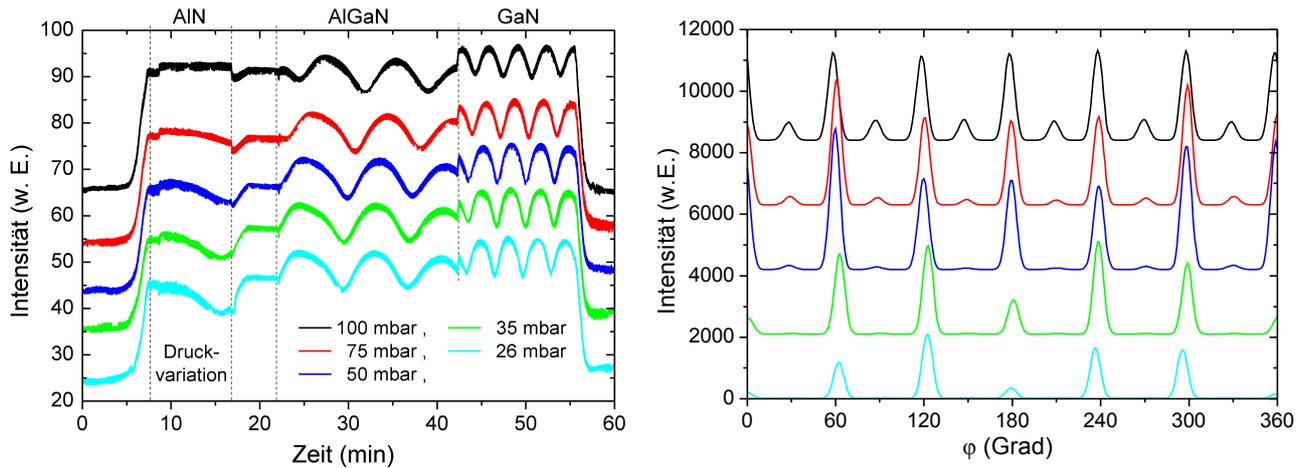


Abbildung 3.103: In-situ Laserreflexionsmessung einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit zunehmendem Reaktordruck beim Wachstum der AlN-Keimschicht (links) und die zugehörigen Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans an der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion (rechts).

Intensität der zugehörigen GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexionen bei  $\phi = 30^\circ$  in den Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans in Abbildung 3.103 verdeutlicht wird. Dieser Effekt korrespondiert zum einen mit der Annahme, dass ein größerer Unterschied in den Kristallitdurchmessern an der Keimschicht-Pufferschicht-Grenzfläche, wegen der schmalen AlN-Kolumnen, ein stärkeres Selektionsverhalten in der darauf wachsenden Schicht fördert. Zum anderen lässt sich eine bessere epitaktische Korrelation der AlN-Keime mit der Substratvorgabe vermuten oder ein durch die höhere Wachstumsrate beschleunigtes Überwachsen der Volumenanteile der kleineren Texturkomponente bereits in der Keimschicht.

Trotz der offensichtlich stärkeren Selektion des GaN, der etwa unverändert bleibenden inhomogenen Verspannungen und der Al-Konzentrationen in den oberen Schichten (Abbildung 6.16) sowie der optisch etwa gleichen Oberflächenrauigkeiten, zeigen die Proben mit sinkendem Reaktordruck insgesamt jedoch eine etwas schlechtere kristalline Qualität. Dies liegt in einer eklatanten Zunahme der statischen Schwankung der Verdrehungen (Abbildung 3.104) und der Verkippungen (Abbil-

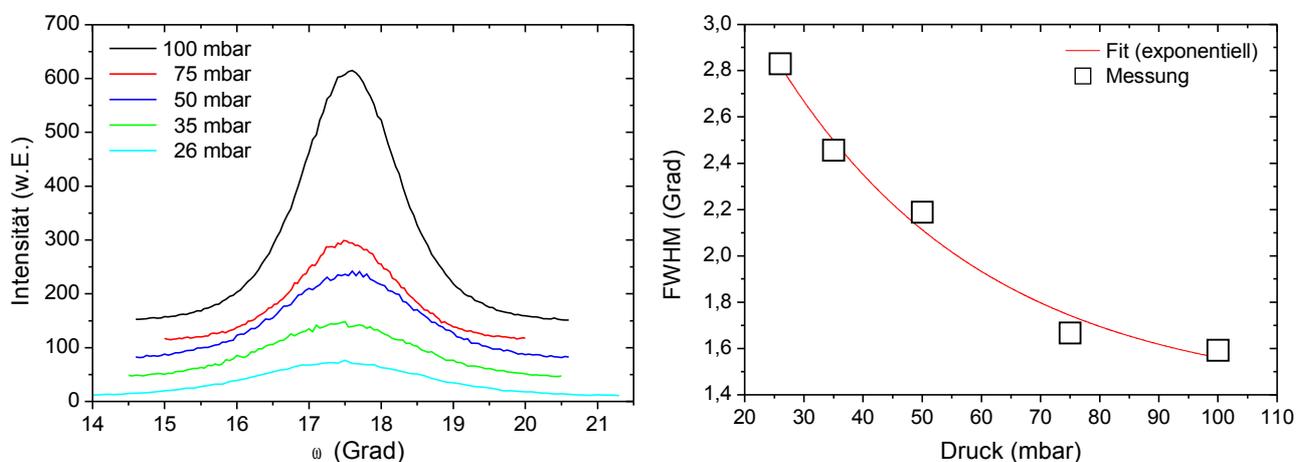


Abbildung 3.104: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans unter streifendem Einfall an der GaN( $10\bar{1}0$ )-Reflexion einer Probenserie mit variiertem Reaktordruck beim Wachstum der AlN-Keimschicht (links) und die entsprechenden Peakhalbwertsbreiten zur Abschätzung der statistischen Kolumnenverdrehungen (rechts).

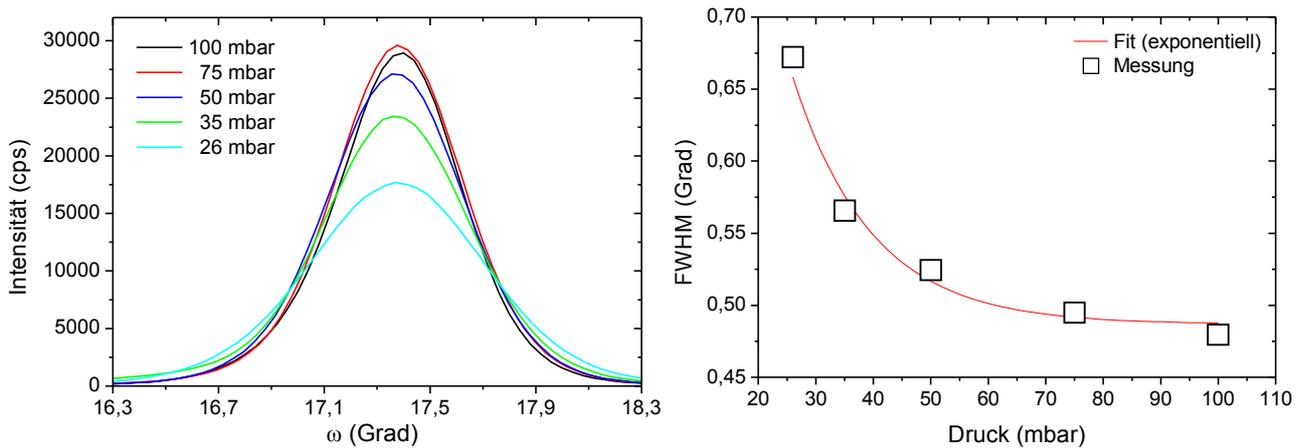


Abbildung 3.105: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans an der GaN(0002)-Reflexion einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit variiertem Reaktordruck beim Wachstum der AlN-Keimschicht (links) und die entsprechenden Peakhalbwertsbreiten zur Abschätzung der statistischen c-Achsenverkippen (rechts).

Abbildung 3.105) der Kristallite begründet, was mit der höheren Zahl an initialen AlN-Keimen und dem daraus folgenden kleineren Kristallitdurchmesser erklärt werden kann. Demnach kommt es bei kleinerem Druck zwar zu einer besseren Selektion einer GaN-Texturkomponente, die präferierte Phase selbst zeigt dann aber eine deutlich schlechtere Qualität als bei höherem Reaktordruck.

Aufgrund der Reaktorkonzeption und der kreisförmigen Substratform weisen die hergestellten Proben im Allgemeinen einen radialen Gradienten in den Schichteigenschaften auf. Zudem ist bekannt, dass beim Wachstum von nominell reinem AlN immer ein geringer Anteil an Gallium in die Schicht mit eingebaut wird, welches mutmaßlich bei hohen Temperaturen aus den Reaktorbestandteilen ausgast [149] und insbesondere in den Randbereichen der Wafer nachzuweisen ist. Dieser Effekt war auch durch ein vorheriges Ausheizen des Reaktors nicht vollständig zu eliminieren und war zudem von der Art und der Anzahl der Kontaminationen durch Vorgängerproben beeinflusst. Um reproduzierbare Wachstumsbedingungen zu erreichen, wurde deshalb vorsätzlich

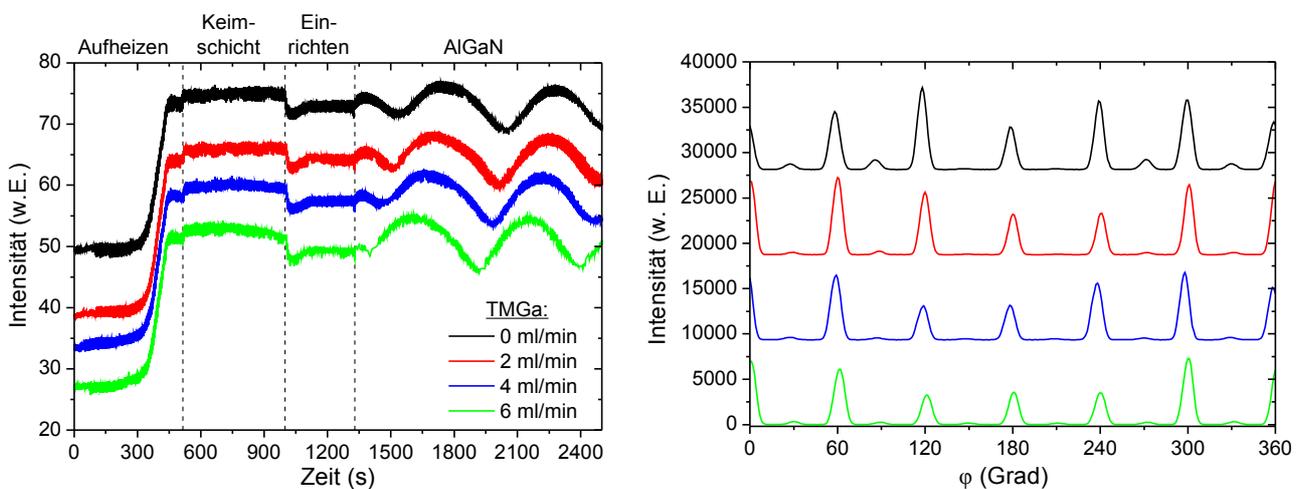


Abbildung 3.106: In-situ Laserreflexionsmessung einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit unterschiedlichem TMGa-Fluss während der Keimschichtdeposition (links) und die zugehörigen Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion (rechts).

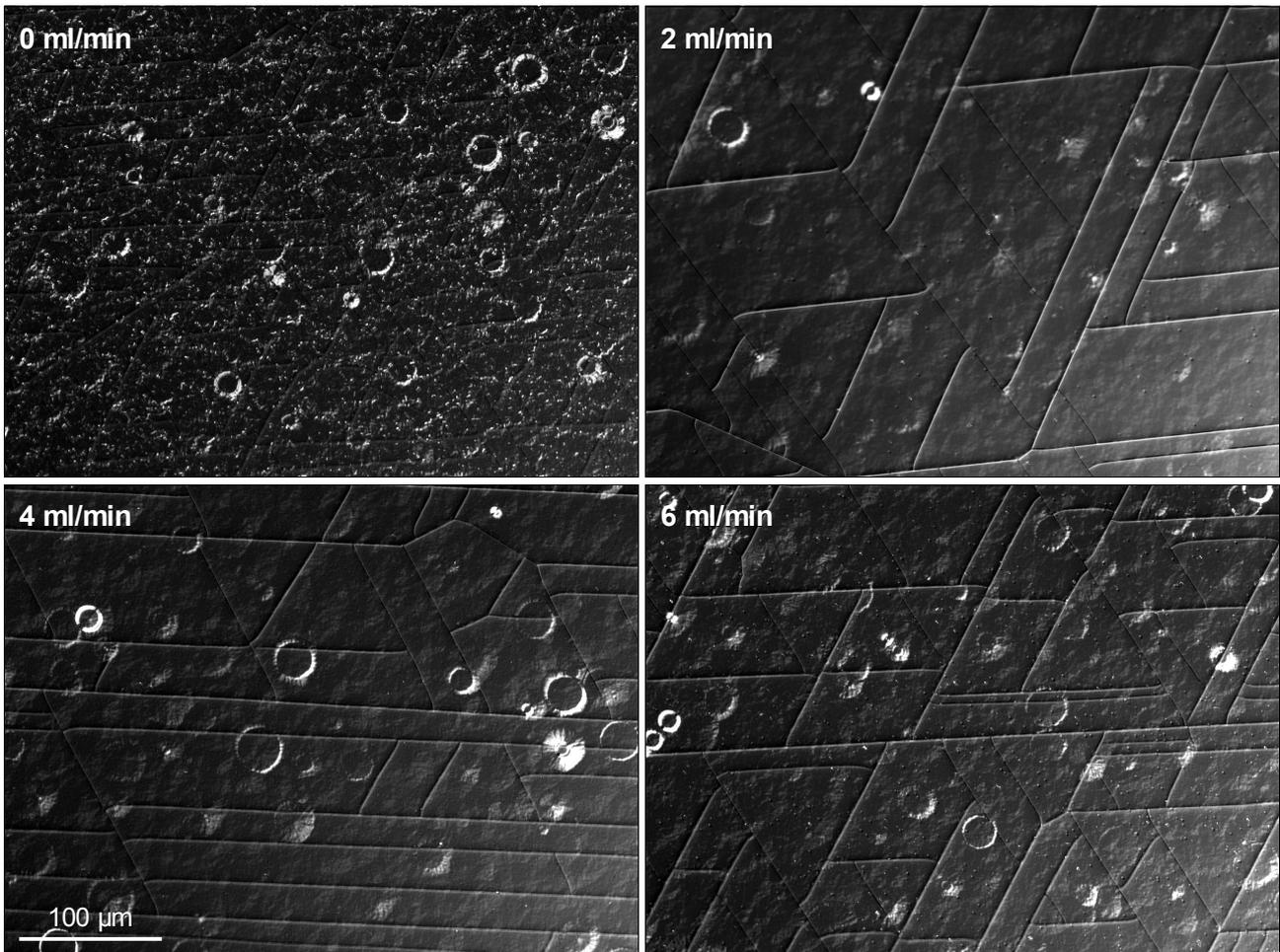


Abbildung 3.107: Nomarski-Aufnahmen der Wafermitte einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit unterschiedlichem TMGa-Fluss während des Keimschichtwachstums.

eine geringe, aber definierte Menge an Gallium bereits während der initialen Al-Metallisierung der Si(001)-Oberfläche und der Keimschichtdeposition angeboten. Innerhalb einer Probenserie wurde dazu der TMGa-Fluss von 0 ml/min auf 6 ml/min gesteigert, wodurch sich eine leichte Erhöhung der vertikalen Wachstumsrate der Keimschicht ergab (Abbildung 3.106). Ein direkter und signifikanter Einfluss auf den Selektionsgrad einer azimuthalen GaN-Texturkomponente konnte dabei nicht festgestellt werden. Durch das zusätzliche Angebot von Gallium wiesen die Schichten jedoch eine erhebliche Verbesserung der radialen Homogenität auf. Außerdem konnte die Oberflächenrauigkeit der Proben deutlich reduziert werden, wie die Nomarski-Aufnahmen in Abbildung 3.107 belegen. Bei wiederholenden und direkt vergleichenden Wachstumsdurchgängen konnte dieser begünstigende Effekt zudem mehrfach und eindeutig reproduziert werden.

Die Abhängigkeit der resultierenden Ga-Konzentration in der Keimschicht vom angebotenen TMGa-Fluss wurden mittels Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans am  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}(0002)$ -Reflex untersucht (Abbildung 3.108). Demnach ist selbst bei einem Fluss von 0 ml/min in der Probenmitte bereits ein Anteil von etwa 2% Ga in der Keimschicht nachzuweisen. Aufgrund der deutlich höheren Einbau-rate des Ga im Vergleich zum Al steigt der Anteil mit zunehmendem Fluss sehr sensibel auf etwa 69% bei 6 ml/min an. Trotz dieses hohen Gallium-Anteils auf der Si(001)-Oberfläche waren dabei

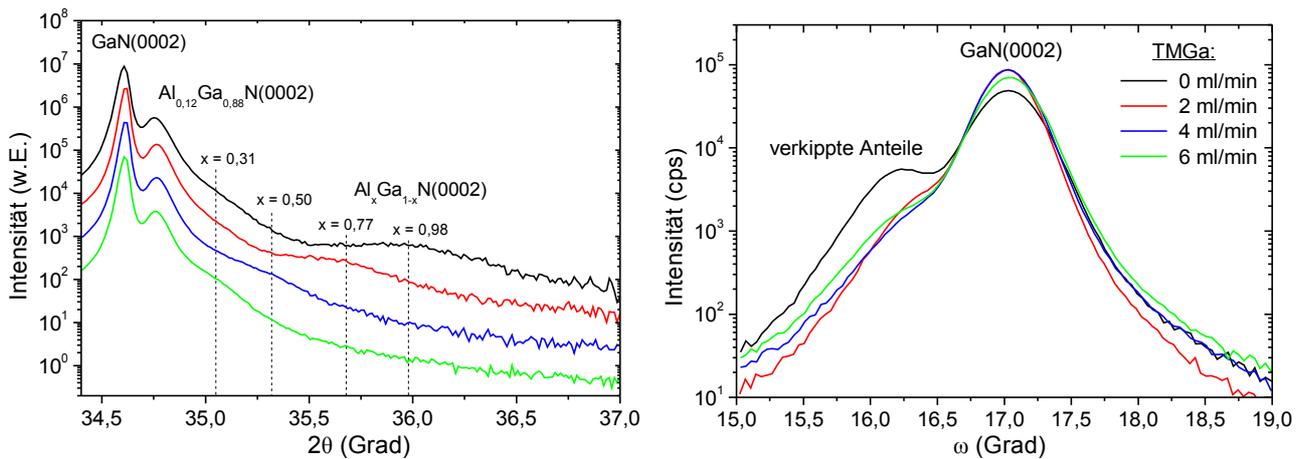


Abbildung 3.108: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans im Bereich der GaN(0002)-Reflexion einer Probenserie auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001) mit steigendem TMGa-Fluss während des Wachstums der Keimschicht (links) und die zugehörigen  $\omega$ -scans zur Bestimmung der c-Achsenverkippfung (rechts).

keine vermehrten Bereiche mit Ätzreaktionen auf dem Si-Substrat zu beobachten; vielmehr konnten diese durch einen kleinen TMGa-Fluss von weniger als 6 ml/min sogar vermindert oder gänzlich eliminiert werden. Als optimaler Wert hinsichtlich der Homogenität, der Oberflächenmorphologie und der kristallinen Qualität der Proben wurde ein TMGa-Fluss von 2 ml/min ermittelt, weshalb dieser in den nachfolgenden Untersuchungen als Standardwert angenommen wurde.

Zum direkten Vergleich des Einflusses des zusätzlichen Ga-Angebotes auf die Grenzflächenstruktur wurde das Wachstum zweier Proben mit 0 ml/min und 2 ml/min TMGa-Fluss direkt nach der Keimschichtdeposition abgebrochen. Neben einer Vergrößerung des Kristallitdurchmessers auf etwa 20-30 nm verstärkt das Gallium demnach deutlich die Ausbildung von glatten c-Flächen an den Kristallitoberseiten und bewirkt somit eine Glättung der Grenzfläche insgesamt, wie durch die FE-REM-Aufnahmen in Abbildung 3.109 konstatiert wird. Eine vollständig geschlossene Schicht bildet sich aufgrund der verschiedenen azimuthalen Ausrichtungen und den daraus resultierenden

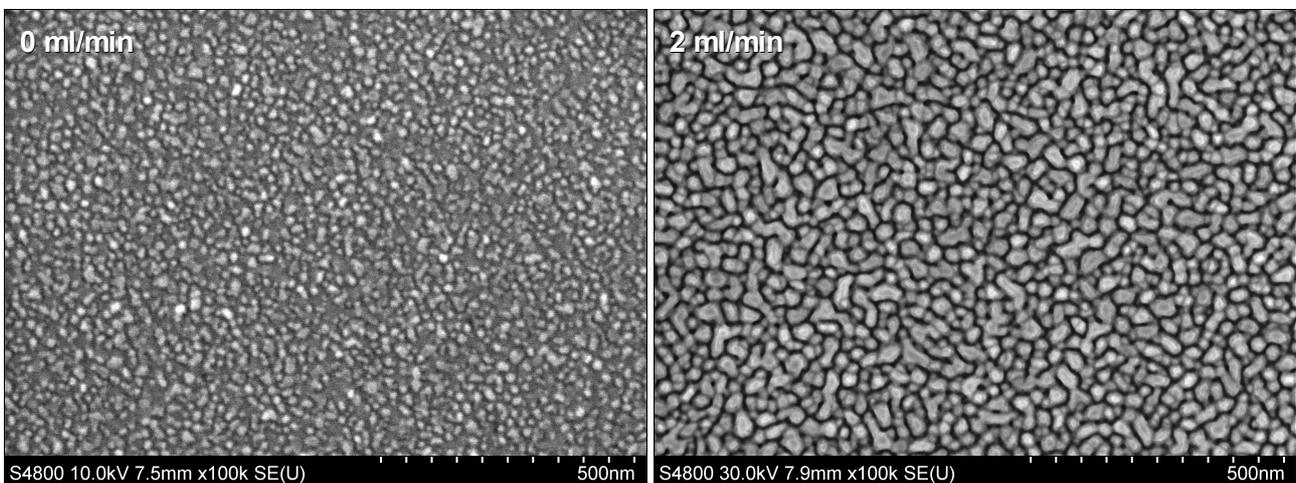


Abbildung 3.109: FE-REM-Aufnahmen von zwei Al(Ga)N-Keimschichten auf  $4^\circ$  fehlorientierten Si(001)-Substraten in Abhängigkeit des TMGa-Flusses.

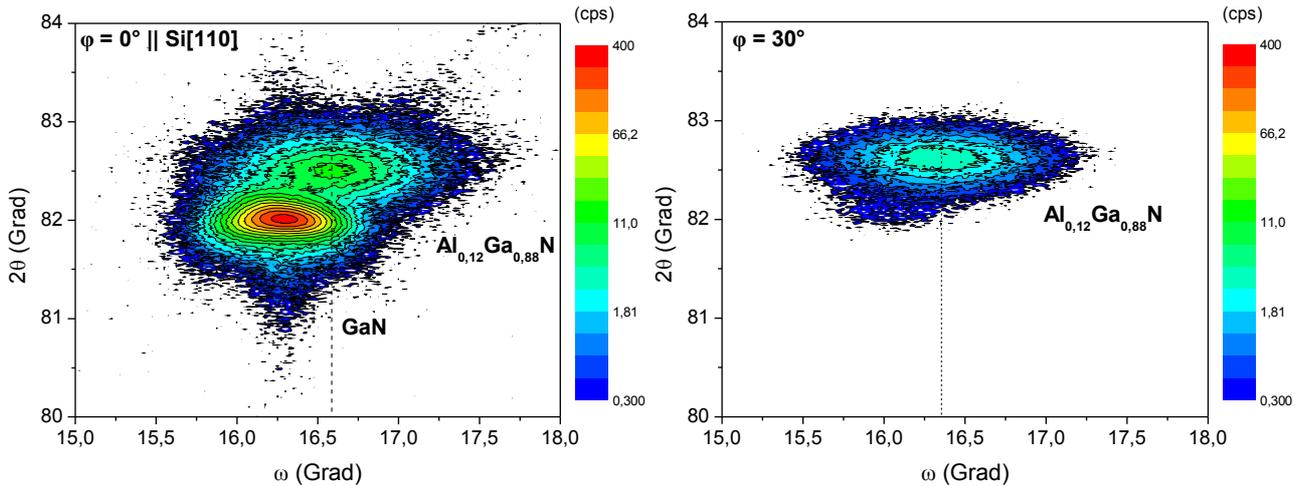


Abbildung 3.110: Röntgenbeugungs-reciprocal-space-maps um den GaN(10 $\bar{1}$ 4)-Reflex bei zwei um 30° verdrehten Azimuten an einer Probe mit einem zusätzlichen TMGa-Fluss von 1 ml/min während der Metallisierung und des Keimschichtwachstums auf 4° vizinalem Si(001) [151].

auftretenden Korngrenzen jedoch nicht.

An einer Teststruktur auf Si(001)-Substrat mit einer 500 nm GaN-Deckschicht wurden bei insgesamt optimierten Wachstumsparametern die kristalline Qualität und der erreichte Selektionsgrad der azimuthalen Texturkomponenten analysiert. Durch den direkten Vergleich der Beugungsintensitäten der GaN(10 $\bar{1}$ 4)-Reflexionen in zwei reciprocal-space-maps mit zwei um 30° verdrehten Azimuten kann das Verhältnis der beiden oppositionellen Orientierungsanteile mit kleiner als 1:1000 abgeschätzt werden (Abbildung 3.110) [151]. Die Verkippungen und Verdrehungen der GaN-Kolumnen der präferierten Ausrichtung betragen  $\Delta\omega = 0,267^\circ$  bzw.  $\Delta\omega = 1,24^\circ$ , wie durch Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans an der GaN(0002)- bzw. der GaN(10 $\bar{1}$ 0)-Reflexion ermittelt wurde. Die AFM-Aufnahme der Probenoberfläche in Abbildung 3.111 zeigt zudem atomare Höhenstufen bei einer mittleren Oberflächenrauigkeit von  $\sigma_{\text{rms}} = 0,765$  nm in einem untersuchten Bereich von  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$ .

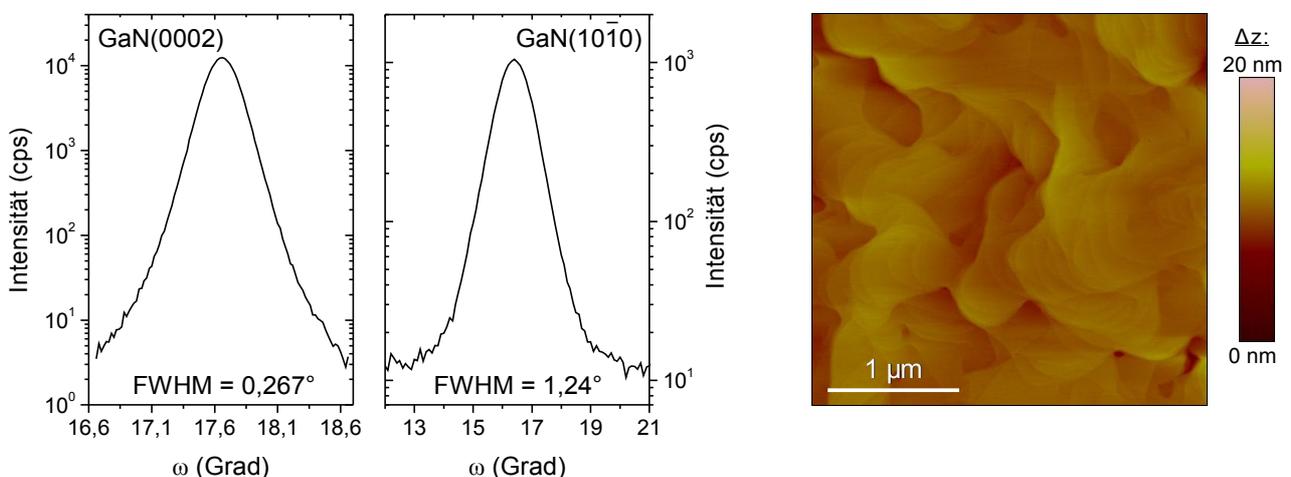


Abbildung 3.111: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans an der GaN(0002)-Reflexion bzw. an der GaN(10 $\bar{1}$ 0)-Reflexion unter streifendem Einfall (links) und die AFM-Aufnahme der Probenoberfläche (rechts) einer Teststruktur mit 500 nm dicker GaN-Deckschicht auf 4° fehlorientiertem Si(001).

Koaleszierte und monokristalline Schichten aus hexagonalem GaN auf Si(001) waren bisher nur auf Substraten mit einer leichten Fehlorientierung in Si[110]-Richtung realisiert worden. Eine mögliche Erklärung für dieses vermutlich notwendige Kriterium kann durch die auftretende Asymmetrie der Flächenanteile mit senkrecht zueinander angeordneten Si-Dimerreihen und der epitaktischen Korrelation der Keimschicht zur Substratoberfläche angenommen werden [44, 67]. Der beobachtete Wechsel der präferierten Texturkomponente des GaN trotz des gleichen verwendeten Fehlschnittes belegt jedoch eindeutig, dass diese Annahme nur ein vereinfachtes Erklärungsmodell darstellen kann. Verstärkend kommt hinzu, dass in der Keimschicht auf vizinalen Substraten bisher kein Selektionsverhalten quantitativ nachzuweisen war, während in der dann nachfolgenden Pufferschicht eine azimutale Ausrichtung eindeutig bevorzugt wurde. Um die möglichen Ursachen dieser Effekte einzuschränken, werden nachfolgend die Proben und insbesondere die Keimschichten hinsichtlich zugrunde liegender physikalischer Charakteristika eingehender analysiert.

Die Oberflächen zweier Teststrukturen mit ca. 80 nm dicken  $\text{Al}_{0,77}\text{Ga}_{0,23}\text{N}$ -Keimschichten auf Si(001)-Substraten mit  $0^\circ$  und  $4^\circ$  Fehlschnitt weisen im direkten Vergleich der FE-REM-Aufnahmen in Abbildung 3.112 keine evidenten Unterschiede in der Kristallitform und -größe auf. Ein zu vermutendes bereits vermehrtes Koaleszieren der Kristallite auf dem vizinalen Substrat ist ebenfalls nicht offensichtlich. Eine direkte Zuordnung der kristallinen Orientierung zu jedem Einzelkristallit, um so eine eventuelle laterale Korrelation der beiden Texturkomponenten entsprechend der theoretischen geometrischen Vorgaben des Substrates zu überprüfen, war aufgrund der zu geringen Beugungsintensitäten in den EBSD-Messungen leider nicht erfolgreich.

Die über die Probenoberfläche integrierenden Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans belegen jedoch anhand der jeweils 12 auftretenden Intensitätsmaxima der  $\text{Al}_{0,77}\text{Ga}_{0,23}\text{N}(10\bar{1}4)$ -Reflexion, dass in der Keimschicht sowohl bei  $0^\circ$  als auch bei  $4^\circ$ -Fehlorientierung genau zwei azimutale Kristallitausrichtungen existieren. Im Gegensatz zu den bisherigen Messergebnissen an den Puffer- und Hauptschichten, ist diesmal aber keine sechszählige einhüllende Intensitätsschwankung zu beobachten, welche aus der hexagonalen Grundform der Wurtzitstruktur und den ungleichen Texturanteilen folgt, sondern jedes

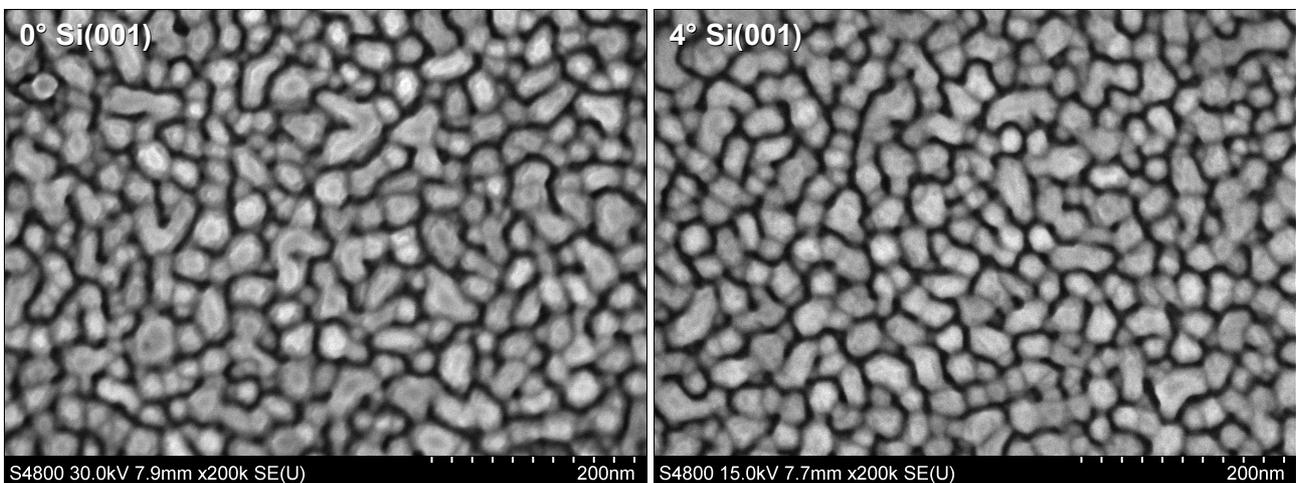


Abbildung 3.112: FE-REM-Aufnahmen von zwei nominell 80 nm dicken Keimschichten auf Si(001)-Substraten mit unterschiedlichem Fehlschnittwinkel in Si[110]-Richtung.

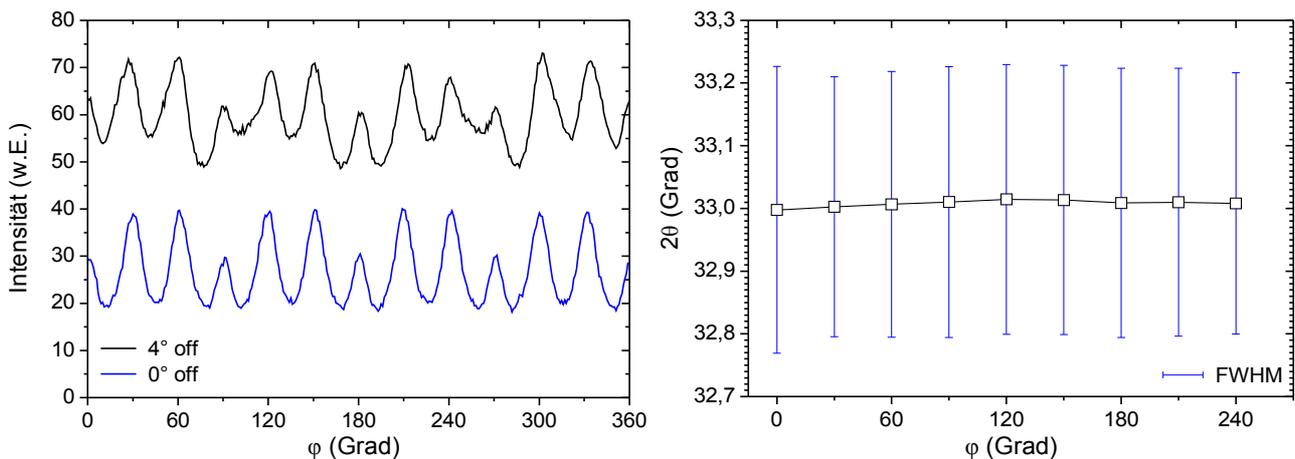


Abbildung 3.113: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans an der  $Al_{0,77}Ga_{0,23}N(10\bar{1}5)$ -Reflexion zweier ca. 80 nm dicken Keimschichten auf  $Si(001)$ -Substraten mit  $0^\circ$  bzw.  $4^\circ$  Fehlorientierung in  $Si[110]$ -Richtung (links), und Winkelposition der  $Al_{0,77}Ga_{0,23}N(10\bar{1}0)$ -Beugungsmaxima der Probe mit  $0^\circ$  Fehlschnitt in den  $\theta/2\theta$ -scans unter streifendem Einfall in Abhängigkeit des Azimutes (rechts).

dritte lokale Beugungsmaximum im periodischen Winkelabstand von  $\Delta\phi = 90^\circ$  ist abgeschwächt, wobei an der  $4^\circ$  fehlgeschnittenen Probe zusätzlich eine leichte Asymmetrie der Enveloppe auftritt (Abbildung 3.113). Eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten kann mit einer monoaxialen Verspannung der Kristallite parallel zu einer  $Si\langle 110 \rangle$ -Richtung, aufgrund der vorgegebenen Oberflächensymmetrie des Substrates, gegeben werden. Dadurch ändert sich der Neigungswinkel der äquivalenten  $\{10\bar{1}5\}$ -Flächen mit permutierten Indizes bezüglich der c-Achse unterschiedlich stark. Die Drehung der Probe um die Oberflächennormale während der Messung bei konstantem Einfallswinkel  $\omega$  führt dann zu einer leichten Verkippung zweier Netzebenen zum Braggwinkel, welche sich jeweils um  $\Delta\phi = 180^\circ$  gegenüber liegen. Zwei verschieden stark ausgeprägte Verspannungen der beiden Texturkomponenten, infolge der zwei um  $90^\circ$  verdrehten azimuthalen Kristallitorientierungen bei jedoch konstant ausgerichteten Oberflächenstufen des vizinalen Siliziums, könnte zudem das bevorzugte Wachstum einer Komponente in der Pufferschicht begründen. Zur Überprüfung dieser Annahmen wurden  $\theta/2\theta$ -scans an den jeweiligen m-Flächen der Keimschichtkristallite bei veränderten Azimuten von  $\Delta\phi = 30^\circ$  angefertigt (Abbildung 3.113). Innerhalb der Messgenauigkeit von etwa  $\Delta 2\theta = 0,01^\circ$  kann demnach eine solche Anisotropie in der Verspannung oder ein Unterschied zwischen den kristallinen Ausrichtungen jedoch nicht bestätigt werden.

Für eine weitergehende Analyse wurde daher an der  $4^\circ$  vizinalen Probe ein Röntgenbeugungs- $\omega$ - $\phi$ -map der  $Al_{0,77}Ga_{0,23}N(10\bar{1}5)$ -Reflexion vermessen (Abbildung 3.114). Dieser zeigt eine zusätzliche Schwankung der Untergrundintensität bei der Drehung um  $\phi$  im periodischen Abstand von  $90^\circ$ , während die Form und die Halbwertsbreite (ca.  $\Delta\omega = 1,8^\circ$ ) der überlagerten Schichtreflexionen nahezu unverändert bleiben. Aufgrund der vierzähligen Symmetrie und der breiten, fast konstanten Intensitätsverteilung in  $\omega$ , ist dieser Effekt vermutlich auf den Einfluss der angrenzenden, intensitätsreichen  $Si\{440\}$ -Substratreflexionen zurückzuführen. Bei der fehlgeschnittenen Probe sind die  $Si\{440\}$ -Netzebenen unterschiedlich stark aus der Beugungsbedingung verkippert, weshalb die

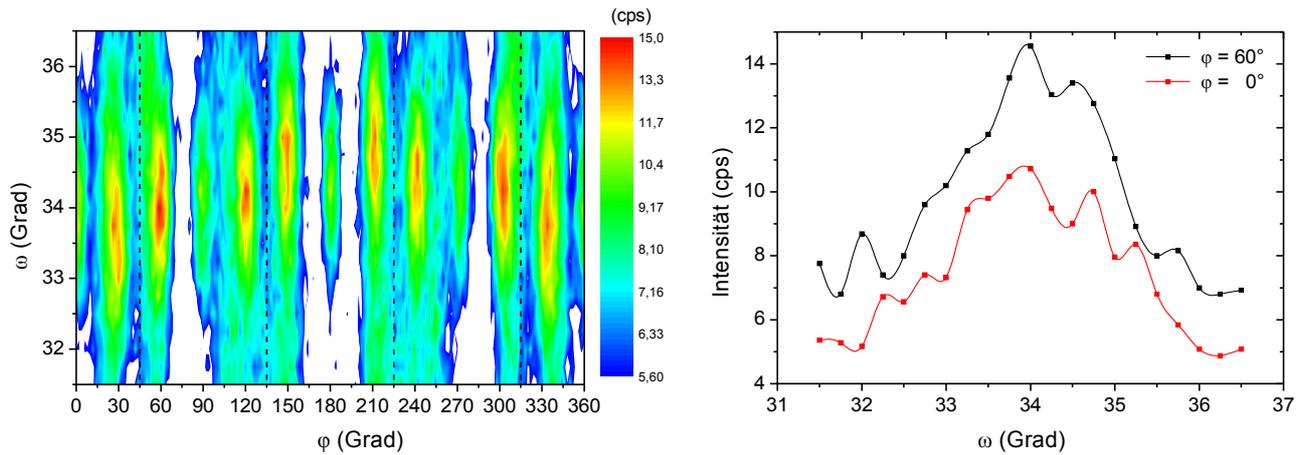


Abbildung 3.114: Röntgenbeugungs- $\omega$ - $\phi$ -maps der  $Al_{0,77}Ga_{0,23}N(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer Keimschicht auf  $4^\circ$  fehlorientiertem Si(001)-Substrat (links) und daraus entnommene  $\omega$ -scans bei  $\phi = 0^\circ$  und  $\phi = 60^\circ$  (rechts).

Winkelpositionen  $\phi$  der lokalen Maxima der Hintergrundintensität leicht asymmetrisch von den theoretischen Werten ( $45^\circ$ ,  $135^\circ$ ,  $225^\circ$ ,  $315^\circ$ ) verschoben sind. Eine Kontrollmessung an einem unbewachsenen Si(001)-Substrat mit der gleichen Intensitätsverteilung des Hintergrundes bestätigt zudem, dass die beobachteten Intensitätsschwankungen nicht in einem strukturellen Unterschied der Keimschichten begründet liegen, sondern eindeutig alleine auf die Kristallstruktur des Siliziums zurückzuführen sind (Abbildung 6.17).

Wie bereits in den vorangegangenen Messungen nachgewiesen wurde, richten sich die Kolumnen der Pufferschicht und der GaN-Hauptschicht nicht primär nach der Vorgabe der (001)-Netzebenen des Siliziums aus, sondern sie wachsen mit ihren c-Achsen nahezu senkrecht orientiert zur Substratoberfläche auf. Dieses Verhalten wird bereits durch die Keimschicht vorgegeben. Trotz einer um ca.  $4^\circ$  zur Si(001)-Ebene verkippten Substratoberfläche sind demnach die Keimschichtkristallite unverkippt zur Oberfläche ausgerichtet, wie die Vergleiche der c-Achsenorientierungen von Substrat und Keimschicht in Abhängigkeit des Fehlschnittes in Abbildung 3.115 belegen. Die auftretende Schwankung der Winkelposition bei der nominell  $0^\circ$  fehlgeschnittenen Probe ist mit

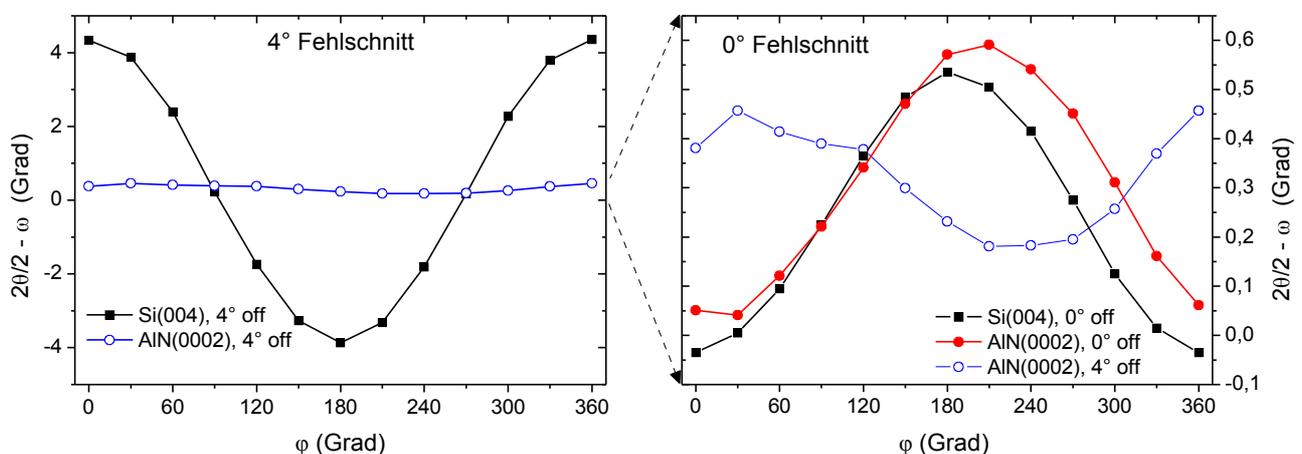


Abbildung 3.115: Projektionswinkel zwischen der Si[100]-Richtung und der c-Achse der Keimschichtkristallite in Abhängigkeit des Azimutes bei zwei Substraten mit  $0^\circ$  und  $4^\circ$  Fehlorientierung.

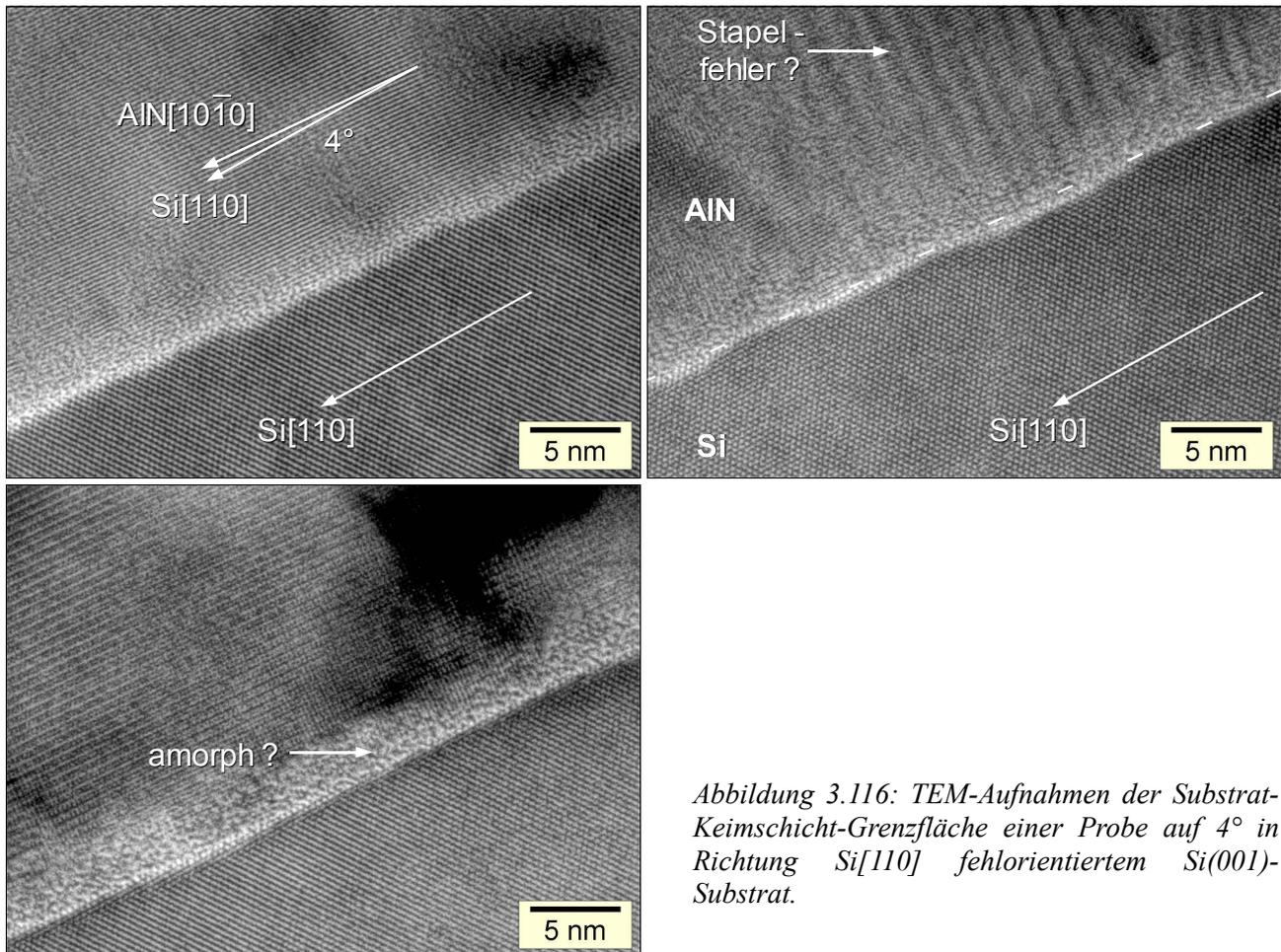


Abbildung 3.116: TEM-Aufnahmen der Substrat-Keimschicht-Grenzfläche einer Probe auf  $4^\circ$  in Richtung Si[110] fehlorientiertem Si(001)-Substrat.

einem leichten Probentaumeln während der Drehung um  $\phi$  zu erklären. Dieses entkoppelte Wachstum tritt bereits nach der Deposition weniger Atomlagen auf, was durch die direkten Visualisierungen der atomaren Anordnungen an der Grenzfläche zwischen Substrat und Keimschicht in hochauflösten TEM-Aufnahmen gezeigt wird (Abbildung 3.116). Demnach wachsen nach einer unregelmäßigen, etwa 1-3 nm dicken und stark kristallin gestörten oder amorphen Startschicht die Basalflächen der hexagonalen Keimschichtkristallite und die Si(001)-Ebenen entsprechend dem Fehlschnitt um  $4^\circ$  gegeneinander verkippt auf. Dieses Verhalten wurde auch bei MBE gewachsenen AlN-Schichten auf vizinalen Si(001)-Substraten nachgewiesen, wobei dort jedoch keine amorphen Zwischenschichten auftraten [45]. Die vizinale Substratoberfläche zeigt zudem starke Fluktuationen des lateralen Abstandes der atomaren Doppelstufen von 0-20 nm, bei einem durchschnittlichen Wert von 3,88 nm, was mit einer großen statistischen Verteilung, aufgrund der notwendigen hohen Bekeimungstemperatur von  $1165^\circ\text{C}$  zu begründen ist. Durch diese wellige, gestufte Oberfläche des Substrates werden kristalline Stapelfehler in der Wurtzitstruktur der Keimschicht begünstigt und sind direkt zu lokalisieren. Im Gegensatz zu den FE-REM-Messungen mit senkrechter Aufsicht (Abbildung 3.112) ist eine Vereinzelung der Kristallite jedoch nicht zu beobachten, woraus angenommen werden kann, dass die unüberwachsenen Keimschichtkristallite, zumindest in ihrem oberen Teil, eine pyramidale Form mit abgeschrägten Seitenflächen aufweisen. Eine direkte Korrelation zwischen der azimuthalen Ausrichtung der Keimschichtkristallite und der atomaren Oberflä-

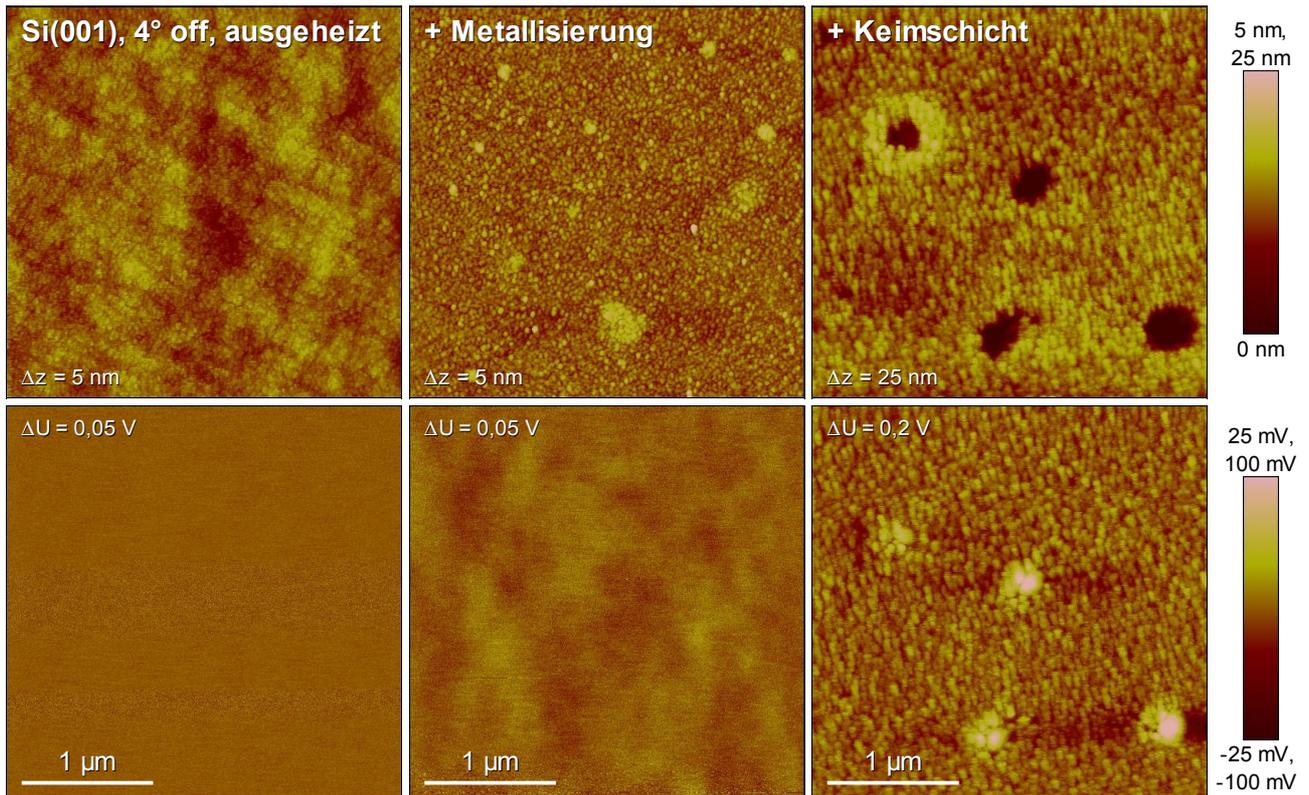


Abbildung 3.117: Obere Reihe: AFM-Aufnahmen der Si(001)-Substrate nach einem Aufheizen auf 1145°C (links), nach einer zusätzlichen 10 s Metallisierung (Mitte) und nach einem 8 min Keimschichtwachstum (rechts). Untere Reihe: Zugehörige Oberflächenpotentialmessung der jeweils untersuchten Teilflächen.

chenstruktur des Siliziums war aus den TEM-Aufnahmen jedoch nicht ausreichend nachzuweisen.

Eine weitere mögliche Ursache für den auftretenden Selektionsprozess in der Grenzschicht zum  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Puffer sind die Polarisationsfelder der Keimschicht. Eine in Abhängigkeit der beiden azimutalen Ausrichtungen ungleiche elektrische Spannung an der Oberfläche der Keimschichtkristallite könnte das Aufwachsen der nachfolgenden und ebenfalls polarisierten Pufferschichtkristallite eventuell begünstigen oder hemmen, wodurch die energetisch günstigere Texturkomponente im Puffer präferiert wird. Um die Oberflächenpotentiale ortsaufgelöst vergleichen zu können, wurden AFM- und SSPM-Untersuchungen derselben Probenposition angefertigt. Als Referenzen wurden außerdem ein 4° vizinales Si(001)-Substrat im unbewachsenen Zustand nach einem Ausheizen im Reaktor bei 1165°C, die Si-Oberfläche nach einer 10 s Metallisierung sowie die Probe nach dem Wachstum einer 8 min  $\text{Al}_{0,77}\text{Ga}_{0,23}\text{N}$ -Keimschicht vermessen (Abbildung 3.117). Demnach weist das reine, polierte Silizium noch keine relevanten Oberflächenladungen oder Strukturen auf. Die zusätzliche Metallisierung ist hingegen deutlich in der Morphologie nachzuweisen. Allerdings ist eine erst nachträgliche Clusterung der Al-Schicht durch eine chemische Reaktion mit dem Sauerstoff oder Stickstoff der umgebenden Luft außerhalb des Reaktors auch wahrscheinlich. Eine zusätzliche Aufladung dieser etwa 20-50 nm großen Strukturen ist jedoch ebenfalls nicht evident. Die vergleichenden Messungen der  $\text{Al}_{0,77}\text{Ga}_{0,23}\text{N}$ -Kristallite der Keimschicht zeigen im Gegensatz dazu eine ausgeprägte laterale Korrelation zwischen der Morphologie und den auftretenden Oberflächenpotentialen. Demnach besitzen die in den AFM-Aufnahmen aufzulösenden Kristallitspitzen jeweils

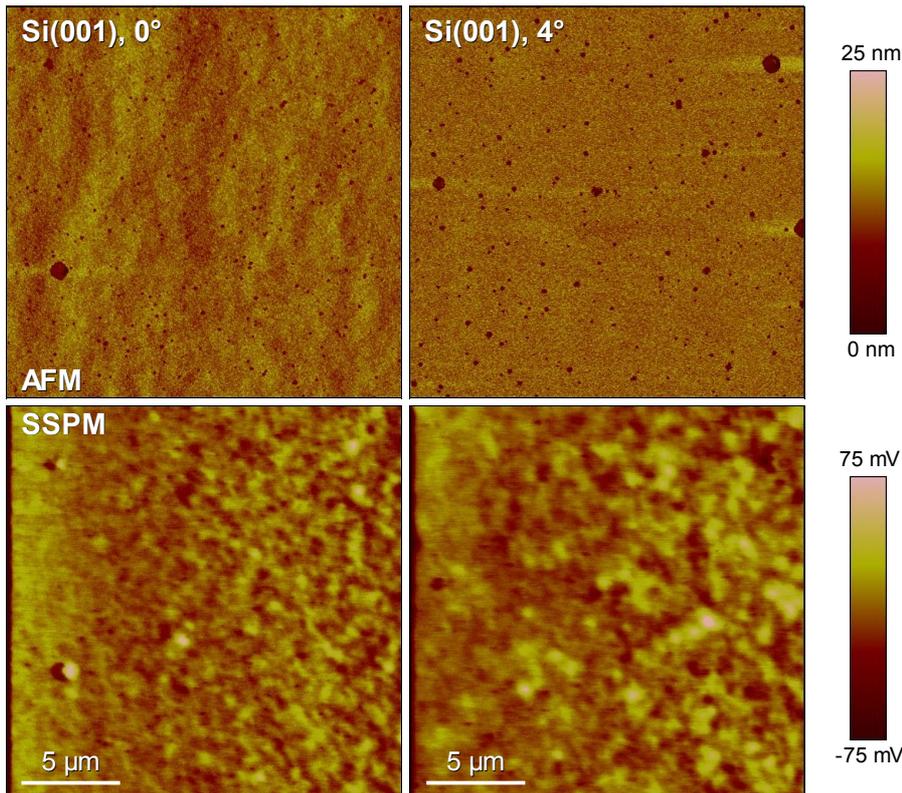


Abbildung 3.118: AFM-Aufnahmen der Keimschichtoberfläche auf Si(001)-Substraten mit  $0^\circ$  bzw.  $4^\circ$  Fehlschnitt (oben) und zugehörige Oberflächenpotentialmessungen der jeweils untersuchten Teilflächen (unten).

eine positive Aufladung von etwa 50 mV. Eine Musterbildung entsprechend der epitaktisch vorgegebenen Substratsymmetrie oder eine bimodale Verteilung der jeweiligen Oberflächenpotentiale der Kristallite aufgrund der zwei azimuthalen Ausrichtungen lassen sich aber nicht zuordnen. Um einen möglichen Einfluss der Substratdotierung auf die gemessenen Potentialverteilungen auszuschließen, wurden die Messungen an hochleitfähigen, n-dotierten sowie an hochohmigen, p-dotierten Substraten durchgeführt, wobei jeweils die gleichen Ergebnisse reproduziert werden konnten. Auffällig sind zudem die etwa 500 nm großen, geladenen Löcher in der Keimschicht, von denen es zwei deutlich zu unterscheidende, aber nicht näher spezifizierte Typen gibt: ein Loch mit einem positivem Potential von über 100 mV sowie ein Loch mit überhöhtem Randbereich, das mit ca. 50 mV etwas weniger stark geladen ist (Abbildung 6.18). Diese charakteristischen Fehlstellen in der Keimschicht treten aber sowohl bei  $0^\circ$  als auch bei  $4^\circ$  fehlorientiertem Substrat gleichermaßen auf und können somit als Grund für den Selektionsprozess ausgeschlossen werden.

In Abbildung 3.118 sind die AFM- und SSPM-Messungen zweier identisch gewachsener Keimschichten auf unterschiedlich verkippten Substraten vergleichend dargestellt. Dabei ist eine Veränderung der Flächenanteile oder eine symmetrische, deterministische Strukturierung nicht nachzuweisen; es scheinen aber etwas großflächigere Agglomerationen der positiven Oberflächenpotentiale bei der vizinalen Probe zu existieren.

Die gemessene positive Oberflächenladung an der Spitze der aufzulösenden Kristallite weist, bei Annahme eines annähernd unverspannten Wachstums, aufgrund der  $[000\bar{1}]$ -Ausrichtung der spontanen Polarisationsfelder im AlN, auf eine Aluminium-Terminierung der Keimschicht hin. Diese Wachstumsausrichtung entspricht der Standardorientierung der III-N-Halbleiter auf Si(111)-

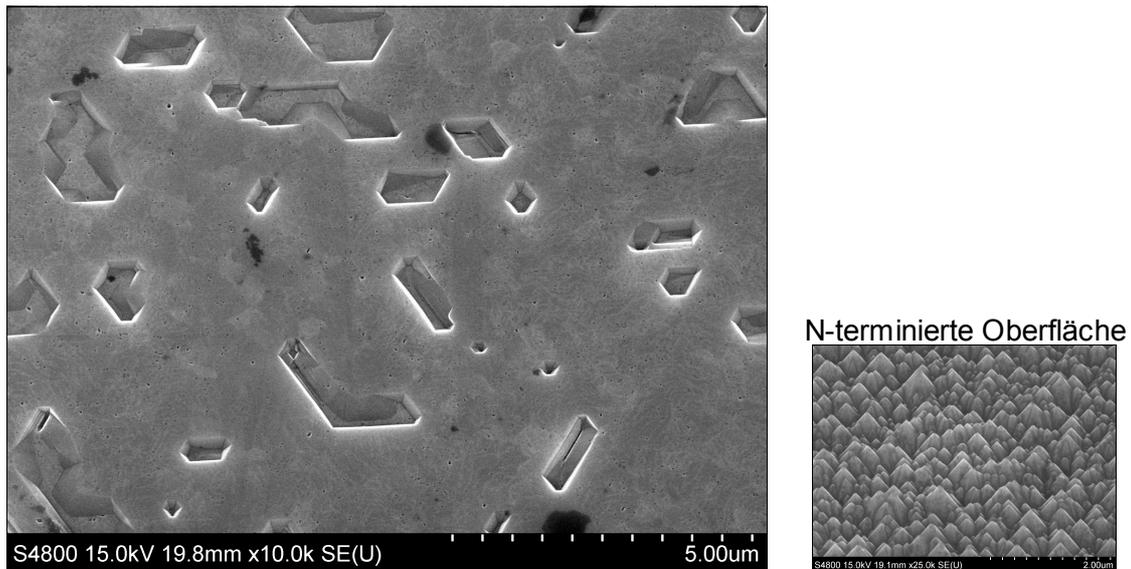


Abbildung 3.119: FE-REM-Aufnahmen der Oberfläche einer mit KOH-Säure angeätzten GaN-Schicht auf 4° vizinalem Si(001)-Substrat (links) und die Oberfläche einer identisch behandelten N-terminierten Referenzprobe auf Si(111) bei gleicher Skalierung (rechts).

Substraten und wird hauptsächlich durch die verwendeten Depositionsparameter während der initialen Bekeimung und insbesondere der Al-Metallisierung festgelegt [174]. Diese Konstellation ist für die Realisierung von GaN-basierten FET-Strukturen im Allgemeinen vorteilhaft und außerdem ist die Wachstumsgeschwindigkeit der GaN-Schichten in [0001]-Richtung höher [175]. Zur Bestimmung der resultierenden Terminierung der oberen GaN-Hauptschicht auf Si(001) wurde eine Probe mit 70°C heißer KOH-Säure für 3 min angeätzt. Je nach Terminierung der Oberfläche verursacht eine solche Behandlung aufgrund der unterschiedlichen chemischen Bindungen zwei unterschiedliche resultierende Oberflächenstrukturen: während bei einem Abschluss mit Ga-Atomen die (0001)-Flächen erhalten bleiben, bilden sich bei einem Abschluss mit N-Atomen Pyramidenfacetten aus GaN( $10\bar{1}1$ )-Flächen aus [176]. Die GaN-Schichten auf Si(001)-Substraten besitzen bei den gewählten Wachstumsparametern folglich eine Ga-Terminierung, wie die glatten c-Flächen einer geätzten Testprobe in der FE-REM Aufnahme in Abbildung 3.119 belegen. Die tiefer gelegenen Bereiche, die der oppositionellen azimuthalen Ausrichtung zugeordnet werden können, zeigen demnach ebenfalls eine Ga-Terminierung, weshalb eine unterschiedliche Polarität der Keimschichtkristallite als alleiniger Grund für den Selektionsprozess unwahrscheinlich ist.

Der Wechsel der präferierten azimuthalen Ausrichtung der beiden GaN-Texturkomponenten bei konstantem Fehlschnitt in Si[110]-Richtung beweist aber, dass die Ausbildung von gerichteten Doppelstufen auf einer vizinalen Substratoberfläche als Erklärung für den Selektionsprozess nicht ausreichend ist. Ein apodiktischer Nachweis dieses Umschlageffektes wird durch den Vergleich der Röntgenbeugungs-Polfiguren zweier Proben mit gegensätzlicher bevorzugter Texturkomponente gegeben, welche gleichzeitig die Orientierung der Si(220)- und der GaN( $10\bar{1}2$ )-Ebenen analysiert. Der Detektorwinkel wurde dazu mit  $2\theta = 47,8^\circ$  so eingestellt\*, dass die zugehörigen Beugungs-

\* theoretischer Beugungswinkel: Si(220) = 47,32°, GaN( $10\bar{1}2$ ) = 48,10°

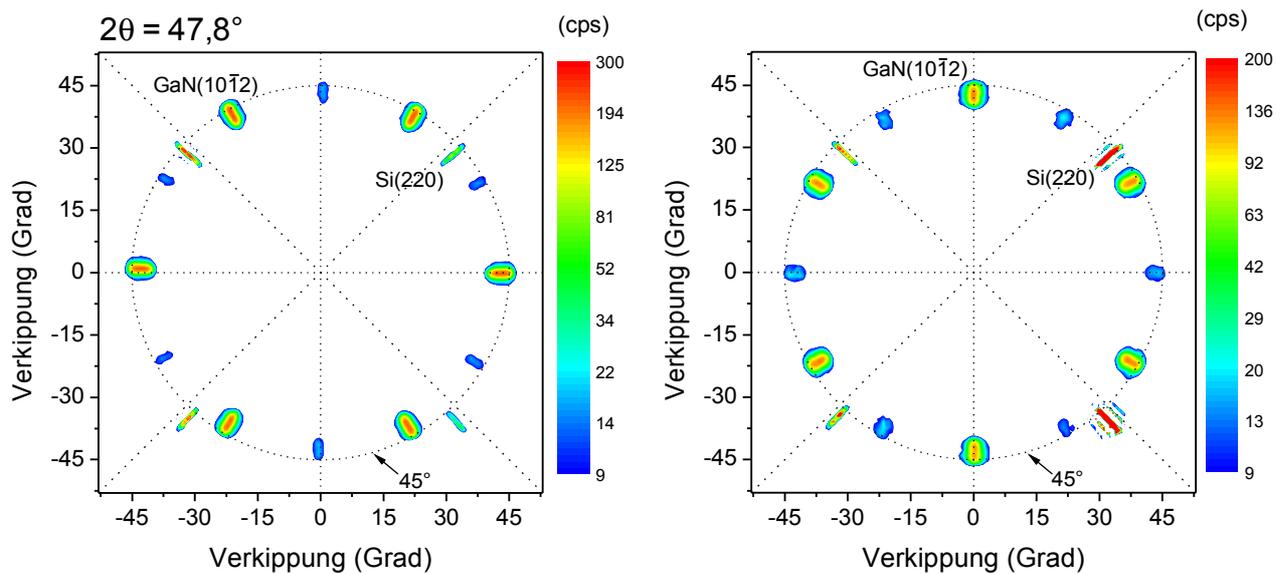


Abbildung 3.120: Röntgenbeugungs-Polfiguren an den  $\text{Si}\{220\}$ - und den  $\text{GaN}\{10\bar{1}2\}$ -Reflexionen zweier Proben mit  $\text{GaN}[11\bar{2}0]||\text{Si}[110]$  (links) bzw.  $\text{GaN}[10\bar{1}0]||\text{Si}[110]$  (rechts) als bevorzugte azimutale Texturkomponente.

reflexe, trotz nicht exakt erfüllter Bragg-Bedingungen, noch einen etwa gleich starken Intensitätsanteil liefern. In Abbildung 3.120 sind bei zwei Proben jeweils alle  $\text{Si}\{220\}$ -Beugungsmaxima um genau  $4^\circ$  in dieselbe, definierte Richtung gegenüber einem Kreis verschoben, der einer Probenverkippung von  $45^\circ$  zur c-Achse entspricht, infolge des  $4^\circ$  Fehlschnittes und der resultierenden Winkel zwischen den  $\text{Si}\{110\}$ -Ebenen und der Substratoberfläche. Trotz der offensichtlich gleichen Ausrichtung des Fehlschnitts, wird jeweils eine andere der zwei Texturkomponenten des GaN präferiert, wie die um  $\Delta\phi = 30^\circ$  verdrehten azimutalen Positionen der  $\text{GaN}\{10\bar{1}2\}$ -Reflexionen auf einem Kreis mit  $43,1^\circ$  Probenverkippung nachweisen.

Die leicht unterschiedlich starken Verkippungen der AlGaN/GaN-Kristallite der jeweiligen Texturkomponenten bezüglich der Probenoberfläche in Richtung des Fehlschnittwinkels sind ebenfalls als Grund des Selektionsprozesses auszuschließen. Der direkte Vergleich der Röntgenbeu-

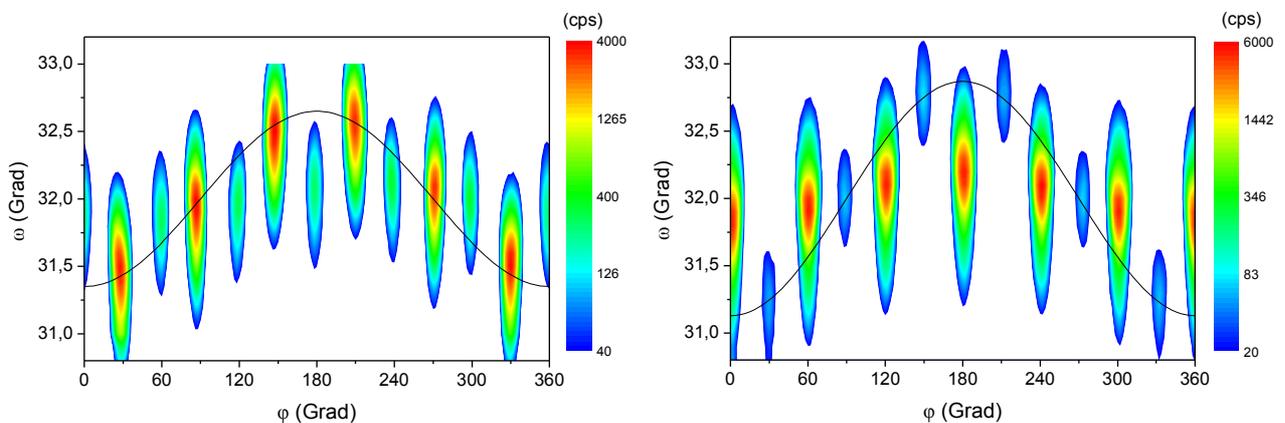


Abbildung 3.121: Röntgenbeugungs- $\omega$ - $\phi$ -maps der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion zweier Proben mit  $\text{GaN}[11\bar{2}0]||\text{Si}[110]$  (links) bzw.  $\text{GaN}[10\bar{1}0]||\text{Si}[110]$  (rechts) als bevorzugte azimutale Texturkomponente [151].

gungs- $\omega$ - $\phi$ -maps an den GaN $\{10\bar{1}5\}$ -Reflexionen zweier Proben mit unterschiedlicher präferierter azimuthaler Ausrichtung in Abbildung 3.121 belegt eindeutig, dass die stärker verkippte Komponente, die mit der GaN $[11\bar{2}0]$ -Richtung parallel zur Si $[110]$ -Richtung des Fehlschnitts orientiert ist, sowohl begünstigt, als auch unterdrückt werden kann [151]. Die Verkipfung der c-Achse zur Probenoberfläche in Si $[110]$ -Richtung ( $\phi = 0^\circ$ ) kann aber als einfacher Indikator benutzt werden, um die jeweils bevorzugte Texturkomponente des GaN zu bestimmen.

Die Homogenität des Selektionsgrades über die Waferfläche wurde mit Hilfe von Röntgenbeugungs-Rockingkurven an der GaN(0002)-Reflexion mit  $\phi = 180^\circ$  an verschiedenen Positionen entlang des Probenradius überprüft. Die Proben, bei denen im Zentrum die Komponente mit GaN $[11\bar{2}0]||\text{Si}[110]$  den Majoritätsanteil darstellt, weisen gemäß Abbildung 3.122 in der Mitte die stärkste Selektion auf, die sich jedoch mit zunehmender Annäherung zum Rand abschwächt, wie aus der Ausbildung eines Nebenmaxima abzuleiten ist. Im Gegensatz dazu zeigt das Verschwinden des Nebenmaximas bei der Probe mit der im Zentrum um  $30^\circ$  verdrehten bevorzugten azimuthalen Komponente einen Anstieg des Selektionsgrades zum Rand hin. Die zu beobachtende allgemeine Winkelverschiebung der Intensitätsmaxima ist primär auf die Probenkrümmung zurückzuführen und kann eindeutig mit den Verläufen der Beugungsreflexionen der Si-Substrate korreliert werden. Die leicht verkippten Texturanteile sind dabei am Waferrand etwas stärker in Richtung des Fehlschnittes geneigt ( $\Delta\omega = 0,57^\circ$ ) als im Zentrum ( $\Delta\omega = 0,38^\circ$ ), wohingegen die unverkippten Anteile nahezu unbeeinflusst bleiben (Abbildung 6.19).

Somit kann vermutet werden, dass eine tendenzielle ortsabhängige Verteilung der bevorzugten Ausrichtungsmöglichkeit auf der Probe existiert: von der GaN $[11\bar{2}0]||\text{Si}[110]$ -Ausrichtung des GaN in der Probenmitte zu einer präferierten GaN $[10\bar{1}0]||\text{Si}[110]$ -Ausrichtung des GaN am Waferrand. Bestärkt wird diese Annahme zudem durch Proben, die entlang des Radius einen kompletten derartigen Umschlag in der azimuthalen GaN-Ausrichtung aufweisen, wie die ortsaufgelösten Rockingkurven der GaN(0002)-Reflexionen in Abhängigkeit der Position entlang des Durchmessers mit einem deutlichen Wechsel der Kristallitverkipfung indizieren (Abbildung 3.123). Demnach gibt es

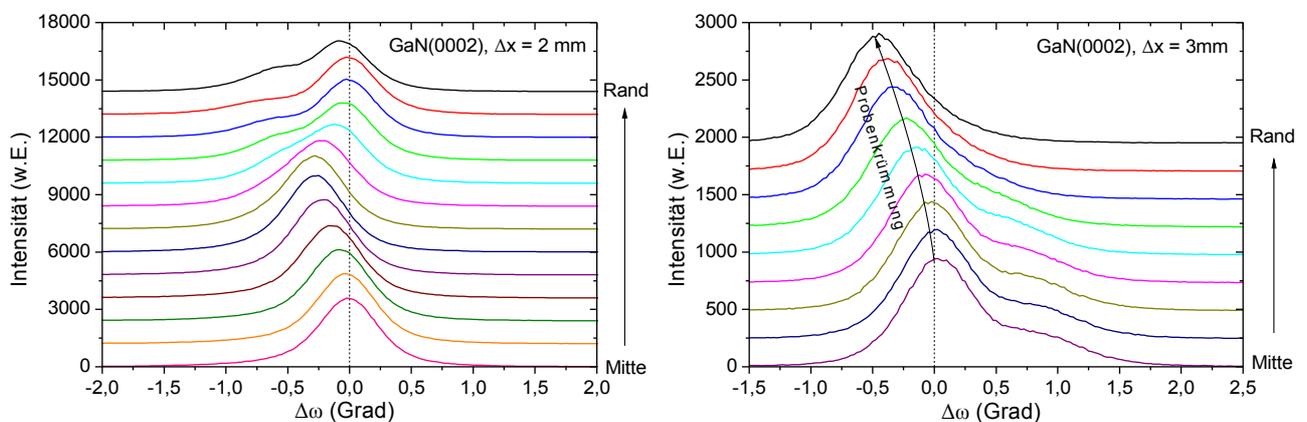


Abbildung 3.122: Röntgenbeugungs-Rockingkurven der GaN(0002)-Reflexionen in Abhängigkeit der untersuchten Probenstelle entlang des Radius zweier Proben mit GaN $[11\bar{2}0]||\text{Si}[110]$  (links) bzw. GaN $[10\bar{1}0]||\text{Si}[110]$  (rechts) als bevorzugte azimuthale Ausrichtung in der Probenmitte (bei  $\phi = 180^\circ$ ).

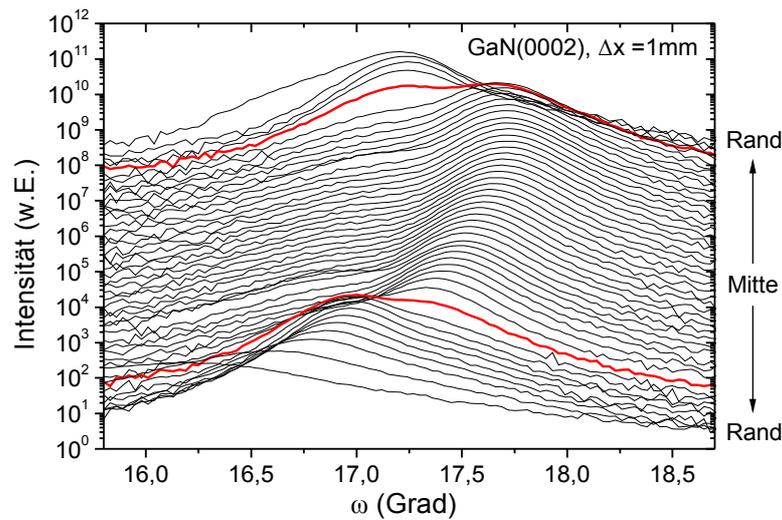


Abbildung 3.123: Röntgenbeugungs-Rockingkurven der GaN(0002)-Reflexion in Abhängigkeit der untersuchten Position entlang des Probendurchmessers. Die beiden roten Kurven markieren den Umschlagbereich zwischen den Gebieten mit gegensätzlicher präferierter GaN-Orientierung.

einen schmalen, etwa 15 mm von der Mitte entfernten Umschlagbereich zwischen den Gebieten mit gegensätzlicher präferierter GaN-Orientierung, in welchem beide Ausrichtungen zu etwa gleichen Anteilen aufwachsen.

Zum direkten Nachweis der unterschiedlichen azimuthalen Texturkomponenten wurden die Rockingkurven der asymmetrischen GaN $\{10\bar{1}4\}$ -Reflexionen in Abhängigkeit des Azimutes lokal begrenzt (ca. 1 mm<sup>2</sup>) jeweils in der Probenmitte, am Probenrand sowie genau im Umschlaggebiet vermessen. Durch den Intensitätsvergleich der zugehörigen Beugungsmaxima der beiden Ausrichtungsmöglichkeiten in Abbildung 3.124 kann der Wechsel der bevorzugten Orientierung des GaN

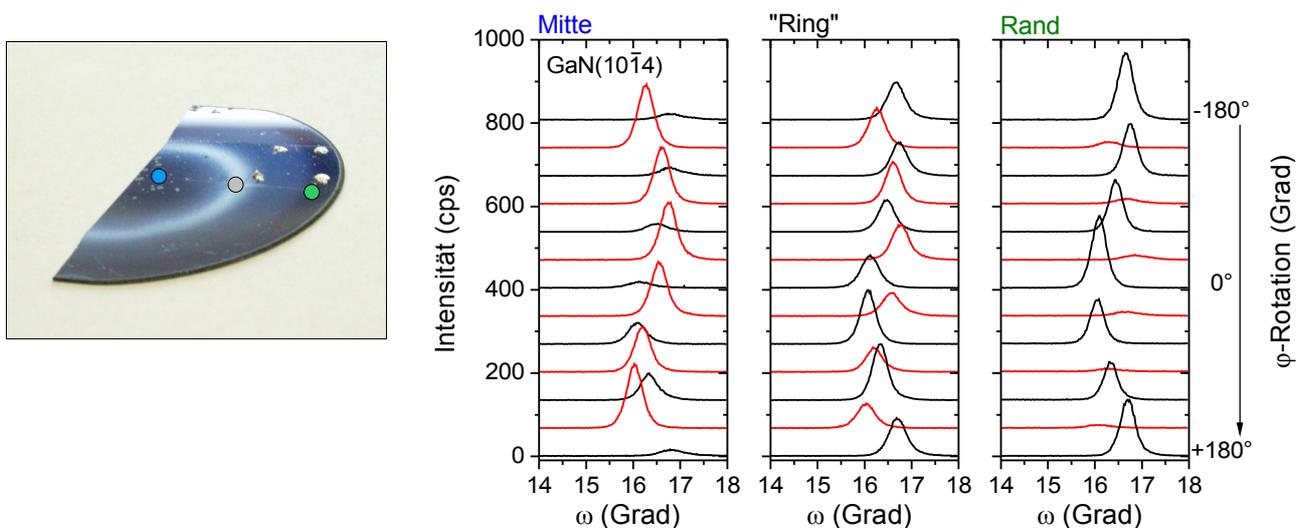


Abbildung 3.124: Fotografie einer Probe auf 4° vizinalen Si(001) mit einem kompletten Umschlag der bevorzugten azimuthalen Texturkomponente des GaN innerhalb der Waferfläche (links) und die zugehörigen Röntgenbeugungs-Rockingkurven der GaN $\{10\bar{1}4\}$ -Reflexionen in Abhängigkeit des Azimutes von drei Probenstellen entlang des Radius (rechts) [158].

über den Wafer von GaN[11 $\bar{2}$ 0]||Si[110] in der Probenmitte zu GaN[10 $\bar{1}$ 0]||Si[110] am Waferrand, in Übereinstimmung mit den gemessenen unterschiedlichen Kristallitverkipnungen, voll bestätigt werden. Aufgrund der auftretenden Korngrenzen und der deswegen nicht koaleszierten Schicht im Umschlaggebiet ist die Oberflächenmorphologie dort deutlich schlechter und wird als matter, grauer, annähernd kreisförmiger Bereich auf der Probe deutlich sichtbar [158].

Eine mögliche Erklärung für diesen Umschlageffekt könnte eine radial inhomogene Verteilung der Wachstumsparameter sein, welche sich aufgrund der vorhandenen Reaktorkonzeption ergibt. An einer Teststruktur wurden daher orts aufgelöste Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans der GaN(0002)-Reflexion von Probenpositionen entlang des Radius angefertigt. Bei der angrenzenden Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N(0002)-Reflexion der Pufferschicht ist dabei am Waferrand eine deutliche Verschiebung der Beugungsmaxima zu größeren Winkeln hin festzustellen, während die Beugungsreflexe der GaN-Deckschicht keine signifikante Veränderung der Form, der Winkelposition oder der Intensität über die Waferfläche aufweisen. Daraus folgt, dass die Aluminiumkonzentration in der Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N-Schicht von etwa  $x = 11,5\%$  im Zentrum auf etwa  $x = 14\%$  am Waferrand ansteigt. Dieses Verhalten könnte mit einer etwas geringeren Wachstumstemperatur in der Probenmitte erklärt werden [126]; die leicht konkave Probenkrümmung während der Keim- und Pufferschichtdeposition lässt jedoch eine genau gegensätzliche Temperaturverteilung erwarten [117]. Allerdings korrespondiert der dargestellte Trend in Abbildung 3.125 mit einer zu erwartenden Konzentrationsverteilung, die sich auch ohne Temperatureinfluss aufgrund des verwendeten MOVPE-Reaktortyps mit einer einseitigen Gaseinführung und dem daraus folgenden lateralen Gradienten des Al-Einbaus ergibt [126].

Die auftretenden Schwankungen der Zusammensetzung der Pufferschicht auf einer Probe sind mit  $\Delta x \sim 3\%$  aber deutlich kleiner als die Veränderungen, die innerhalb der Optimierungsserien über Druck-, Temperatur- und Flussvariationen gezielt eingestellt wurden. Dabei war zwar ein Einfluss auf die kristalline Qualität und den Selektionsgrad festgestellt worden, ein Wechsel der präferierten Ausrichtung trat dabei allerdings nicht auf. Da außerdem bereits die Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N-Pufferschicht eine leichte Vorselektion der azimutalen Texturkomponenten aufweist, kann der radiale Konzentrations-

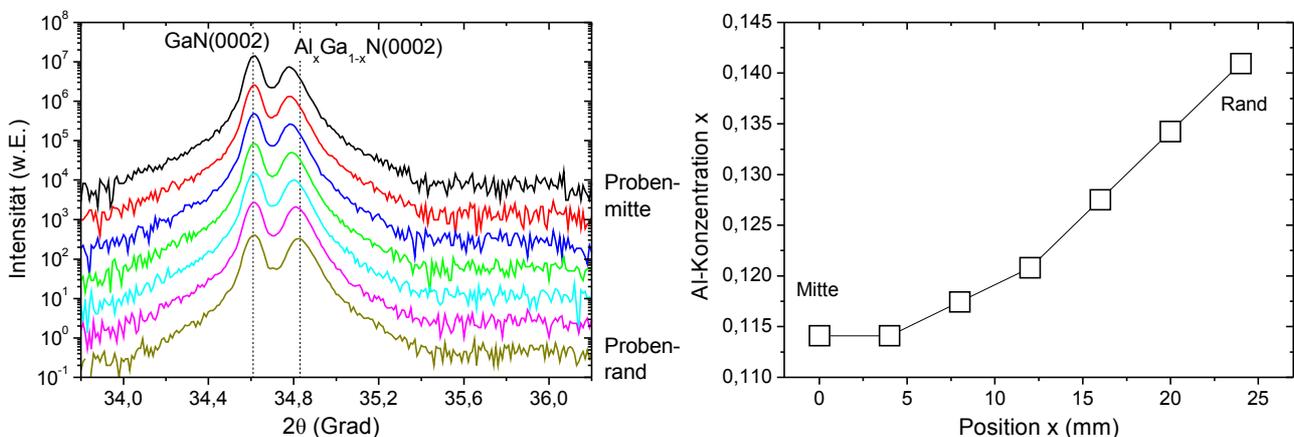


Abbildung 3.125: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans der GaN(0002)-Reflexion von verschiedenen Probenbereichen entlang des Radius mit  $\Delta x = 4$  mm (links) und die daraus bestimmte Aluminium-Konzentration in der Pufferschicht (rechts).

gradient daher als alleiniger Grund für den Umschlageffekt ebenfalls ausgeschlossen werden.

Bei typischen Reaktortemperaturen für das HT-AlN-Keimschichtwachstum von über 1165°C kommt es durch die höhere Temperatur an der beheizten Unterseite des Siliziums im Vergleich zur abstrahlenden Oberseite bereits ohne zusätzlich gewachsenes Schichtsystem zu einer leichten konkaven Krümmung des Substrates [105]. Daher ist bereits während der Keimschichtdeposition ein radialer Temperaturgradient mit einem kälteren Randbereich auf der Probe anzunehmen [117]. Eine Reduzierung der Wachstumstemperatur der AlN-Keimschicht verursacht zudem eine Abnahme der c-Achsenorientierung des GaN, wie bereits in Abschnitt 3.3.1 gezeigt wurde. Um zu analysieren, ob dieses Verhalten nur durch die initialen Wachstumsbedingungen während der Metallisierung und der Deposition der ersten AlN-Monolage bestimmt wird, oder ob sich diese Orientierung erst später in der AlN-Keimschicht durch die langsamer wachsenden c-Ebenen durchsetzt, wurde ausschließlich die initiale Bekeimungstemperatur innerhalb einer Probenserie von 800°C bis 1200°C variiert. Dazu wurden die Si-Substrate jeweils identisch auf 1165°C erhitzt und anschließend für 4 min unter H<sub>2</sub>-Atmosphäre ausgeheizt. Danach wurde innerhalb von 60 s die Zieltemperatur eingestellt und diese für weitere 120 s stabilisiert. Nach der Metallisierung der Si(001)-Oberfläche mit Aluminium und etwa 23% Gallium wurde simultan zum Öffnen des Ammoniaks die Temperatur auf den Standardwert von 1165°C gesetzt, welcher unabhängig von der Temperaturdifferenz nach 60 s erreicht war, sodass jeweils nur die ersten 0 bis 20 Monolagen der Al(Ga)N-Keimschicht bei einer von 1165°C abweichenden Temperatur gewachsen wurden. Abschließend wurde dann eine ca. 400 nm dicke Al<sub>0,12</sub>Ga<sub>0,88</sub>N-Schicht aufgebracht. Durch die gezielte Variation von bis zu 400°C wurde zudem der Betrag einer möglichen radialen Temperaturinhomogenität einer einzelnen Probe aufgrund einer Krümmung sicher überschritten, weshalb die Testserie auch eine Analyse des Einflusses der initialen Oberflächentemperatur des Si(001)-Substrates auf die wech-

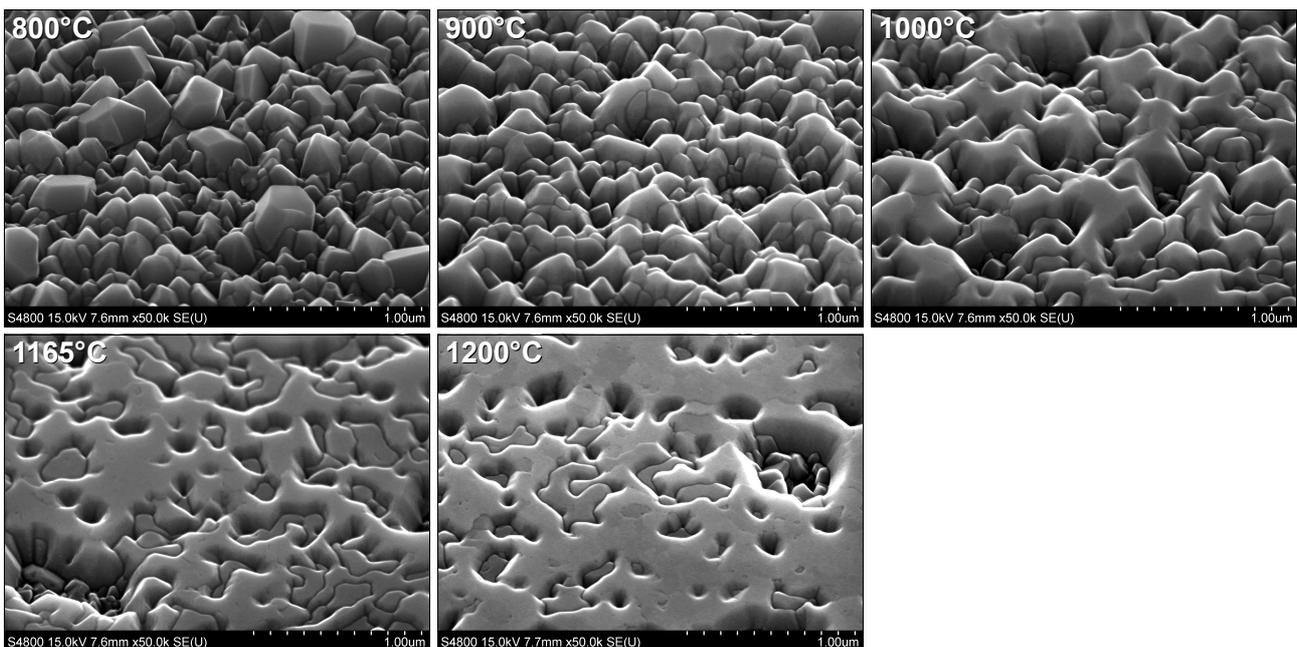


Abbildung 3.126: FE-REM-Aufnahmen der Al<sub>0,12</sub>Ga<sub>0,88</sub>N-Pufferschicht einer Probenserie auf 4° vizinalem Si(001) mit unterschiedlicher Depositionstemperatur der ersten Atomlagen der AlN-Keimschicht.

selnde Bevorzugung einer azimuthalen Ausrichtung ermöglicht. In Abbildung 3.126 sind FE-REM-Aufnahmen der Oberfläche der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Pufferschicht der Testserie dargestellt. Bei  $800^\circ\text{C}$  besteht die Pufferschicht demnach noch aus einzelnen und ungeordneten Kristalliten. Mit steigender Temperatur während der initialen Metallisierung nimmt die Anzahl der erkennbaren Korngrenzen dann stetig ab, wodurch die Schicht eine zunehmend geschlossene Oberfläche aufweist und zu koaleszieren beginnt.

Die kristalline Qualität der Schichten wurde mittels Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans an der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}(0002)$ -Reflexion untersucht (Abbildung 3.127). Mit steigender Temperatur ergibt sich demnach eine kontinuierliche Zunahme der c-Achsenorientierung der Kristallite zur Substratoberfläche, wie aus der sich deutlich verringern der Halbwertsbreite der Beugungsreflexe abzuleiten ist. Der kritische und zwingend notwendige Parameter für die Realisierung von c-achsenorientiertem GaN auf Si(001) Substraten ist, im Gegensatz zum Wachstum von GaN auf Si(111), demnach die hohe initiale Bekeimungstemperatur von über  $1000^\circ\text{C}$  während der Metallisierung und des Wachstums der ersten AlN-Monolagen. Die Depositionstemperatur der anschließenden Keimschicht wirkt sich hingegen nur nachgeordnet auf die Qualität des Puffers und somit der folgenden GaN-Schicht aus. Die azimuthale Ausrichtung der Kristallite in zwei definierte Möglichkeiten nimmt mit steigender initialer Depositionstemperatur ebenfalls stetig zu, wobei das Anteilverhältnis zwischen diesen beiden Texturkomponenten jedoch etwa konstant bleibt. Ein Wechsel der bevorzugten Kristallitenausrichtung aufgrund einer Änderung der Bekeimungstemperatur kann durch die Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans an der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}(10\bar{1}5)$ -Reflexion also nicht nachgewiesen werden.

Eine mögliche Erklärung des Umschlags der azimuthalen Ausrichtung des GaN innerhalb eines Wafers könnte jedoch durch die auftretende Verspannung der unbewachsenen Si(001)-Oberfläche aufgrund der Krümmung nach dem Aufheizen gegeben werden. Genau in der Wafermitte sind die radiale und die azimuthale Spannungskomponente betragsmäßig gleich und im Allgemeinen positiv von Null verschieden. Der vertikale Temperaturgradient und die 3-dimensionale Ausdehnung der

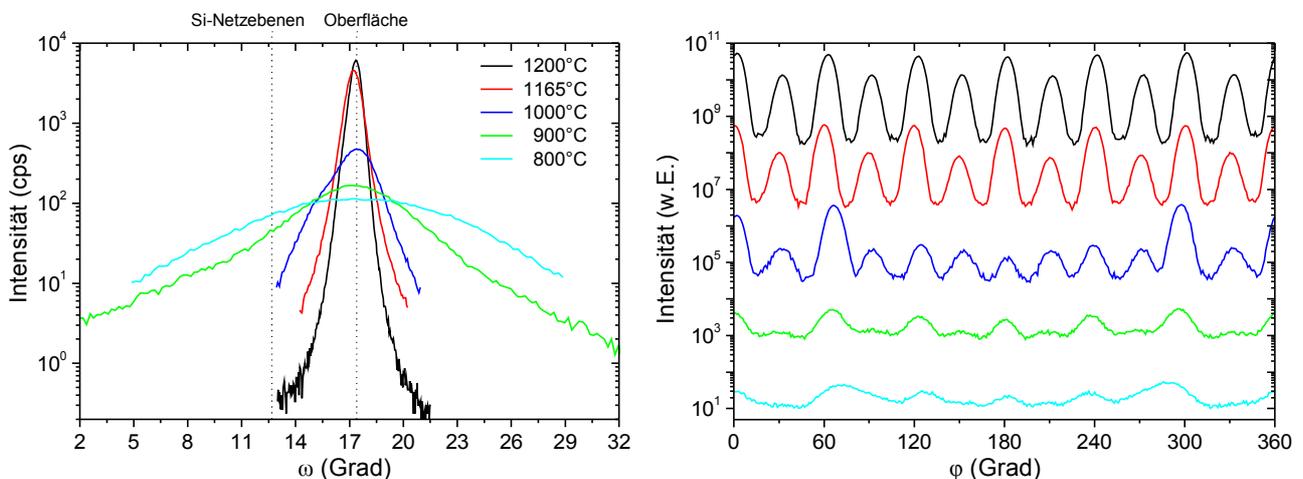


Abbildung 3.127: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}(0002)$ -Reflexion (links) und die zugehörigen  $\phi$ -scans der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}(10\bar{1}5)$ -Reflexion der Pufferschicht einer Serie mit steigender Depositionstemperatur der ersten Monolagen der AlN-Keimschicht (rechts).

Si-Wafer verursacht bei einer konkaven Biegung jedoch an der Oberfläche des Randbereichs der Substrate einen kompressiven Anteil der azimuthalen Spannungskomponente, während der radiale Anteil dort exakt verschwinden muss. Diese anisotrope externe Verspannung der Oberfläche führt zu einer Veränderung des Anteilverhältnisses der beiden Dimerausrichtungen auf der Si(001)-Fläche [73] und kann, je nach Orientierung und Betrag, die Vorgabe durch den Fehlschnitt verstärken, kompensieren oder sogar umkehren [74]. In Abhängigkeit des Durchmessers, der Dicke und der elastischen Konstanten des Substrates sowie des Temperaturunterschiedes zwischen Ober- und Unterseite und dessen funktionellen Abfall kann es nun zu Fällen kommen, bei denen die Differenz der Beträge der beiden Spannungskomponenten entlang des Radius über die Waferoberfläche das Vorzeichen wechselt (vergl. Abbildung 2.25) [105, 107]. Dadurch kann ein Umschlag im Verhältnis der Flächenanteile der beiden Dimerausrichtungen entlang des Radius verursacht werden, welcher die unterschiedliche bevorzugte azimuthale Ausrichtung des GaN auf einer Probe begründen würde. Anzumerken bleibt jedoch, dass die durchgeführten Berechnungsmodelle von einer radialsymmetrischen Form der Krümmung ausgehen. Da aber der Fehlschnitt über das komplette Substrat hinweg prinzipiell einheitlich in die Si[110]-Richtung orientiert ist, sind die resultierenden Höhenstufen im Randbereich je nach Azimut dann einmal senkrecht ( $\varphi = 0^\circ$ ) als auch parallel ( $\varphi = 90^\circ$ ) zur radialen Spannungskomponente ausgerichtet, wodurch dort jeweils eine andere Dimerausrichtung gefördert wird. Somit würde sich eine zweizählige azimuthale Symmetrie der beiden Flächen mit unterschiedlicher präferierter GaN-Texturkomponente ergeben, welche jedoch nicht beobachtet wurde. Eine überlagerte leicht sattelförmige Verbiegung der Substrate mit unterschiedlich verspannten Oberflächenanteilen, welche zumindest während der initialen Metallisierungsphase auftreten müsste, zusammen mit der ausgezeichneten Si[110]-Richtung durch das genormte Flat, könnte jedoch eine mögliche Erklärung für die experimentellen Befunde geben, wonach sich eine annähernd kreisförmige Verteilung der Texturkomponenten auf dem Wafer ergibt. Ein direkter experimenteller Nachweis der Verteilung der Spannungskomponenten auf der Substratoberfläche beziehungsweise der Silizium-Dimerausrichtung nach dem Aufheizprozess im MOVPE-Reaktor steht leider noch aus.

Ein weiteres Indiz für den nicht zu vernachlässigen Einfluss der verspannten Substratoberfläche wird durch den Sachverhalt gegeben, dass im Verlauf der Untersuchungen die präferierte GaN-Texturkomponente im Waferzentrum von der anfänglich steten GaN[11 $\bar{2}$ 0]||Si[110]-Orientierung später ausnahmslos zur GaN[10 $\bar{1}$ 0]||Si[110]-Orientierung wechselte (vergleiche Abbildung 3.98 und Abbildung 3.99). Dieser allgemeine Umschlageffekt konnte durch eine alleinige Veränderung der Wachstumsparameter weder rückgängig gemacht noch reproduziert werden, er korreliert zeitlich aber mit der Umstellung von 275  $\mu\text{m}$  auf 500  $\mu\text{m}$  dicke Si-Substrate. Innerhalb einer Übergangsphase von 5 Wachstumsdurchgängen traten dabei jedoch exakt zwei Proben auf, die eine von dieser Annahme abweichende Ausrichtung aufweisen, weshalb zusätzlich zur Probendicke weitere Prozessparameter einen bestimmenden Einfluss haben müssen. Ein Wechsel der TMGa-Quelle, der zeitgleich durchgeführt wurde, oder eine veränderte Substratmorphologie können dabei als alleinige Ursachen für den Umschlageffekt jedoch ebenfalls ausgeschlossen werden. Bei direkt vergleichenden Wachstumsversuchen in einer 6 $\times$ 2" Thomas Swann MOVPE-Anlage und in der standard-

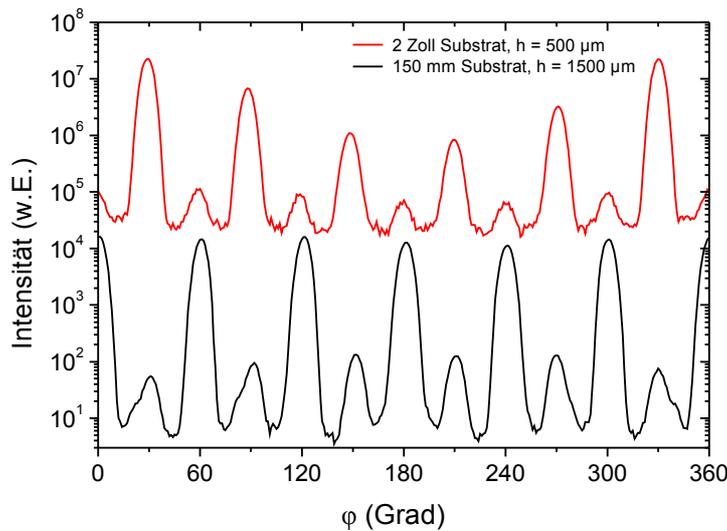


Abbildung 3.128: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans an der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion zweier AlGaIn/GaN-Teststrukturen, die auf zwei  $4^\circ$  vizinalen Si(001)-Substraten unterschiedlicher Dicke und unterschiedlicher Durchmesser gewachsenen wurden.

mäßig verwendeten AIX 200/4 RF-S wurden, trotz der Verwendung nominell identischer Schichtstrukturen und Wachstumsparameter sowie identischer 500  $\mu\text{m}$  dicker 2-Zoll Si(001)-Substrate derselben Charge, genau die gegensätzlichen präferierten GaN-Ausrichtungen in den jeweiligen Vergleichsproben festgestellt. Dieser Effekt ist daher auf die resultierenden leicht unterschiedlichen Reaktorbedingungen in den beiden Anlagen zurückzuführen. Durch eine Erhöhung des Substratdurchmessers auf 150 mm sowie der Substratdicke auf 1,5 mm im Thomas-Swann-Reaktor konnte bei sonst unveränderten Wachstumsbedingungen aber wieder ein Umschlag der bevorzugten azimutalen Kristallitausrichtung von GaN[ $11\bar{2}0$ ] $\parallel$ Si[110] nach GaN[ $10\bar{1}0$ ] $\parallel$ Si[110] bewirkt werden. Die zugehörigen Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion zweier direkt hintereinander gewachsenen Proben sind in Abbildung 3.128 vergleichend dargestellt. Diese Abhängigkeit korrespondiert mit den Messergebnissen der Proben aus der AIXTRON-Anlage, womit der Einfluss der unterschiedlichen Substratparameter und der resultierenden Krümmungen und Oberflächenverspannungen voll bestätigt wird. Die Veränderung der Oberflächentemperatur aufgrund der unterschiedlichen Substratdicken konnte mittels einer pyrometrischen in-situ Temperaturmessung auf etwa 50 K abgeschätzt werden und ist somit deutlich geringer als die gezielte Temperaturvariation während der Keimschichtdeposition innerhalb von Probenserien, bei denen kein Umschlageffekt zu beobachten war. Ein vollständiges, geschlossenes Modell, welches sowohl den Einfluss der Prozessparameter als auch die Eigenschaften der verspannten und fehlgeschnittenen Substratoberflächen berücksichtigt, ist daher anzustreben und ein Thema für weiterführende Untersuchungen.

Eine weitere Optimierung des Selektionsgrades und der Schichteigenschaften war durch eine Veränderung der initialen Bekeimungsparameter zu erwarten. Innerhalb einer Testserie wurde daher das V/III-Verhältnis beim Wachstum der AlN-Keimschicht durch eine Erhöhung des  $\text{NH}_3$ -Flusses variiert. Der Selektionsprozess wird dabei durch eine Steigerung des Angebotes von  $\text{NH}_3$  tendenziell verstärkt, wie aus den Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans an der GaN( $10\bar{1}5$ )-Reflexion der GaN-Deck-

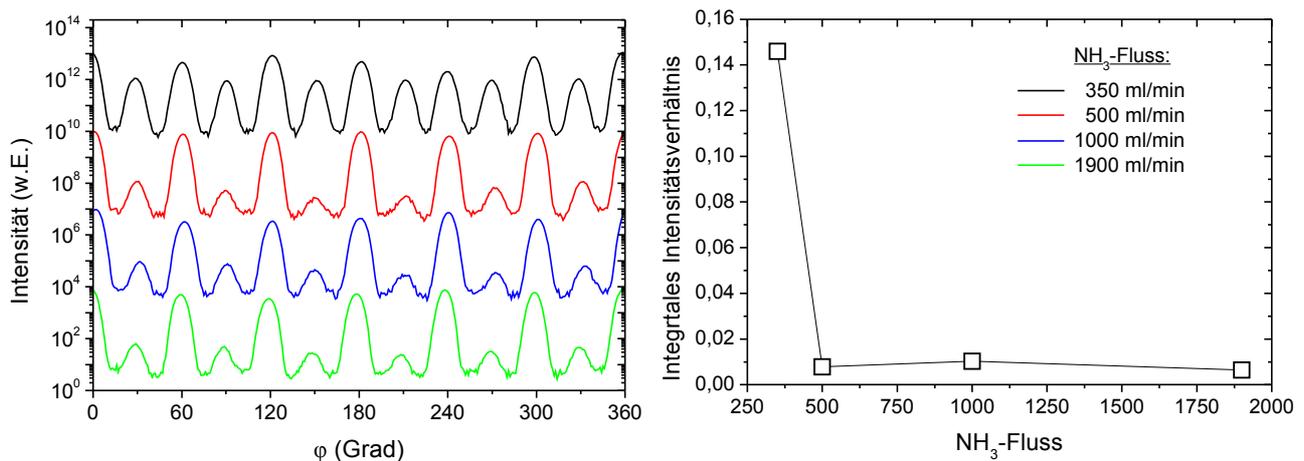


Abbildung 3.129: Röntgenbeugungs- $\varphi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion der  $\text{GaN}$ -Deckschicht einer Probenreihe mit steigendem  $\text{NH}_3$ -Fluss während des  $\text{AlN}$ -Keimschichtwachstums auf  $4^\circ$  fehlorientiertem  $\text{Si}(001)$  (links) und das daraus bestimmte Verhältnis zwischen den jeweils sechs akkumulierten integralen Beugungsintensitäten der beiden zugehörigen Texturkomponenten (rechts).

schicht und dem Intensitätsvergleich der jeweils sechs zugehörigen Beugungsmaxima der beiden Texturkomponenten abgeleitet werden kann (Abbildung 3.129). Bei dem gewählten Reaktordruck von 100 mbar und der Temperatur von  $1165^\circ\text{C}$  ergibt sich ein kritisches Minimum für den  $\text{NH}_3$ -Fluss von etwa 400 mbar, was durch spätere Vergleichsproben bestätigt wird. Gleichzeitig weisen die Proben ab einem  $\text{NH}_3$ -Fluss von 1000 ml/min aber verstärkt Ätzreaktionen mit dem Substrat auf, was einerseits durch die vermutlich kleiner werdende Wachstumsrate und somit geringere Dicke der  $\text{AlN}$ -Keimschicht begründet ist, wodurch die  $\text{Si}(001)$ -Oberfläche nicht vollständig bedeckt und somit nicht passiviert wird. Zum anderen entspricht dies auch der allgemeinen Beobachtung, dass ein hohes V/III-Verhältnis zusammen mit einer hohen Wachstumstemperatur auch bei nachfolgenden Deckschichten das Meltback-Etching begünstigt. Als Standardwert für das Keimschichtwachstum wurde daher, trotz verbesserter Selektion, ein  $\text{NH}_3$ -Fluss von maximal 700 ml/min gewählt, was mit dem allgemeinen optimierten Standardwert für  $\text{AlGaN}$ -Schichten in der verwendeten MOVPE-Anlage übereinstimmt.

Zusammenfassend können durch eine Optimierung der Wachstumsparameter der Keimschicht und der Pufferschicht eine weitere Verstärkung des Selektionsgrades einer Texturkomponente sowie deutlich glattere Grenzschichten bereits in den tiefer liegenden Strukturen unterhalb der  $\text{GaN}$ -Hauptschicht erreicht werden. Die FE-REM-Aufnahme der Oberfläche der Pufferschicht einer anfänglichen Probe mit  $\text{Si}(111)$ -Standardparametern und  $1145^\circ\text{C}$  Wachstumstemperatur ist vergleichend mit der Pufferschichtoberfläche einer Probe nach der Optimierung der Wachstumsparameter in Abbildung 3.130 dargestellt. Die vergleichsweise beste Pufferschichtqualität wurde durch einen Gradienten im TMGa-Fluss von 10 ml/min auf 0,5 ml/min während der ersten 10 Sekunden der 8 min Keimschichtdeposition bei einem konstanten Druck von 100 mbar und einer Temperatur von  $1165^\circ\text{C}$  erhalten. Die anschließende ca. 400 nm dicke  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Pufferschicht wurde ebenfalls bei  $1165^\circ\text{C}$  und einem Reaktordruck von 100 mbar gewachsen bei einem kumulativen

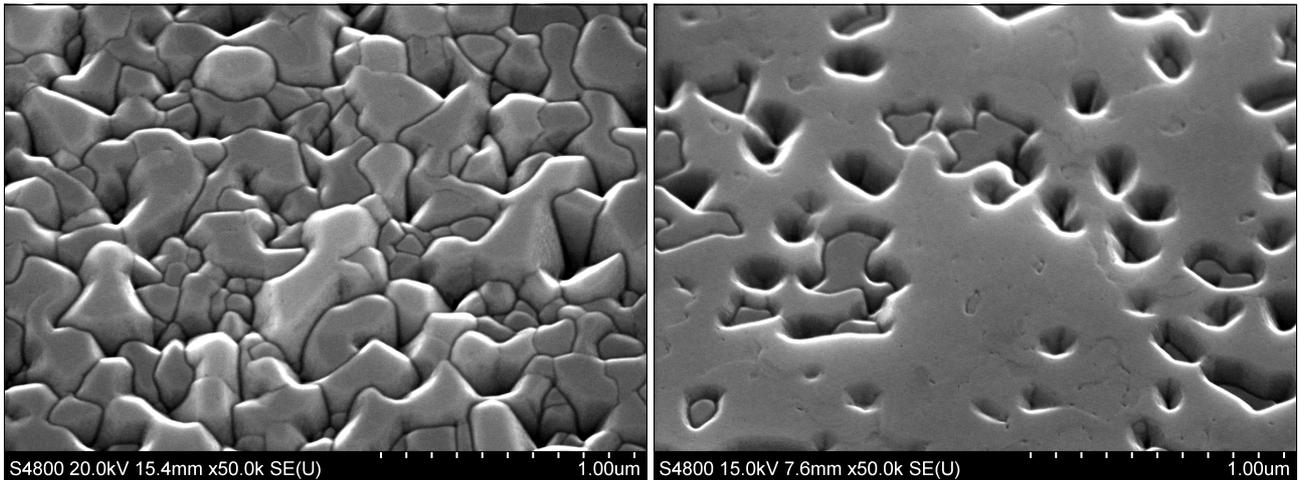


Abbildung 3.130: FE-REM-Aufnahme der Oberfläche der 400 nm dicken  $Al_{0,12}Ga_{0,88}N$ -Schicht auf  $4^\circ$  vizi-nalem Si(001) einer anfänglichen Teststruktur (links, vergleiche Abbildung 3.83) und einer Probe mit opti-mierten Wachstumsparametern (rechts).

V/III-Verhältnis  $p_{NH_3}/(p_{TMGa}+p_{TMAI})$  von 690. In den oberen Bereichen der GaN-Schichten von Test-strukturen mit derart optimierten Keim- und Pufferschichten sind keine oppositionellen azimuthalen Texturkomponenten des GaN in Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans der GaN( $10\bar{1}0$ )-Reflexion mehr nachzu-weisen (Abbildung 3.131).

Zur weiteren Verbesserung der kristallinen Qualität in der oben liegenden GaN-Hauptschicht wurde zusätzlich eine, wenige atomare Monolagen dicke, Nano-Maskierung aus SiN in die GaN-Schicht integriert. Dadurch sollte einerseits eine Reduzierung der Versetzungsdichte über den maskierten Bereichen erreicht werden, da insbesondere Schraubenversetzungen dort gestoppt oder seitlich abgelenkt werden können [81, 167, 168]. In Abhängigkeit der Maskendicke bzw. des Durchmessers der nicht geschlossenen Bereiche in der SiN-Maskierung ist die Wahrscheinlichkeit,

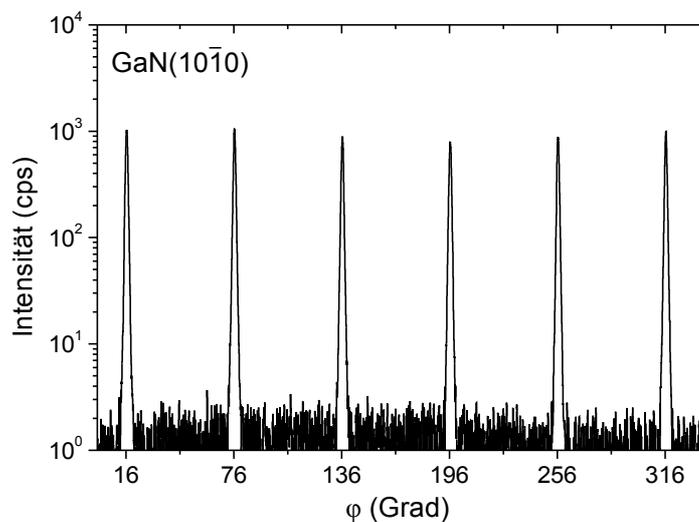


Abbildung 3.131: Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans an der GaN( $10\bar{1}0$ )-Reflexion unter strei-fendem Einfall einer GaN-Teststruktur auf  $4^\circ$  fehlgeschnittenem Si(001) mit opti-mierter Keim- und Pufferschicht.

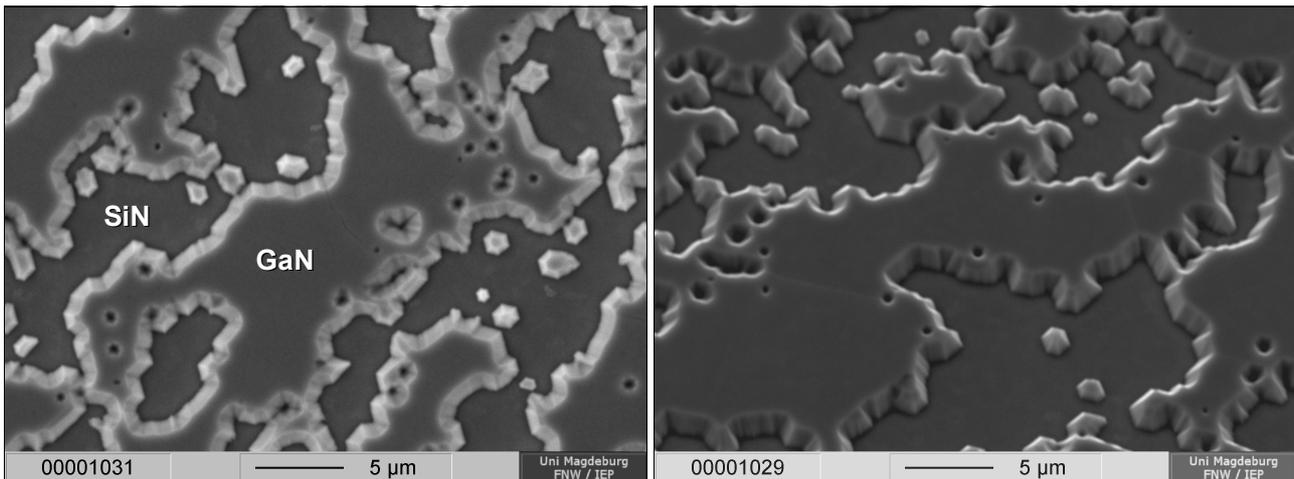


Abbildung 3.132: REM-Aufnahmen der Oberfläche einer Probe, bestehend aus einer etwa  $1,2\ \mu\text{m}$  dicken GaN-Pufferschicht, gefolgt von einer SiN-Maske und einer abschließenden, noch nicht vollständig koaleszierten, ca.  $400\ \text{nm}$  dicken GaN-Deckschicht. In der rechten Aufnahme beträgt die Probenneigung  $45^\circ$ .

dass sich eine solche Öffnung, an der das vertikale GaN-Wachstum fortgeführt wird, genau oberhalb eines kleinen Einschlusses mit oppositioneller azimuthaler Ausrichtung befindet, aufgrund des Flächenbelegungsverhältnisses der Texturkomponenten im GaN sehr gering. Deswegen sollte durch die SiN-Bedeckung zusätzlich eine weitere Eliminierung von eventuellen einzelnen, kleineren Gebieten mit der um  $30^\circ$  verdrehten Kristallitausrichtung ermöglicht werden.

Auf einer Teststruktur mit einem etwa  $1,2\ \mu\text{m}$  dicken  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -Puffer und einer sich anschließenden SiN-Maskierung wurde eine etwa  $400\ \text{nm}$  dicke GaN-Deckschicht abgeschieden. Die Oberfläche dieser Probe wurde mittels REM-Aufnahmen untersucht (Abbildung 3.132). Infolge der fast geschlossenen SiN-Schicht und dem daraus resultierenden großen lateralen Abstand und der geringen Anzahl der initialen Wachstumskeime in der nachfolgenden GaN-Schicht, ist diese bei

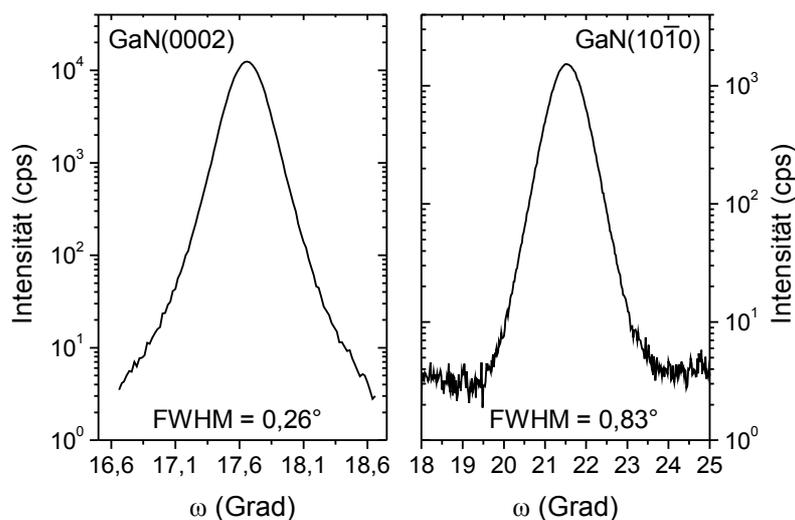


Abbildung 3.133: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans an der GaN(0002)-Reflexion (links) bzw. an der GaN( $10\bar{1}0$ )-Reflexion unter streifendem Einfall (rechts) zur Bestimmung der Verkippen und der oberflächennahen Verdrehungen der GaN-Kristallite einer Probe auf  $4^\circ$  vizinalem Si(001) mit einer SiN-Nanomaste in der GaN-Schicht.

einer Dicke von etwa 400 nm noch nicht vollständig koalesziert. Innerhalb der bereits zusammengewachsenen GaN-Gebiete, welche vermutlich die SiN-Maskierung bereits teilweise lateral überwachsen haben, sind dann keine fehlorientierten Bereiche bzw. keine Korngrenzen zwischen diesen mehr evident. Durch die Verwendung der SiN-Maskierung konnten darüber hinaus die statistischen Verdrehungen der GaN-Kristallite signifikant reduziert werden. Die erreichte Peakbreite im Röntgenbeugungs- $\omega$ -scan unter streifendem Einfall an der GaN( $10\bar{1}0$ )-Reflexion beträgt  $\text{FWHM} = 0,83^\circ$  (Abbildung 3.133). Im Gegensatz dazu war ein direkter Einfluss auf die statistischen Verkippungen der c-Achse jedoch nicht nachzuweisen, bzw. diese konnten in dem Röntgenbeugungs- $\omega$ -scan an der GaN(0002)-Reflexion nicht von den Verkippungen der unterhalb der SiN-Maske befindlichen Kristallite des GaN-Puffers separiert werden.

Um eine schnellere Koaleszierung der GaN-Schicht nach der Nanomaskierung zu erreichen, wurde die nominelle Maskendicke auf 1-2 Monolagen reduziert und die Depositionszeit der SiN-Schicht innerhalb einer Probenserie von 60 s bis 180 s variiert. Die GaN-Deckschicht ist dadurch bei allen Proben nach etwa 500 nm vollständig geschlossen. Der Effekt, dass die oberen GaN-Kristallite eine kleinere statistische Verdrehung aufweisen, wurde jedoch deutlich abgeschwächt und der vom unterliegenden Puffer vorgegebene Schwankungswert von etwa  $\text{FWHM} = 1,2^\circ$  wird wegen der größeren offenen Flächenbereiche in der Maske mit ungestörtem, kontinuierlichem vertikalem Wachstum nahezu unverändert weitergegeben. Die Versetzungsdichte in der oberen GaN-Schicht konnte durch die Verwendung der SiN-Nanomaskierung hingegen reduziert werden. In der TEM-Aufnahme in Abbildung 3.134 der Probe mit 40 s SiN-Abscheidung ist an der Position der Nanomaskierung ein Abknicken der Versetzungslinien deutlich sichtbar, welche sich nach etwa 200 nm wieder in Wachstumsrichtung ausgerichtet haben. Eine mögliche Erklärung für dieses Verhalten kann durch die bevorzugte Anlagerung der Siliziumatome an den atomaren Stufenkanten von Schraubenversetzungen gegeben werden, wodurch die lateralen Positionen der Oberflächenstufen

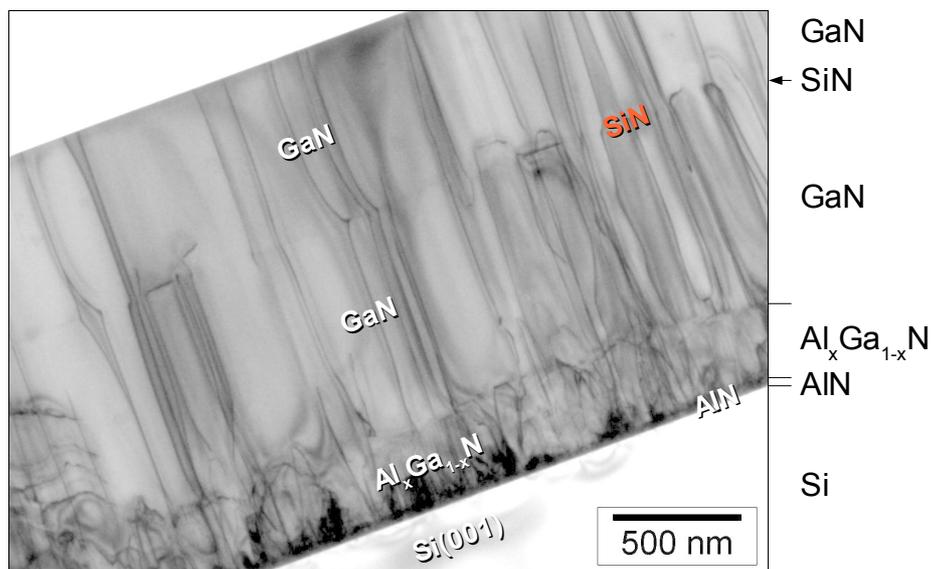


Abbildung 3.134: TEM-Hellfeld-Aufnahme einer Teststruktur auf  $4^\circ$  vizinalen Si(001) mit einer integrierten, 40 s lang abgeschiedenen SiN-Nanomaske in der GaN-Schicht.

im Kristallgitter fixiert werden. Im anschließenden GaN-Wachstum werden die weiter fortlaufenden Versetzungslinien dann horizontal abgelenkt und können an den Korngrenzen auslaufen [177]. Darüber hinaus können sich zwei gegenläufige und aufeinander treffende Schraubenversetzungen gegenseitig kompensieren [81]. Dieser Effekt konnte an den Teststrukturen auf Si(001) erfolgreich umgesetzt werden, was in Abbildung 3.134 durch die auftretenden geschlossenen Versetzungsschleifen in mindestens 3 Fällen indiziert wird. Die Verwendung von SiN-Nanomasken in GaN-basierten Schichtsystemen auf Si(001)-Substraten ist also prinzipiell ein geeignetes Mittel, die kristalline Qualität weiter zu verbessern und somit die Eigenschaften von Bauelementen zu optimieren. Im Allgemeinen weisen die Proben auf Si(001)-Substraten im Vergleich zu den Proben auf Si(111)-Substraten aber noch eine schlechtere Puffer- und Keimschichtqualität auf, was insbesondere durch eine höhere Anzahl von Korn- und Kolumnengrenzen deutlich wird. An diesen Grenzen ist die Siliziumoberfläche nicht optimal passiviert. Bei der Verwendung von SiN-Zwischenschichten tritt mit steigender Maskendicke verstärkt eine chemische Ätzreaktion des Si-Substrates auf, weshalb insbesondere auf der Si(001)-Orientierung und bei langen Depositionszeiten die Probenoberfläche zerstörte Bereiche aufweist. Daher wurde für die Realisierung von GaN-basierten Bauelementen auf die standardmäßige Verwendung der SiN-Nanomasken zugunsten einer größeren Probenhomogenität verzichtet. Bei einer besseren Passivierung der Siliziumoberfläche durch beispielsweise optimierte Keimschichten oder bei einer räumlich nur begrenzten Analyse von Teststrukturen bietet dieser Ansatz aber noch ein großes Potential zur Verbesserung der Probeneigenschaften.

### **3.3.4. Geätzte und strukturierte Substratoberflächen**

Werden GaN-basierte Schichtsysteme mittels MOVPE auf Si(001)-Substraten gewachsen, weisen die c-achsenorientierten GaN-Kristallite aufgrund der epitaktischen Symmetrievorgabe der Substratoberfläche des Siliziums im Allgemeinen zwei um  $30^\circ$  verdrehte, azimutale Ausrichtungsmöglichkeiten mit GaN[11 $\bar{2}$ 0]||Si[110] und GaN[10 $\bar{1}$ 0]||Si[110] auf. Das Anteilverhältnis zwischen diesen beiden Texturkomponenten kann durch eine anisotrope Symmetriebrechung beeinflusst werden [45, 151]. Zwischen den Probenbereichen mit unterschiedlicher GaN-Kristallitausrichtung bilden sich Korngrenzen aus, die zum Beispiel in Nomarski-Aufnahmen deutlich nachzuweisen sind. Die Anzahl der sichtbaren Korngrenzen bzw. die relative Flächenbelegung des Minoritätsanteils kann dabei direkt mit dem mittels Röntgenbeugungsmethoden bestimmten Volumenverhältnis der Texturkomponenten korreliert werden.

Insbesondere bei Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN-Teststrukturen auf  $4^\circ$  vizinalem Si(001) mit einem geringen Selektionsgrad trat dabei der Effekt auf, dass in der Umgebung von lokalisierten Störungen des Schichtsystems die Anzahl der offensichtlichen Korngrenzen signifikant reduziert ist. Die diametrale Ausdehnung dieser Gebiete, die teilweise sogar ohne weitere Hilfsmittel als optisch glattere, meist kreisförmige Bereiche auf der Probenoberfläche zu erkennen sind, beträgt bis zu 1000  $\mu\text{m}$ . In

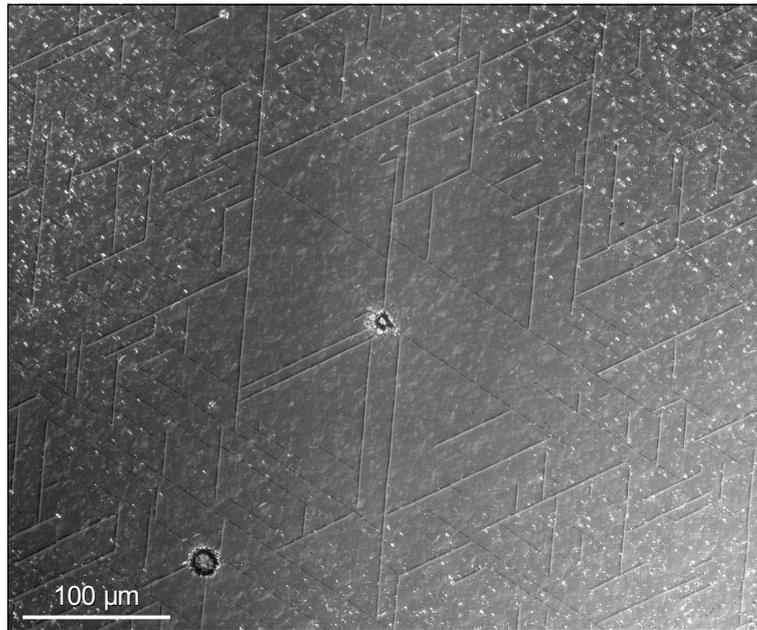
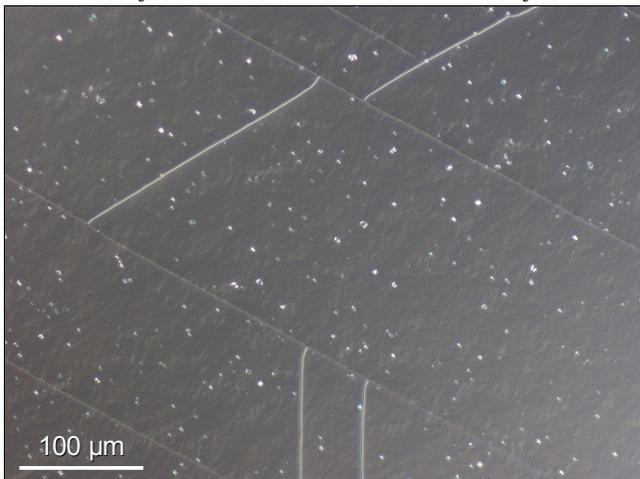


Abbildung 3.135: Nomarski-Aufnahme der Probenoberfläche einer  $Al_xGa_{1-x}N/GaN$ -Teststruktur auf  $4^\circ$  vizinalem Si(001) um das Gebiet einer Störung im Schichtsystem.

Abbildung 3.135 ist die Nomarski-Aufnahme der Probenoberfläche einer Teststruktur mit einer solchen Störung der Schichtstruktur dargestellt, welche im Bereich mit etwa  $100\ \mu\text{m}$  Radius um die Störung die gleichen thermischen Risse in der Schicht sowie eine nahezu unveränderte Oberflächenmorphologie des Majoritätsanteils im Vergleich zur Standardoberfläche der Probe aufzeigt. Demnach kann ausgeschlossen werden, dass in der Umgebung der Störung das MOVPE-Wachstum des GaN inhibiert ist und somit keine, oder nur eine sehr dünne GaN-Schicht abgeschieden wurde und die Probe nur deshalb glatter erscheint.

Der Effekt der lokal verbesserten Oberflächenqualität konnte dabei sowohl bei Verätzungen, als auch bei Präparationsfehlern des Substrates oder bei Partikelablagerungen auf der Probe als Ursache für das gestörte Schichtwachstum beobachtet werden. Durch eingeritzte Gräben in der Substratoberfläche in Si[110]- und Si[ $\bar{1}0$ ]-Richtung, die während der Präparation vor dem Wachstum mit einer Diamantnadel in das Silizium eingebracht wurden, sollte daher eine solche Wachstumsstörung vorsätzlich evoziert werden. Die entsprechende Teststruktur weist ebenfalls eine deutlich verbesserte Oberflächenqualität in bis zu 1 mm Entfernung zu diesen Gräben auf und in den Nomarski-Aufnahmen sind dort keine Korngrenzen mehr nachzuweisen (Abbildung 3.136). Die verbesserte Relaxationsmöglichkeit der Schichtstruktur in der Nähe der Störungen und der dadurch begründete Spannungsgradient [178] ist als alleinige Erklärung für dieses Verhalten unwahrscheinlich, da zwischen den beiden Texturkomponenten kein Unterschied in den Verspannungseigenschaften festzustellen ist. Zudem tritt der Effekt sowohl bei einem radialen Spannungsfeld um eine punktförmige Störung, als auch bei einem anisotropen Gradienten im Fall der linearen Gräben auf, wobei keine Abhängigkeit von deren azimuthaler Ausrichtung bezüglich der kristallinen Substratorientierung festzustellen ist. Eine unterschiedliche epitaktische Vorgabe durch die Dimerausrichtungen des Substrates durch eine anisotrope Verspannung der Si(001)-Substratoberfläche nach dem Aufheizen

Probenoberfläche ca. 2 mm vom Graben entfernt



eingritzter Graben

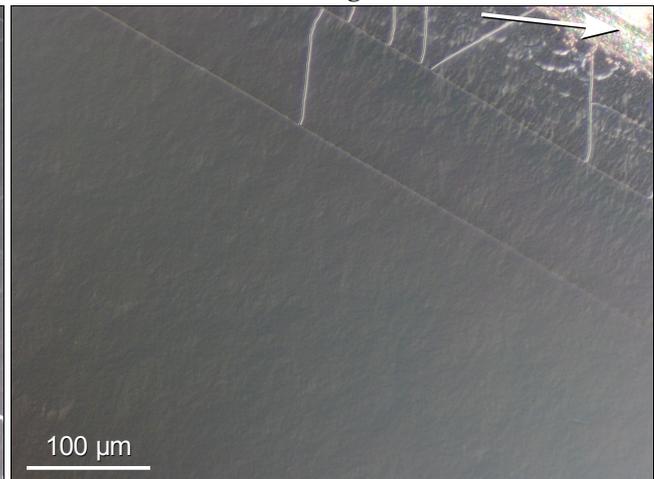


Abbildung 3.136: Nomarski-Aufnahmen der Probenoberfläche einer  $Al_xGa_{1-x}N/GaN$ -Teststruktur auf  $4^\circ$  vizi-nalem  $Si(001)$ . Der Vergleich zeigt die unbeeinflusste GaN-Standardoberfläche im Zentrum der Probe (links) und die davon ca. 2 mm entfernte GaN-Oberfläche in der Umgebung eines vor dem Wachstum in  $Si[1\bar{1}0]$ -Richtung eingeritzten Grabens in die Substratoberfläche (rechts).

und vor der AlN-Bekeimung ist ebenfalls zu vernachlässigen, da durch die gewählte senkrechte und parallele Anordnung der Gräben zur Fehlschnitttrichtung der Minoritätsanteil einmal bestärkt und einmal unterdrückt werden sollte, was jedoch nicht zu beobachten ist. Zur weiteren Analyse des Effektes wurden die Siliziumsubstrate mittels Photolithografie- und Ätzverfahren derart präpariert, dass eine parallele Streifenstruktur aus  $0,5\text{-}3\ \mu\text{m}$  breiten Gräben und  $0,5\text{-}5\ \mu\text{m}$  breiten Stegen die Substratoberfläche bildet, wie sie in Abbildung 3.137 skizziert ist. Zusätzlich wurde die azimutale Orientierung des Streifenmusters variiert und in die  $Si[110]$ -, die  $Si[1\bar{1}0]$ - und die  $Si[100]$ -Richtung festgelegt. Der mittlere Streifenabstand war somit deutlich geringer als der beobachtete laterale Einflussbereich der zufällig generierten Störungen. Darüber hinaus entspricht diese Struktur einem Wachstumsansatz mit maskenlosen und strukturierten Substraten, der bereits erfolgreich zur Optimierung von GaN-basierten Schichtsystemen auf zum Beispiel Saphir [179] oder  $Si(111)$  angewendet wurde [180]. Auf diese strukturierten Substrate wurde eine Teststruktur abgeschieden, die aus einer ca. 40 nm dicken AlN-Keimschicht ( $T = 1200^\circ\text{C} \rightarrow 1165^\circ\text{C}$ ,  $p = 100\ \text{mbar} \rightarrow 50\ \text{mbar}$ ) besteht, gefolgt von einer ca. 400 nm dicken  $Al_{0,12}Ga_{0,88}N$ -Pufferschicht und der ca.  $1,5\ \mu\text{m}$  dicken GaN-Deckschicht.

Als Referenzprobe wurde das Schichtsystem auf einem  $0^\circ$  fehlgeschnittenen strukturierten  $Si(001)$ -Substrat aufgewachsen. Die entsprechende GaN-Deckschicht weist sowohl in den geätzten

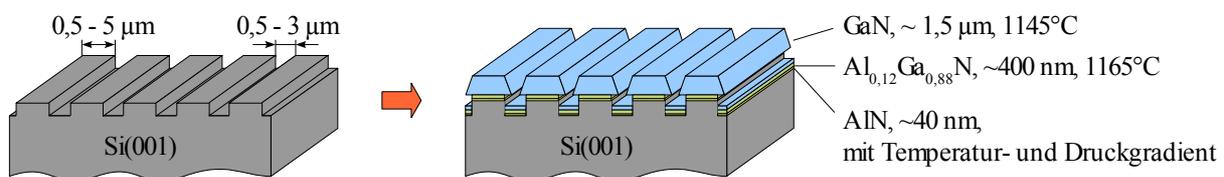


Abbildung 3.137: Schematischer Schichtaufbau der Teststrukturen mit einer  $SiN$ -Streifenmaskierung direkt auf dem  $Si(001)$ -Substrat.

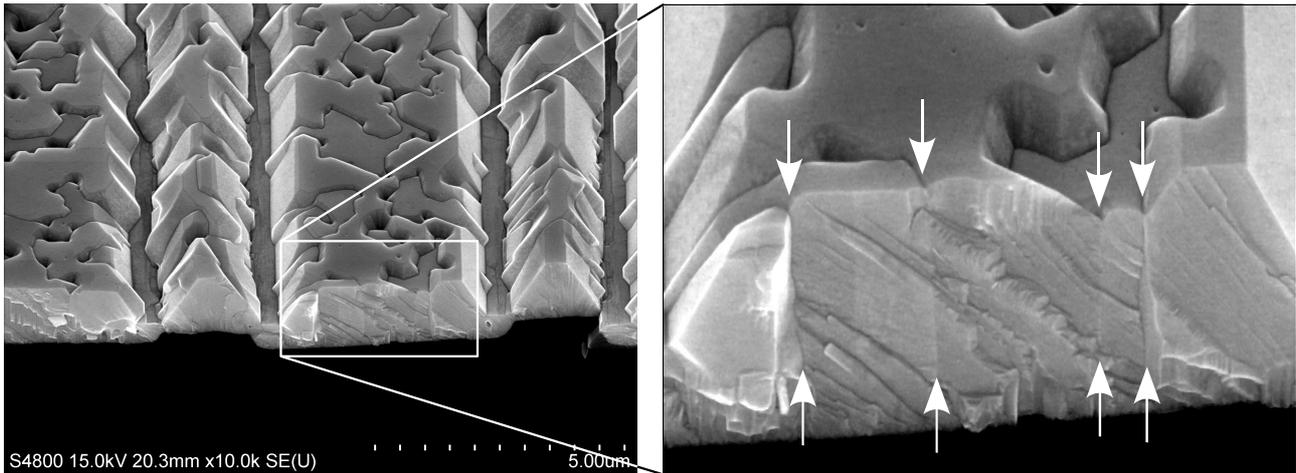


Abbildung 3.138: FE-REM-Aufnahme der Seitenkante einer GaN-Probe auf  $0^\circ$  fehlgeschnittenem, strukturiertem Si(001)-Substrat bei einer Probenneigung von  $45^\circ$  (links). Die Pfeile in der Ausschnittsvergrößerung markieren die senkrecht verlaufenden Korngrenzen in der GaN-Schicht (rechts).

Gräben als auch auf den Si-Stegen die gleichen Korngrenzen zwischen beiden GaN-Texturkomponenten auf (Abbildung 3.138) wie bei den Schichten auf unstrukturierten Substraten ohne Fehlschnitt, wodurch die Relevanz des Fehlschnittes erneut bestätigt wird. An der senkrecht zu den Streifen und in Si[110]-Richtung verlaufenden Bruchkante der GaN-Schicht wird zudem offensichtlich, dass sich die an der AlGaIn/GaN-Grenzschicht auftretenden Korngrenzen stetig und nahezu senkrecht durch die gesamte GaN-Deckschicht fortsetzen. Ein Abknicken der Korngrenzen in Richtung der verspannungsärmeren Randbereiche oder ein laterales Überwachsen einer Komponente mit zunehmender Schichtdicke ist nicht zu beobachten.

An Proben, die auf  $4^\circ$  vizinalen strukturierten Si(001)-Substraten gewachsen wurden, sind in der GaN-Deckschicht auf den Si-Stegen hingegen keine Korngrenzen in den zugehörigen FE-REM-Aufnahmen mehr nachzuweisen (Abbildung 3.139). Die auftretenden facettierten Löcher in der nicht vollständig koaleszierten GaN-Schicht können mit einer etwas geringeren Oberflächentemperatur der strukturierten Wafer während des Wachstums erklärt werden und durch eine Erhöhung der

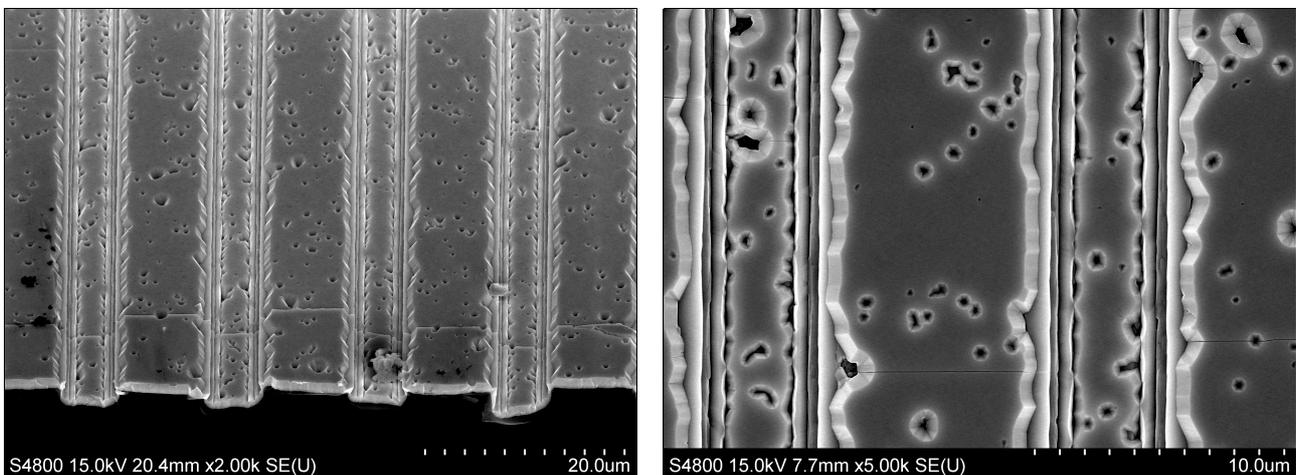


Abbildung 3.139: FE-REM-Aufnahmen der Seitenkante einer GaN-Probe auf  $4^\circ$  fehlgeschnittenem, strukturiertem Si(001) bei einer Probenneigung von  $45^\circ$  (links) und in vergrößerter senkrechter Draufsicht (rechts).

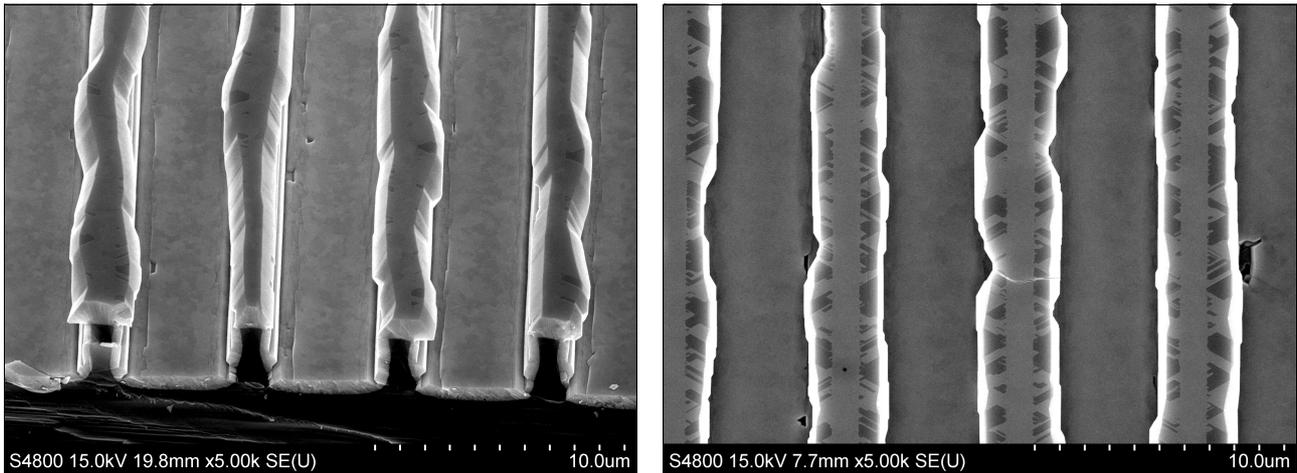


Abbildung 3.140: FE-REM-Aufnahmen einer Probe auf  $4^\circ$  vizinalem, strukturiertem Si(001)-Substrat mit verstärkt lateralem Wachstum der oberen GaN-Deckschicht.

nominalen Depositionstemperatur des GaN um 20 K konnten diese Fehlstellen gänzlich eliminiert werden (Abbildung 6.20).

Durch ein tieferes Ätzen der Gräben in das Si-Substrat im Verhältnis zur Grabenbreite und eine Reduktion der Stegbreite auf unter  $1\ \mu\text{m}$  kann sich die obere GaN-Deckschicht seitlich ungestört ausbreiten und die zwischen den Stegen entstehenden Hohlräume lateral überwachsen. Aus der Literatur war bekannt, dass bei dieser sogenannten Pendeo-Epitaxie die freistehenden Bereiche einer solchen GaN-Schicht eine deutlich bessere kristalline Qualität aufweisen können als die Schichten oberhalb von tragenden Pufferstrukturen, wobei im freien Bereich insbesondere die Versetzungsdichte reduziert ist. Durch ein nachfolgendes Koaleszieren der einzelnen GaN-Schichten zu einer geschlossenen Oberfläche kann so eine Ausgangsgrundstruktur für beispielsweise GaN-basierte Bauelemente auf Saphirsubstrat [181] oder Si(111) erreicht werden [182]. Das laterale Wachstum der Deckschicht auf Si(001)-Substrat wurde daher durch eine Erhöhung des V/III-Verhältnisses auf 1370 und einer Steigerung der Temperatur auf  $1165^\circ\text{C}$  während der GaN-Abscheidung verstärkt. Die FE-REM-Aufnahmen in Abbildung 3.140 belegen, dass auf diese Weise ein zumindest teilweises Überwachsen der Gräben mit einer freistehenden GaN-Schicht erzielt werden kann.

Die optischen Eigenschaften der so gewachsenen GaN-Schichten auf den strukturierten Bereichen des Substrates wurden mittels hochauflösender Kathodolumineszenz-Messungen untersucht (Abbildung 3.141). Innerhalb der tiefer liegenden, geätzten Gräben dominiert demnach die niederenergetischere, störstellenkorrelierte Lumineszenz des GaN, wie der direkte Vergleich mit der SEM-Messung der selben Probenstelle eindeutig belegt, wobei eine starke Schwankung der lokalen Peakwellenlängen von 359 nm bis zu größer 385 nm nachgewiesen werden kann. In dem ca.  $1\ \mu\text{m}$  schmalen Streifen, der sich direkt über den Si-Stegen befindet, ist ebenfalls eine störstellenkorrelierte Lumineszenz nachzuweisen, welche dort jedoch deutlich schwächer ausgeprägt ist. Die freistehenden GaN-Gebiete weisen hingegen eine sehr homogene laterale Verteilung der emittierten Peakwellenlänge bei etwa 359 nm auf, was auf eine hohe erreichte kristalline Qualität mit wenig

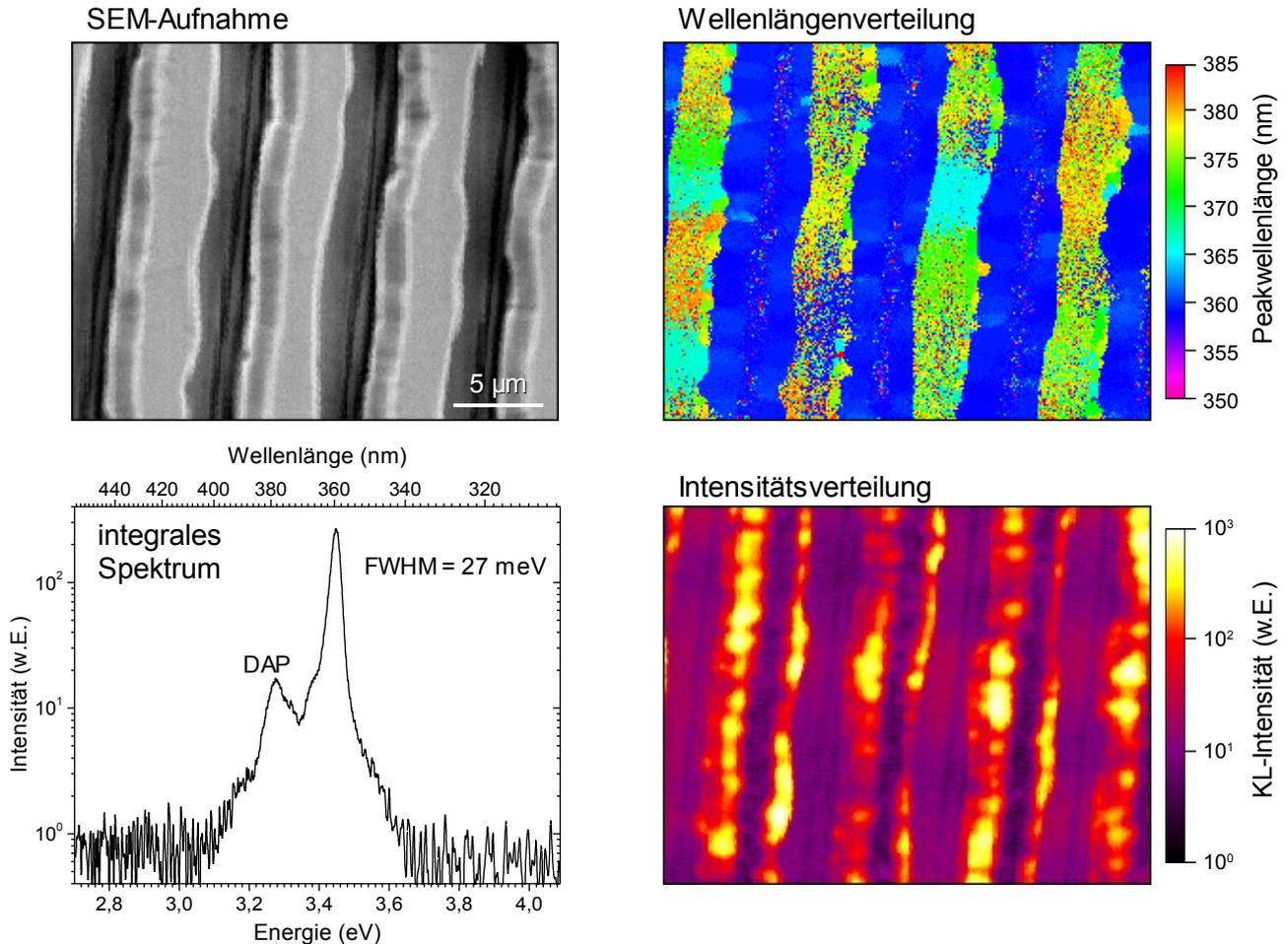


Abbildung 3.141: Direkter Vergleich der SEM-Aufnahme der Oberfläche des strukturierten Probenbereiches (oben links) mit der Peakwellenlängenverteilung der ortsaufgelösten Kathodolumineszenz (oben rechts) und der spektral integrierten Intensitätsverteilung desselben Bereiches (unten rechts). Das Diagramm unten links zeigt das über den Probenbereich integrierte Kathodolumineszenzspektrum bei  $T = 4K$ .

Versetzungen und Störstellen in der GaN-Schicht hinweist. Darüber hinaus ist die Intensität der spektral integrierten KL-Lumineszenz aus den überwachsenen Bereichen um bis zu 3 Größenordnungen höher als direkt über den Si-Stegen oder aus den geätzten Gräben. Diese höhere Intensität indiziert ebenfalls die bessere erreichte Kristallqualität des GaN in den freien Bereichen, da dort weniger kristalline Störungen als nichtstrahlende Rekombinationszentren wirken können. Die Reduzierung kann jedoch teilweise auch mit den Absorptionseigenschaften des unterliegenden Si-Substrates begründet werden. Für eine Separation und Quantifizierung der beiden Effekte bieten sich in weiterführenden Arbeiten beispielsweise temperaturabhängige Messungen oder die Bestimmung der Lebensdauer der angeregten Zustände an.

Das über den untersuchten Probenbereich integrierte Spektrum zeigt neben dem Hauptpeak der bandkantennahen Lumineszenz des GaN bei etwa 359 nm ein ausgeprägtes Nebenmaximum bei etwa 380 nm, welches gewöhnlich Donator-Akzeptor-Paar-Übergängen zugeordnet wird. In den ortsaufgelösten Einzelspektren tritt diese niederenergetische Lumineszenzbande jedoch nur in den geätzten Gräben sowie an den Seitenfacetten der GaN-Schicht auf, wohingegen in den lokalen

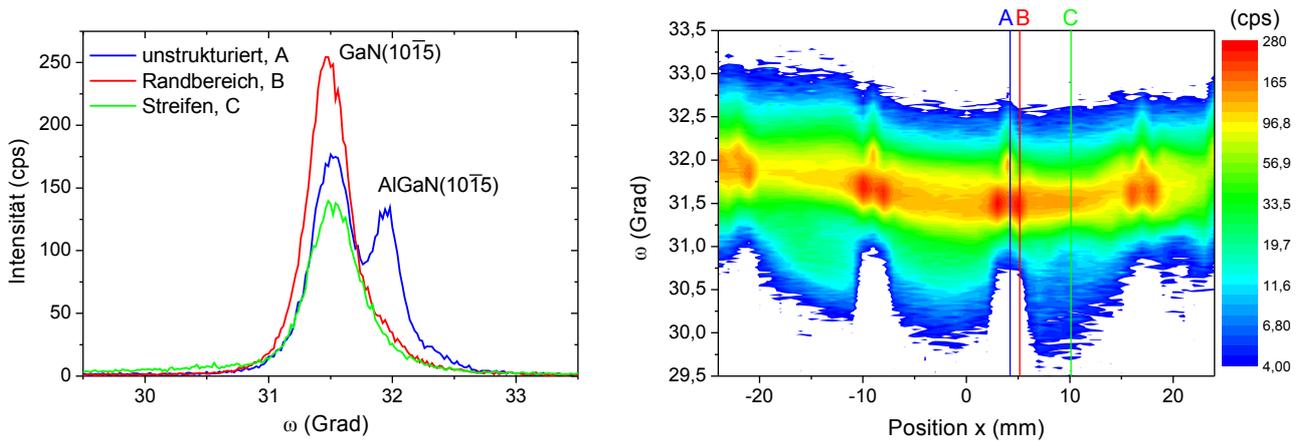


Abbildung 3.142: Röntgenbeugungs-Rockingkurven der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion einer Probe auf strukturiertem  $\text{Si}(001)$ -Substrat von drei verschiedenen Probenpositionen: einem unstrukturierten Bereich (A), ca. 1 mm neben dem Streifenmuster (B) und auf dem Streifenmuster (C). Die rechte Messung zeigt den vollständigen Röntgenbeugungs- $\omega$ -x-map, aus dem die markierten Einzelkurven entnommen wurden.

Einzelspektren von der Oberfläche der überwachten Gebiete nahezu ausschließlich die bandkannennahe Lumineszenz nachzuweisen ist, wodurch die hohe erreichte Schichtqualität des GaN in diesen Bereichen erneut bestätigt wird (Abbildung 6.21).

Die kristalline Qualität der Proben wurde mittels lateral orts aufgelösten Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans an der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexion untersucht, mit einer Schrittweite von  $\Delta x = 1$  mm (Abbildung 3.142). In den unstrukturierten Probenbereichen ist dabei neben dem Beugungspeak der GaN-Schicht eine zusätzliche Reflexion der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Pufferschicht zu detektieren, entsprechend dem gewachsenen Schichtaufbau der Teststruktur. In den direkt an den strukturierten Gebieten angrenzenden Randbereichen von etwa 1 mm Breite ist dann jedoch keine  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Reflexion mehr festzustellen, wohingegen die Intensität der GaN-Reflexion deutlich zunimmt. In den Messungen direkt auf den Streifenmustern ist ebenfalls keine Beugungsintensität der Pufferschicht mehr nachzuweisen. Eine mögliche Erklärung dieses Effektes ist eine starke Fehlorientierung der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Kristallite in den strukturierten Bereichen. Zur Verifizierung dieser Annahmen

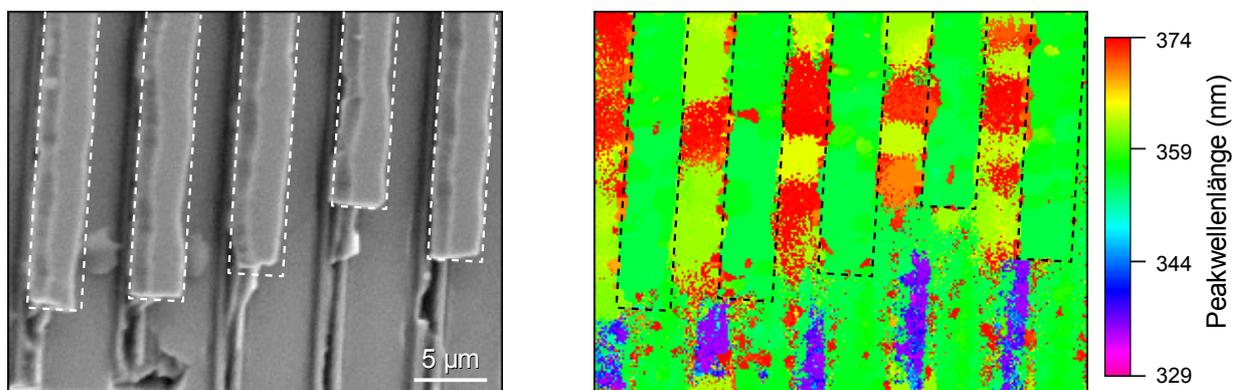


Abbildung 3.143: SEM-Aufnahme an einer Bruchkante des strukturierten Probenbereichs (links) im direkten Vergleich mit der lateralen Peakwellenlängenverteilung der orts aufgelösten Kathodolumineszenz der identischen Position (rechts).

wurden KL-Messungen von einer Bruchkante der Streifenstruktur angefertigt (Abbildung 3.143). Demnach können die Lumineszenzmaxima um etwa 335 nm, welche der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Schicht zugeordnet werden können, ausschließlich in den Bereichen seitlich der ausgebrochenen Si-Stege nachgewiesen werden. Daher ist anzunehmen, dass sich das  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$  bevorzugt an den Seitenflächen der Si-Stege oder an den auftretenden Si(111)-Teilflächen in den Ecken zwischen Gräben und Stegen anlagert. In Abbildung 3.144 ist eine FE-REM-Aufnahme einer Bruchkante eines solchen Si-Steges dargestellt, welche die seitlichen Ablagerungen der gewachsenen Schichten verdeutlicht. Die eindeutige lokale Zuordnung der dargestellten einzelnen Kristallite zu den Al-Konzentrationen gelang leider noch nicht, ist aber Thema weiterer Untersuchungen. Die eigenen Messungen korrespondieren aber mit ähnlichen Ergebnissen über Schwankungen der eingebauten Al-Konzentration von  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Schichten auf strukturierten GaN-Schichten [183].

Zusammenfassend bietet die Strukturierung der Si(001)-Substrate eine einfache Möglichkeit, die erreichbare kristalline Qualität der GaN-Schichten auf dieser Substratorientierung signifikant zu steigern. Insbesondere konnte innerhalb der GaN-Streifen auf den Si-Stege auch keine oppositio-nelle azimutale Ausrichtung der GaN-Kristallite mehr nachgewiesen werden, wodurch der beschriebene Einfluss der Substratverspannung auf den Selektionsprozess fundiert wird, da die Oberfläche der Si-Stege senkrecht zur Streifenausrichtung als nahezu spannungsfrei anzunehmen ist.

Aufgrund der einfacheren Verfügbarkeit und der bereits ausreichenden erreichten Qualität, wurde für die Realisierung der Bauelementstrukturen aber unstrukturiertes Si-Substrat verwendet.

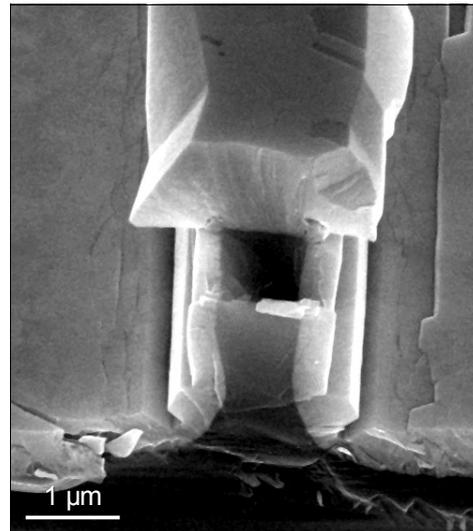


Abbildung 3.144: FE-REM-Aufnahme der seitlichen Bruchkante eines Si-Steges einer  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}/\text{GaN}$ -Struktur auf einem geätzten  $4^\circ$  vizinalen Si(001)-Substrat mit Streifenmuster.

### 3.4. GaN-basierte Bauelemente auf Si(001)

#### 3.4.1. Spannungskompensation

Neben einer ausreichenden kristallinen Qualität der GaN-Schichtsysteme auf Si(001) ist die Realisierung von reproduzierbar rissfreien Gebieten ausreichender Größe auf der Waferoberfläche ein notwendiges Kriterium, um eine Herstellung von ersten GaN-basierten Bauelementen auf dieser Substratorientierung zu ermöglichen. Im Allgemeinen weisen GaN-Schichtsysteme auf Si-Substraten nach dem Abkühlen von Wachstums- auf Raumtemperatur mit wachsender Schichtdicke eine zunehmende tensile Verspannung von etwa 0,6-0,7 GPa/ $\mu\text{m}$  [83] auf, aufgrund des größeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten der III-N-Halbleiter im Vergleich zum Silizium (vergleiche Tabelle 1). Oberhalb eines kritischen Wertes von etwa 0,2-0,3 GPa wird die Verspannungsenergie durch die Ausbildung von Rissen abgebaut [84]. Eine Standardmethode zur Vermeidung dieser thermisch begründeten Rissbildung ist die Kompensation des tensilen Stresses durch eine gezielte kompressive Vorverspannung des Schichtsystems bereits bei hohen Temperaturen während des MOVPE-Wachstums. Der Einbau von Tieftemperatur-AlN-Zwischenschichten in die Pufferschicht ist dabei ein möglicher und häufig verwendeter Ansatz eine solche ausgleichende Vorverspannung zu erzielen, welcher bereits bei GaN-Schichten auf Si(111) erfolgreich angewendet wurde [85, 86]. Die AlGaN/GaN-Teststrukturen auf Si(001)-Substraten wurden daher mit LT-AlN-Zwischenschichten und zusätzlichen GaN-Pufferschichten erweitert, um rissfreie Bauelemente zu realisieren.

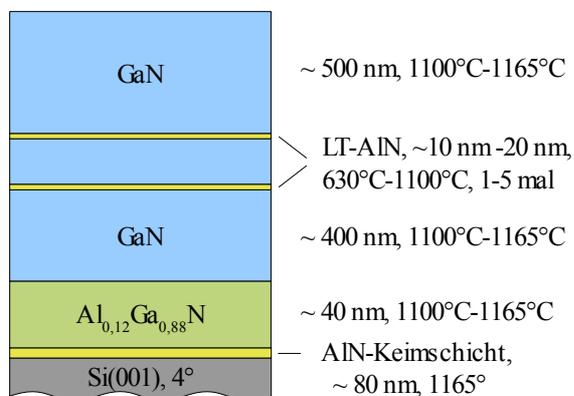


Abbildung 3.145: Schematischer Schichtaufbau der Teststrukturen mit zusätzlichen LT-AlN-Zwischenschichten zur Spannungskompensation.

Die Wachstumstemperatur der 1 bis 5 AlN-Zwischenschichten wurde von 630°C bis 1000°C variiert und die Schichtdicken betragen zwischen ca. 10 nm und 20 nm; die etwa 300 nm-500 nm dicken GaN-Zwischenschichten wurden bei 1100°C-1165°C gewachsen. Eine schematische Darstellung des verwendeten Schichtaufbaus ist in Abbildung 3.145 gezeigt.

Die geringe Depositionstemperatur des AlN von 630°C führt bereits nach dem Aufwachsen weniger Atomlagen zu einer Relaxation der AlN-Schicht, auf der eine nachfolgende HT-GaN-Schicht dann anfänglich pseudomorph und

kompressiv verspannt aufwächst [86]. Aufgrund der insgesamt schlechteren kristallinen Qualität der GaN-Schichten auf Si(001) mit einer höheren Versetzungsdichte und mehr Korngrenzen im Vergleich zu den Schichten auf Si(111), ist der maximale absolute Wert der eingebrachten kompressiven Verspannung im GaN auf Si(001) reduziert und somit der Effekt der Spannungskompensation deutlich geringer ausgeprägt, weshalb die Proben auf Si(001) bei Benutzung der übernommenen Si(111)-Standardparameter für die LT-AlN-Zwischenschichten (630°C, 75 s) weiterhin Risse aufweisen. Um keine zusätzlichen Korngrenzen an den AlN/GaN-Grenzflächen zu generieren und dadurch den Spannungseinbau in den GaN-Schichten noch weiter abzuschwächen, wurde die Depositionstemperatur des AlN erhöht, wodurch die dünnen AlN-Zwischenschichten geschlossen weiter wachsen sollten und die kolumnare Struktur der unterliegenden Pufferschicht nahezu unverändert weiter geben. Wegen der langsameren Relaxation der AlN-Schichten in Wachstumsrichtung bei höheren Abscheidetemperaturen [86] mussten die Schichtdicken des AlN durch längere Wachstumsdauern jeweils angepasst und erhöht werden. Die genauen Wachstumsparameter der AlN-Zwischenschichten sind dabei abhängig von der erreichten kristallinen Qualität der unterliegenden AlGaIn/GaN-Pufferschichten und wurden entsprechend optimiert. Die in-situ Reflexions- und Krümmungstransienten einer Probenserie mit unterschiedlichen Reaktordrücken während der AlN-Keimschichtdeposition verdeutlichen den Einfluss der Kristallqualität auf die resultierende Probenkrümmung aufgrund der Verspannung der Probe nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur (Abbildung 3.146). Die Reduzierung des Reaktordruckes von 100 mbar auf 35 mbar führt trotz besserer Selektion zu einer Zunahme der Kristallitverdrehungen (vergl. Abbildung 3.104) und infolge dessen zu einer geringeren kompressiven Vorverspannung des GaN bei ansonsten identischen Wachstumsparametern, wohingegen der thermisch begründete tensile Anteil beim Abkühlen aufgrund der identischen Gesamtschichtdicke nahezu unverändert auftritt. Bei einem Standardreaktordruck von konstant 100 mbar während der Keimschichtdeposition wurden als effektivste Werte für die AlN-Zwischenschichten eine Temperatur von 1000°C und eine Wachstumszeit von 120 s ermittelt.

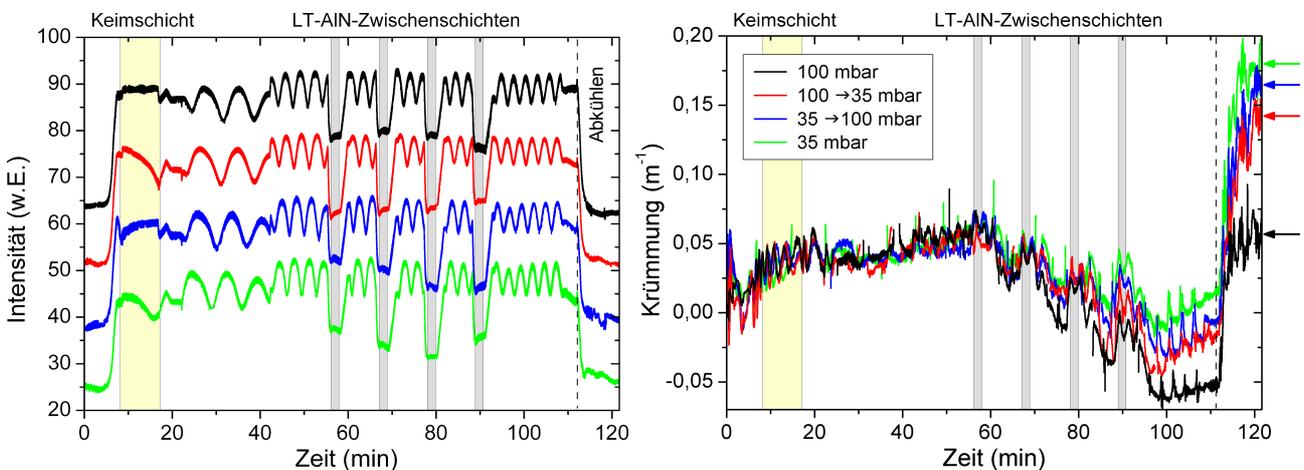


Abbildung 3.146: In-situ Laserreflexionskurven von vier Proben mit unterschiedlichen Reaktordrücken während des Keimschichtwachstums (links) und die zugehörigen Krümmungstransienten sowie die gekennzeichneten finalen Probenkrümmungen nach dem Abkühlen nach 120 min Prozesszeit (rechts).

Die kompressiv verspannten GaN-Zwischenschichten weisen mit steigender Schichtdicke eine stetig zunehmende Relaxation auf, so dass die eingebrachte kompensierende Verspannungsenergie pro zusätzlicher GaN-Atomlage kontinuierlich abnimmt. Oberhalb einer kritischen Schichtdicke ist aufgrund des kolumnaren Wachstumsverhaltens des GaN und der auftretenden Korngrenzen sogar ein Umschlageffekt zu erwarten, ab dem mit weiter steigender Schichtdicke eine zusätzliche tensile Verspannung des GaN auftritt [184, 185]. Die Anzahl und die Wachstumsparameter der GaN-Zwischenschichten waren daher so zu optimieren, dass die kumulative induzierte kompressive Vorverspannung der Probe nicht durch die stärkere tensile Verspannung nach dem Abkühlen aufgrund der Zunahme der Gesamtprobendicke überkompensiert wird. Als effektivste Dicke der GaN-Zwischenschichten wurde dabei ein Wert von 320 nm festgestellt.

Ein weiterer begrenzender Effekt der maximalen erreichbaren Vorverspannung der Proben ist die mögliche plastische Verformung des Siliziums. Insbesondere bei hohen Wachstumstemperaturen von 1200°C kann die mechanische Belastung der Substrate durch die Verspannung zu einer dauerhaften, nicht reversiblen Deformierung führen\*. Auf 250 µm dicken, n-dotierten, 2-Zoll Si(111) Czochralski-Substraten beträgt die kritische Krümmung, ab der eine solche Deformierung eintritt, bei einer Wachstumstemperatur von 1145°C etwa  $K = 0,5 \text{ m}^{-1}$  [157]. Die untersuchten Si(001)-Substrate weisen jedoch eine andere Dicke (500 µm), eine andere Lage der bevorzugten Si(111)-Gleitebenen zur radialen Verspannungsrichtung, als auch einen anderen Elastizitätsmodul in der Si(001)-Ebene auf, weshalb der kritische Krümmungswert für Si(001)-Substrate von diesem Literaturwert verschieden sein sollte. Aus den in-situ Reflexions- und Krümmungstransienten zweier Proben mit 4 beziehungsweise 5 LT-AlN-Zwischenschichten kann als kritische Krümmung bei  $T = 1165^\circ\text{C}$  ein Wert zwischen  $K = -0,2 \text{ m}^{-1}$  und  $K = -0,3 \text{ m}^{-1}$  abgeleitet werden (Abbildung 3.147), was einer Schichtspannung von -0,6 GPa bis -0,9 GPa entspricht, wobei ein genau definierter und exakter Übergangswert zur plastischen Verformung nicht reproduziert werden konnte.

Eine vollständige Spannungskompensation der ca. 2,5 µm dicken AlGaN/GaN-Pufferstruktur

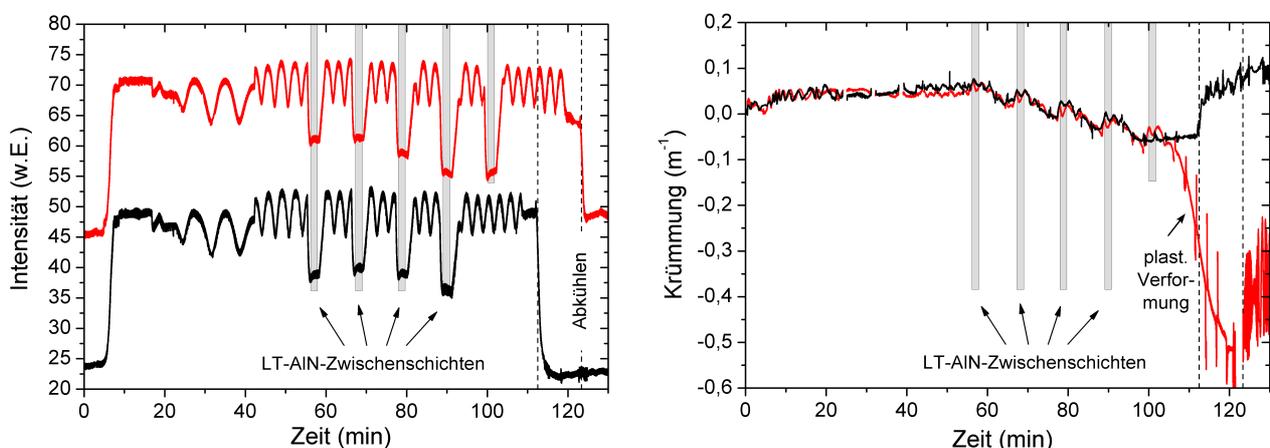


Abbildung 3.147: In-situ Laserreflexionskurven zweier Proben auf Si(001) mit 4 beziehungsweise 5 LT-AlN-Zwischenschichten im GaN-Puffer (links) und die zugehörigen Krümmungstransienten (rechts).

\* Die Schmelztemperatur von undotiertem Silizium bei Normdruck beträgt 1410°C

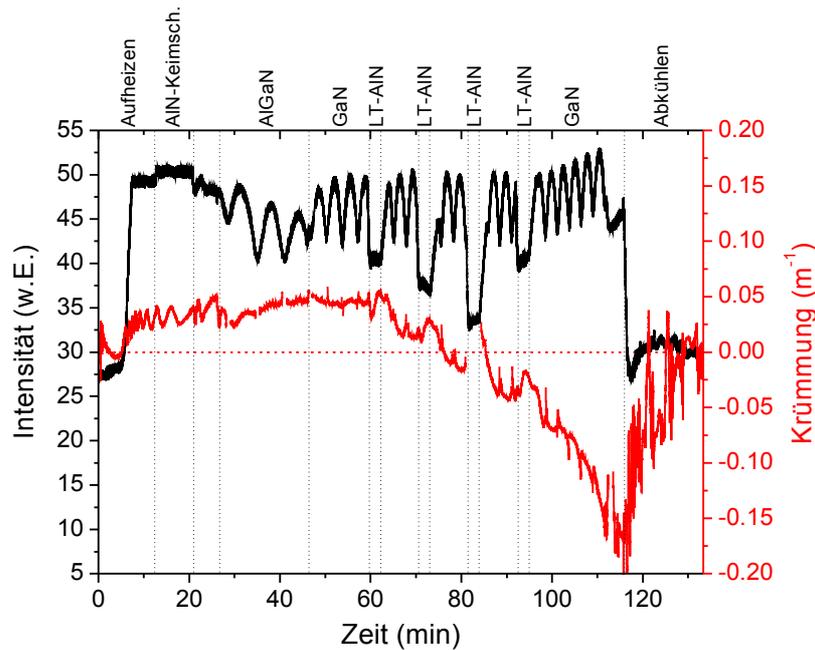


Abbildung 3.148: In-situ Laserreflexions- und Krümmungstransiente einer ca. 2,5 µm dicken, optimierten GaN-basierten Pufferstruktur auf Si(001) mit 4 LT-AlN-Zwischenschichten und einer vollständigen Spannungskompensation nach dem Abkühlen.

wurde durch die Reduktion der Wachstumstemperatur der GaN-Zwischenschichten auf 1100°C erreicht. Dazu wurde die Temperatur während des  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Pufferschichtwachstums mittels eines Temperaturgradienten von 1165°C auf 1100°C abgesenkt. Um eine ausreichende kristalline Qualität des GaN an der Grenzschicht zu den aktiven Zonen von vollständigen Bauelementstrukturen zu gewährleisten, wurde in der ca. 740 nm dicken abschließenden GaN-Schicht des Puffers die Depositionstemperatur wieder linear auf 1165°C erhöht. Die in-situ Intensitäts- und die Krümmungs-

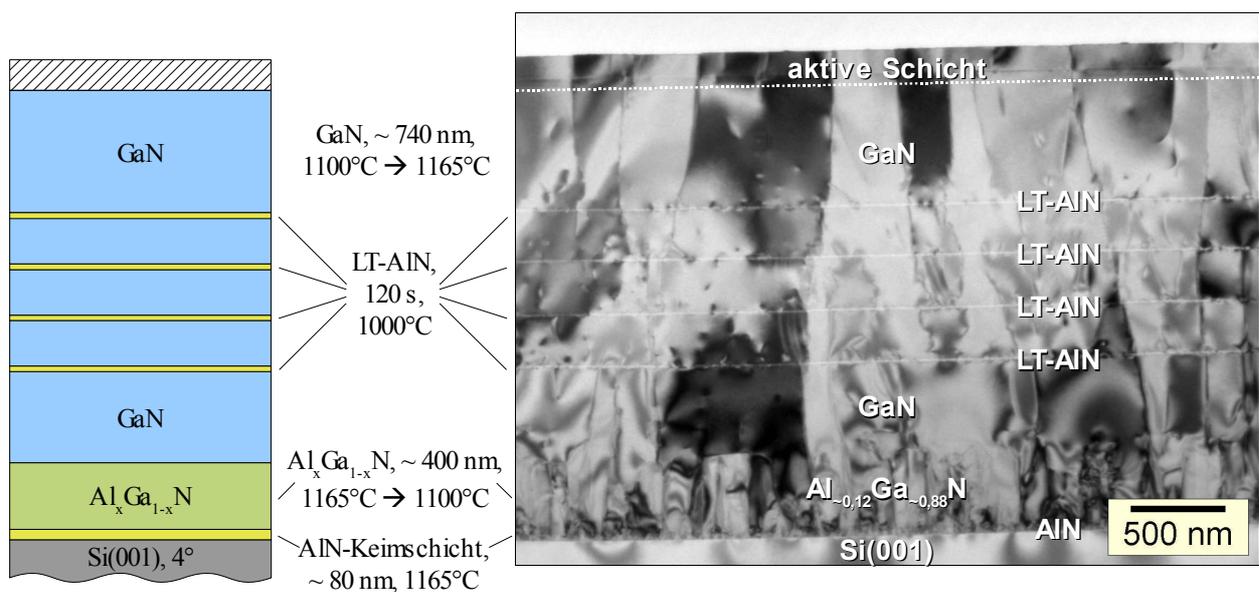
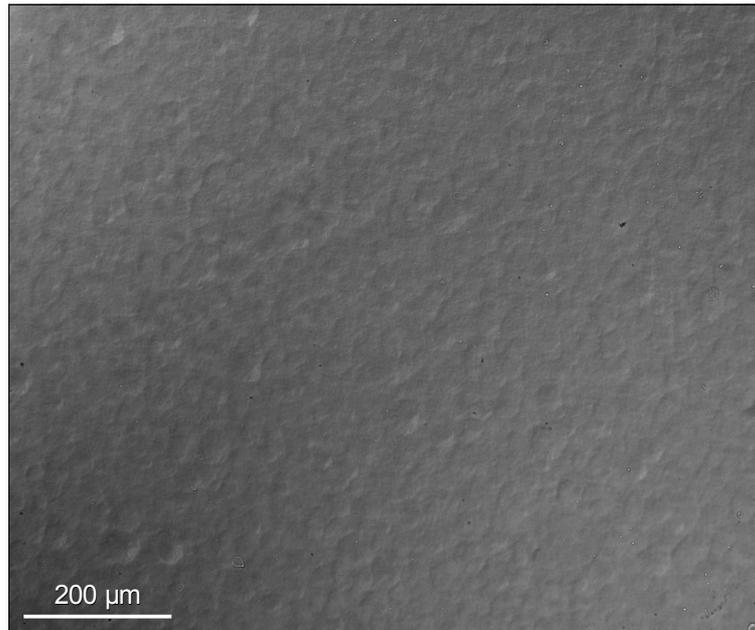


Abbildung 3.149: Schematischer Probenaufbau der spannungsoptimierten AlGaN/GaN-Grundstruktur auf Si(001) mit 4 LT-AlN-Zwischenschichten (links) und die zugehörige TEM-Hellfeld-Aufnahme zur Verdeutlichung der vertikalen Schichtanordnung (rechts) [158].



*Abbildung 3.150: Nomarski-Aufnahme der Oberfläche der spannungsoptimierten und vollständig rissfreien GaN-basierten Grundstruktur auf Si(001).*

transiente einer solchen Grundstruktur in Abbildung 3.148 konstatieren die erreichte vollständig flache Waferkrümmung nach dem Abkühlen. Der schematische Schichtaufbau der Grundstruktur und die verwendeten Wachstumsparameter sind in Abbildung 3.149 dargestellt. Der direkte Vergleich mit einer TEM-Aufnahme eines spannungsoptimierten vollständigen Bauelementes, welches auf dieser ca. 2,5 µm dicken Grundstruktur basiert, verdeutlicht die verwendete vertikale Schichtanordnung im Puffer sowie das kontinuierliche vertikale kolumnare Wachstum an den AlN-Grenzschichten. Durch diesen Ansatz konnte über die gesamte Waferfläche eine vollständig rissfreie und koaleszierte GaN-Oberfläche realisiert werden. Die Nomarski-Aufnahme in Abbildung 3.150 belegt die erreichte gute Oberflächenqualität einer undotierten Grundstruktur, die im Weiteren den prinzipiellen Unterbau der nachfolgend vorgestellten GaN-basierten Bauelemente auf Si(001) bildet.

### **3.4.2. Feldeffekttransistoren**

Um die erreichte Qualität der gewachsenen GaN-Schichten auf Si(001) zu verifizieren, wurden testweise erste GaN-basierte Bauelementstrukturen auf Siliziumsubstraten dieser Oberflächenorientierung gewachsen. Dabei sollte primär die prinzipielle Realisierbarkeit sowie die erfolgreiche Inbetriebnahme dieser anwendungsorientierten Systeme nachgewiesen werden.

Für die Herstellung von Feldeffekttransistor-Strukturen wurde auf einem AlGaN/GaN-Puffer mit 4 LT-AlN-Zwischenschichten, ähnlich der Grundstruktur aus Kapitel 3.4.1, zusätzlich eine etwa

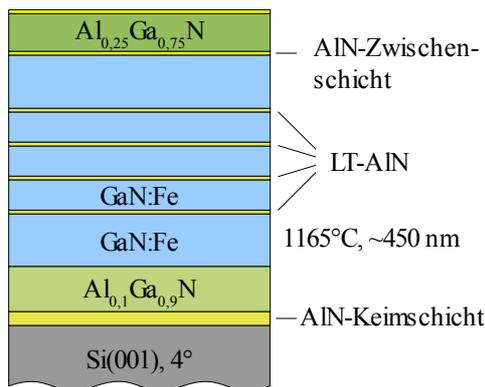


Abbildung 3.151: Schematischer Schichtaufbau einer AlGaN/GaN-basierten FET-Struktur auf Si(001)-Substrat.

$\text{Al}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{N}$  vermindert werden sollten, um eine Erhöhung der Elektronenbeweglichkeit zu erreichen [187]. Die Proben wurden auf hochohmigen Si-Substraten ( $R > 10^4 \Omega\text{cm}$ ) abgeschieden. Dadurch sollten eventuelle parasitäre Ströme durch das Substrat bei gesperrtem Transistor möglichst reduziert werden. Zudem wurden die unteren zwei GaN-Schichten der Pufferstruktur mit Eisen dotiert, welches mutmaßlich als tiefer Akzeptor wirkt und die native n-Leitung des GaN kompensiert und so den spezifischen elektrischen Widerstand des Puffers sowie die Durchbruchfeldstärke erhöht [188, 189]. Ein schematischer Schichtaufbau der verwendeten Bauelementstruktur ist in Abbildung 3.151 gezeigt.

Die gewachsenen FET-Strukturen auf Si(001) weisen eine verringerte Effizienz der Vorkompression gegenüber den Grundstrukturen auf. Dieser Effekt ist vermutlich auf die Eisendotierung

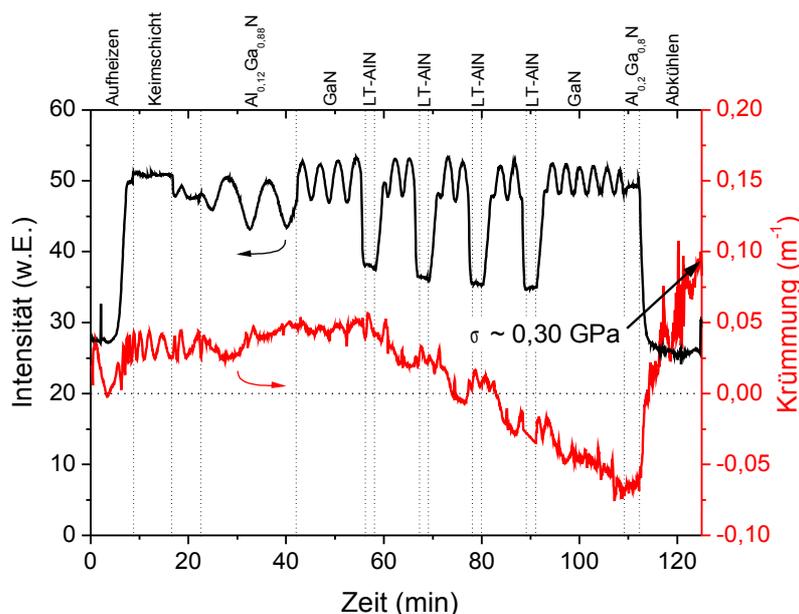


Abbildung 3.152: In-situ Laserreflexions- und Krümmungstransiente einer ca.  $2,5 \mu\text{m}$  dicken  $\text{Al}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{N}/\text{GaN}$ -FET-Bauelementstruktur auf Si(001) mit 4 LT-AlN-Zwischenschichten in der Pufferschicht.

16 nm dicke  $\text{Al}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{N}$ -Deckschicht abgeschieden. Aufgrund der sich überlagernden spontanen und piezoelektrischen Polarisationsfelder und der daraus resultierenden elektrischen Feldverteilung in der Schichtstruktur ist im GaN-Puffer an der oberen GaN/ $\text{Al}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{N}$ -Grenzfläche die Ausbildung einer lateral hochleitfähigen Schicht mit einer hohen Elektronenkonzentration zu erwarten, die als Stromkanal in einem FET genutzt wird [186]. Zusätzlich wurden an der aktiven Grenzschicht sowie an der Probenoberfläche zwei nur etwa 2 nm dünne AlN-Schichten abgeschieden, wodurch die Rauigkeiten und die Potentialschwankungen an den Grenzflächen aufgrund fluktuierender Al-Konzentrationen im

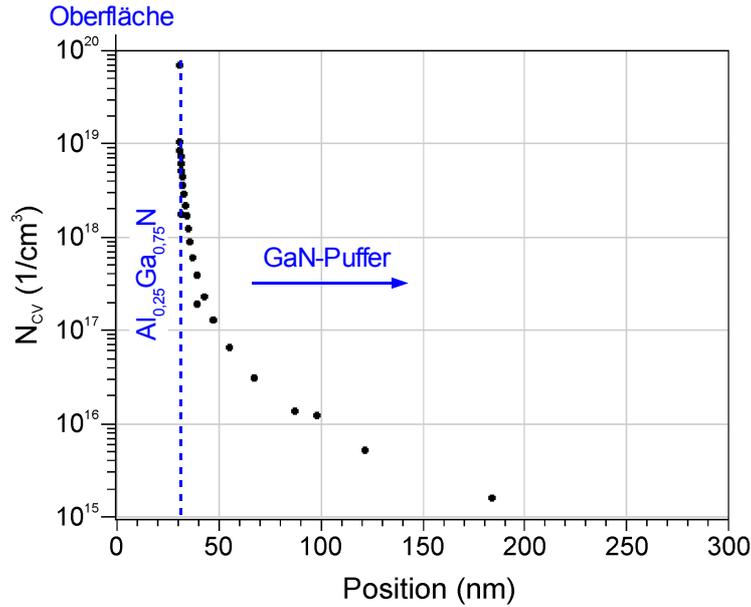


Abbildung 3.153: Tiefenprofil der Konzentration der freien Ladungsträger in einem AlGaIn/GaN-FET auf Si(001)-Substrat [54].

zurückzuführen, welche eine Reduktion der lateralen Kohärenzlänge und zusätzliche Korngrenzen im GaN verursacht [190], wodurch der eingebrachte kompressive Stress schneller abgebaut wird. Trotz der dadurch auftretenden integralen tensilen Restspannung von 0,30 GPa im Schichtsystem (Abbildung 3.152), ist die Oberfläche der Proben komplett rissfrei.

Die Schichtstrukturen wurden nach dem MOVPE-Wachstum vollständig prozessiert, so dass ein erster GaN-basierter Feldeffekttransistor auf Si(001) realisiert wurde. Um die Lokalisierung der relevanten stromleitenden Schichten im Bauelement zu bestimmen, wurde das vertikale Konzentrationsprofil der freien Ladungsträger in der FET-Struktur mittels tiefenaufgelöster Kapazitäts-Spannungs-Messungen vermessen. Aus dem entsprechenden Kurvenverlauf in Abbildung 3.153 ist abzuleiten, dass die höchste Konzentration von bis zu  $8 \cdot 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  Elektronen im GaN-Puffer direkt an der Grenzschicht zur oberen  $\text{Al}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{N}$ -Schicht auftritt, wohingegen innerhalb der  $\text{Al}_{0,25}\text{Ga}_{0,75}\text{N}$ -

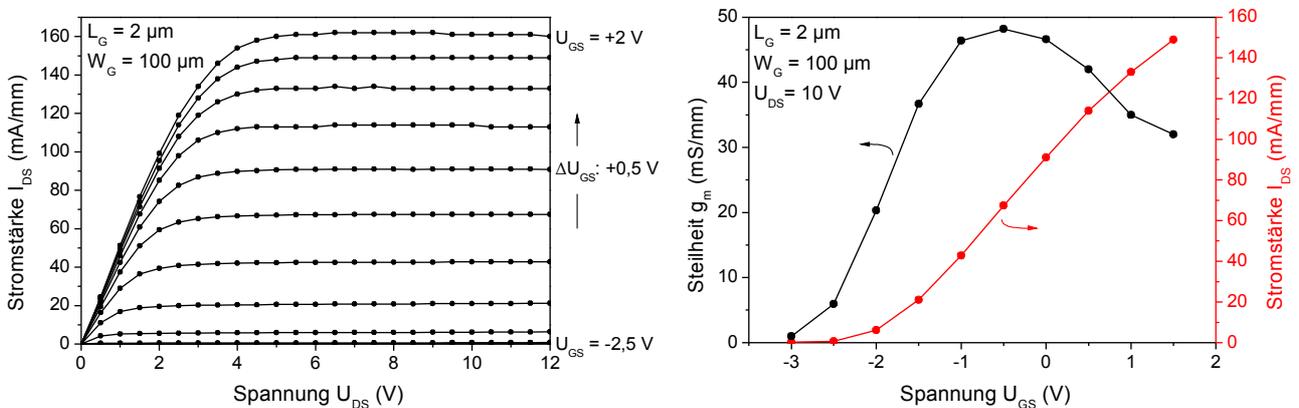


Abbildung 3.154: Strom-Spannungs-Kennlinien bei schrittweise erhöhten Steuerspannungen (links) und die zugehörige Steilheit und Stromstärke bei einer Drain-Source-Spannung von 10 V (rechts) eines GaN-basierten Feldeffekttransistors auf Si(001) [54].

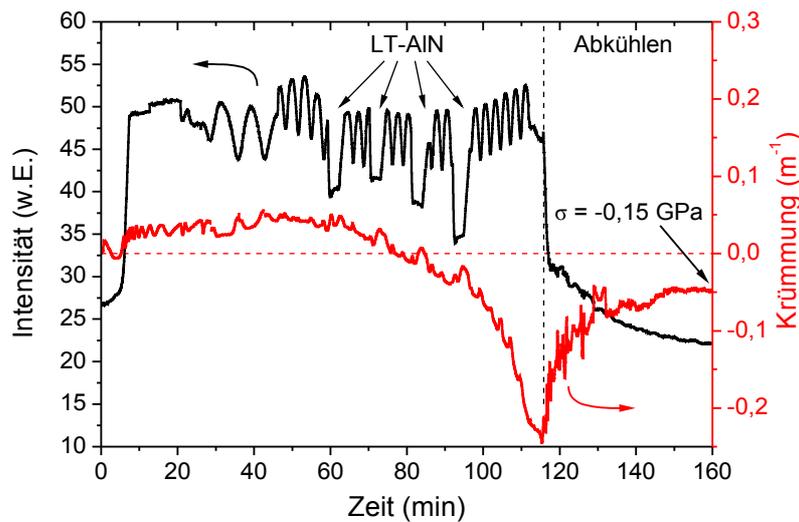


Abbildung 3.155: In-situ Laserreflexions- und Krümmungstransiente einer ca. 2,6  $\mu\text{m}$  dicken  $\text{Al}_{0,2}\text{Ga}_{0,8}\text{N}/\text{GaN}$ -FET-Bauelementstruktur auf  $\text{Si}(001)$  mit 4 LT-AlN-Zwischenschichten in der Pufferschicht und kompressiver Restspannung nach dem Abkühlen [54].

Schicht keine freien Ladungsträger mehr nachzuweisen sind. Der schnelle Konzentrationsabfall im GaN-Puffer in Richtung Substrat von mehr als vier Größenordnungen innerhalb von 150 nm lässt die Ausbildung eines 2D-Elektronengases an dieser Grenzfläche vermuten. Die entsprechenden Kennlinien des prozessierten FETs mit einer Gatelänge von  $L_G = 2 \mu\text{m}$  in Abbildung 3.154 zeigen zudem den typischen Verlauf eines voll funktionierenden Transistors und belegen somit die erfolgreiche Umsetzung.

Für eine bessere Spannungskompensation wurde die Depositionstemperatur des GaN nach einem 10 min Wachstum der ersten GaN-Zwischenschicht von 1165°C auf 1100°C abgesenkt und in der letzten 780 nm dicken, undotierten GaN-Schicht wieder linear auf 1165°C erhöht. Dadurch konnte in der insgesamt 2,6  $\mu\text{m}$  dicken FET-Struktur eine kompressive Restspannung von etwa  $\sigma = -0,15 \text{ GPa}$  nach dem Abkühlen erreicht werden, wie aus der zugehörigen Krümmungstransiente und der finalen Krümmung von  $K = -0,05 \text{ m}^{-1}$  abgeschätzt werden kann (Abbildung 3.155). Der

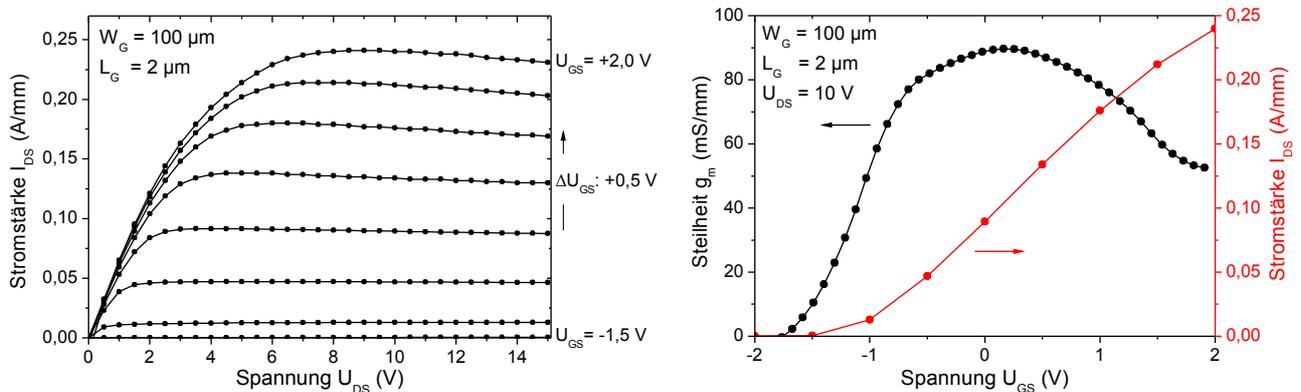


Abbildung 3.156: Strom-Spannungs-Kennlinien bei schrittweise erhöhten Steuerspannungen (links) und die zugehörige Steilheit und Stromstärke bei einer Drain-Source-Spannung von 10 V (rechts) eines krümmungsoptimierten GaN-basierten Feldeffekttransistors auf  $\text{Si}(001)$  [54].

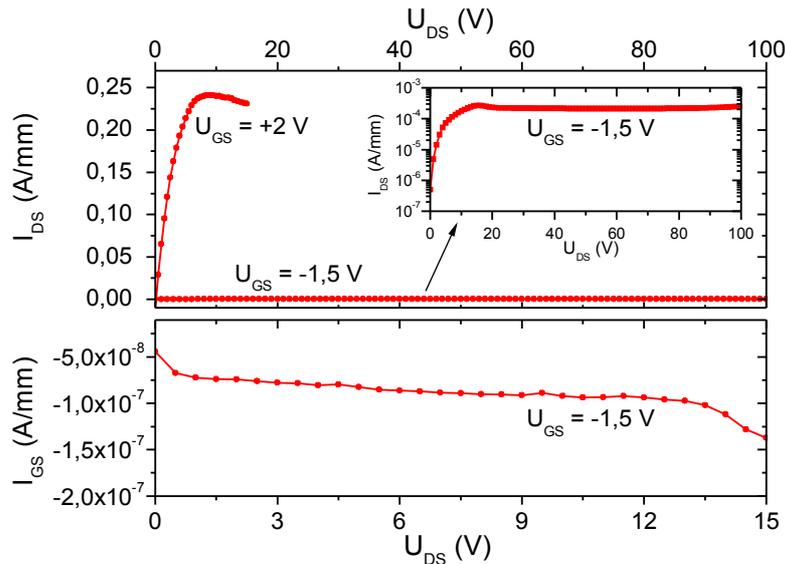


Abbildung 3.157: Kennlinien eines GaN-basierten FET auf Si(001) bei Spannungen von bis zu  $U_{DS} = 100$  V zu Überprüfung der Durchbruchfestigkeit (oben) und Verluststrom durch das Gate bei geschlossenem Elektronenkanal in Abhängigkeit der Drain-Source-Spannung [54].

anschließend auf identische Weise fertig prozessierte FET zeigt eine deutlich bessere Charakteristik im Vergleich zu den tensil verspannten Transistoren. Mit einer Gatelänge von  $L_G = 2$   $\mu\text{m}$  und einer Gatebreite von  $W_G = 100$   $\mu\text{m}$  wurde ein maximaler Gleichstrom von  $I_{DS} = 240$  mA/mm erreicht. Die maximale Steilheit beträgt ca. 90 mS/mm bei einer Steuerspannung von  $U_{GS} = 0$  V und einer Betriebsspannung von  $U_{DS} = 10$  V (Abbildung 3.156). Ab einer negativen Steuerspannung von kleiner  $U_{GS} = -1,5$  V wird eine fast vollständige Einschnürung des Elektronenkanals erreicht und der Stromfluss reduziert sich auf unter  $I_{DS} = 0,2$  mA/mm, wobei bis zu einer Drain-Source-Spannung von +100 V kein Durchbrucheffect zu beobachten ist und oberhalb der Sättigung bei ca.  $U_{DS} = +10$  V keine signifikante Änderung der Stromstärke festgestellt werden kann (Abbildung 3.157) [54]. Darüber hinaus weisen die realisierten GaN-basierten FETs auf Si(001)-Substrat einen vergleichsweise geringen und etwa konstanten Verluststrom von ca.  $I_{GS} = -1 \cdot 10^{-7}$  mA/mm auf.

Die beschriebenen Leistungsparameter der gewachsenen FET-Bauelemente auf der Si(001)-Substratorientierung sind noch deutlich schlechter als die publizierten Werte von vergleichbaren GaN-basierten FETs auf Si(111) [18]. Dies ist primär auf die bislang schlechtere Kristallqualität auf Si(001) zurückzuführen sowie auf die nicht weiter optimierten Kenngrößen der relevanten oberen  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Deckschicht. Durch weiterführende Untersuchungen ist eine Verbesserung der erreichbaren FET-Leistungsparameter aber sehr wahrscheinlich. Die prinzipielle Realisierbarkeit von voll funktionsfähigen GaN-basierten Bauelementen auf Si(001)-Substraten konnte jedoch zweifelsfrei nachgewiesen werden.

### 3.4.3. Leuchtdioden

Zum Nachweis der Realisierbarkeit von GaN-basierten optoelektronischen Bauelementen auf Si(001)-Substraten wurden LED-Strukturen gewachsen. Dazu wurde auf die spannungsoptimierte Grundstruktur mit vier LT-AlN-Zwischenschichten ein 5-fach-In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN-Multiquantumwell-System abgeschieden, gefolgt von einer etwa 15 nm dicken Al<sub>0,1</sub>Ga<sub>0,9</sub>N-Schicht, die als Elektronenbarriere wirkt, und einer abschließenden ca. 110 nm GaN-Deckschicht. Um einen guten Stromtransport durch die Bauelementstruktur zu ermöglichen, wurde die gesamte Pufferschicht sowie die GaN-Barrieren innerhalb der optisch aktiven Schichten mit nominell  $3 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  Silizium dotiert, um dort eine hohe n-Leitfähigkeit zu erreichen. Die Schichten oberhalb des MQW wurden mit Magnesium dotiert, wodurch, nach einer thermischen Aktivierung, p-leitende Deckschichten erzeugt werden sollten [9]. Ein schematischer Überblick des verwendeten Schichtaufbaus der LED-Struktur ist in Abbildung 3.158 dargestellt.

Die TEM-Hellfeld-Aufnahme in Abbildung 3.159 einer seitlichen Bruchkante des Bauelements bestätigt die gewachsene vertikale Schichtabfolge in der Probe. Zudem ermöglicht sie eine Bestimmung der realen Einzelschichtdicken im Puffer und der resultierenden Gesamtdicke, die ca. 2,5  $\mu\text{m}$  beträgt. Die Spannungskompensation mit Hilfe der LT-AlN-Zwischenschichten im Puffer der LED-Struktur ist trotz optimierter Wachstumstemperaturen geringer ausgeprägt als bei den einfacheren, undotierten Grundstrukturen. Dies kann mit der verwendeten Si-Dotierung im Bauelement erklärt werden, welche eine zusätzliche vom Dotierlevel und der Versetzungsdichte abhängige tensile Verspannung von etwa 0,3 GPa/ $\mu\text{m}$  in den GaN-Schichten induziert [110, 118, 191] und somit die

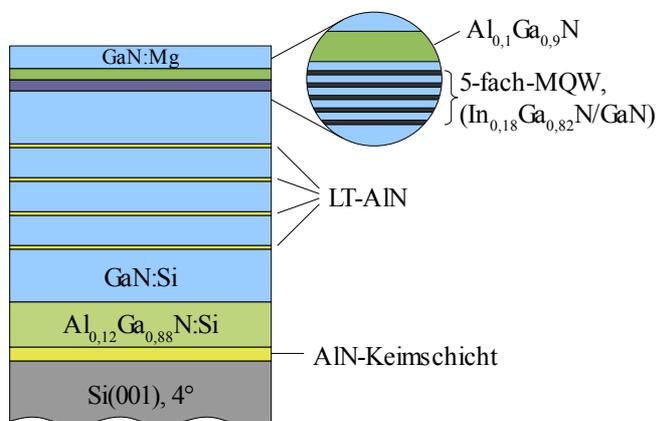


Abbildung 3.158: Schematischer Probenaufbau einer In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN-LED-Struktur auf Si(001)-Substrat.

kompressive Vorspannung des Puffers bei Wachstumstemperaturen abschwächt. Der Einfluss der Magnesiumdotierung in den Deckschichten ist vergleichsweise vernachlässigbar [191]. Dieser Effekt führt nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur zu einer resultierenden tensilen Gesamtverspannung des Schichtsystems von etwa 0,37 GPa, wie aus der finalen Probenkrümmung von ungefähr  $0,12 \text{ m}^{-1}$  gemäß der Krümmungstransiente in Abbildung 3.160 abgeschätzt werden kann [52]. Trotz dieser tensilen Restspannung konnte eine

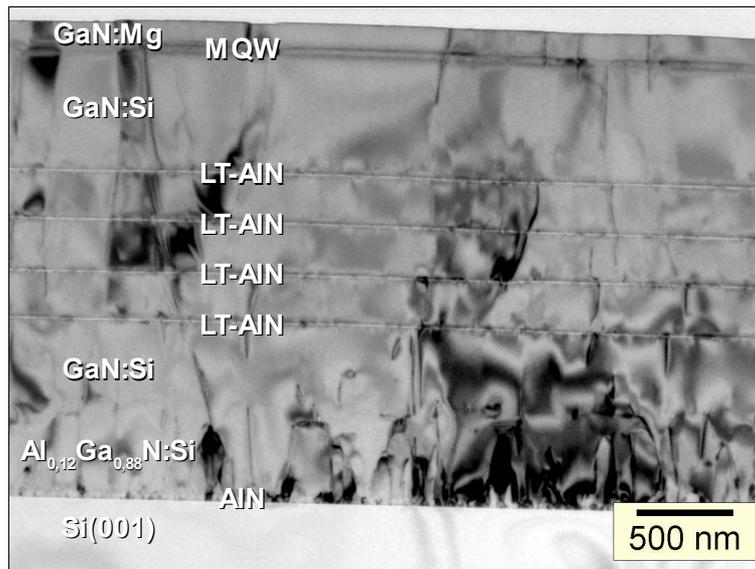


Abbildung 3.159: TEM-Hellfeld-Aufnahme der seitlichen Bruchkante einer LED-Struktur auf Si(001) zur Darstellung des vertikalen Schichtaufbaus.

komplett rissfreie Probenoberfläche der LED-Struktur auf Si(001) realisiert werden.

Die kristallinen Eigenschaften des Bauelements wurden mittels Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans analysiert. Zusätzlich zu den beiden dominierenden Intensitätsmaxima der GaN(0002)- und der  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}(0002)$ -Reflexion der Pufferschicht, können die Übergitter-Beugungsreflexe der Multi-quantumwell-Struktur bis zur 5. Ordnung nachgewiesen werden, was die gute Schichthomogenität im MQW dokumentiert (Abbildung 3.161). Das auftretende Minimum der Enveloppe-Funktion beim SL-3 Peak ermöglicht die Bestimmung der mittleren Schichtparameter der  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Filme mit einer Dicke von ca. 3,2 nm und einem Indiumanteil von ca.  $x = 0,18$  [53]. Aufgrund des typi-

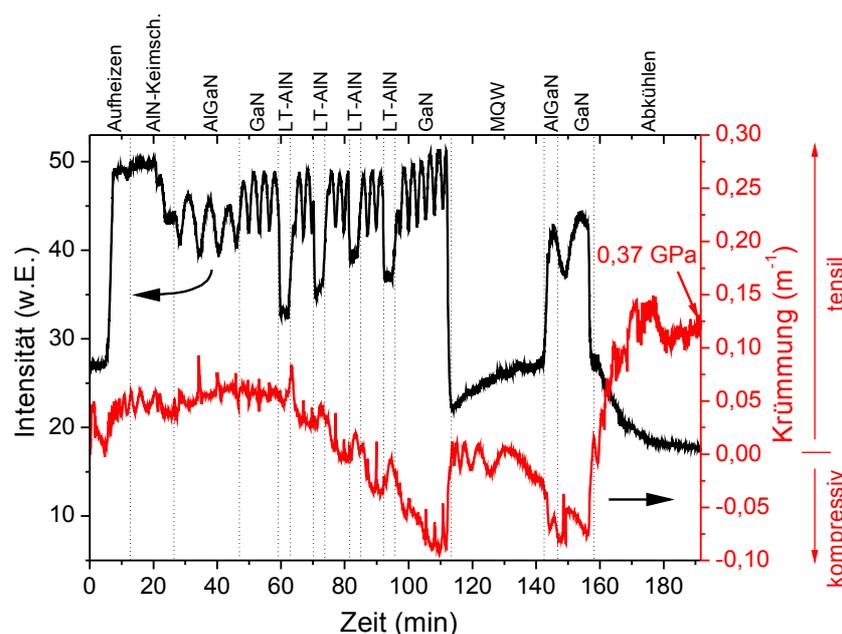


Abbildung 3.160: In-situ Laserreflexions- und Krümmungstransiente einer LED-Bauelementstruktur mit einem 5-fach ( $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ )-MQW auf Si(001)-Substrat [52].

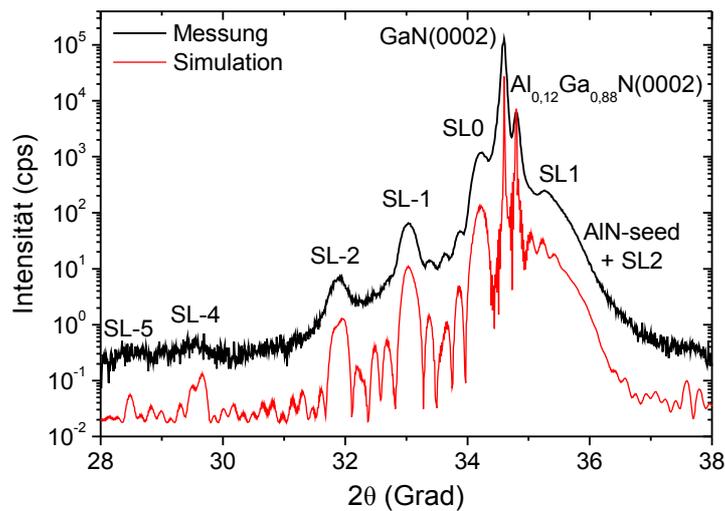


Abbildung 3.161: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scan an der GaN(0002)-Reflexion einer LED auf Si(001) und die zugehörige Simulation des Beugungsmusters zur Bestimmung der Schichtparameter [53].

schen kolumnaren Wachstumsverhaltens des GaN, ist die auf dem Puffer abgeschiedene MQW-Struktur nicht über die gesamte Probenfläche durchgängig geschlossen, sondern weist teilweise an den Korngrenzen eine leichte Schwankung von 0-5 nm in der absoluten vertikalen Position über der Substratoberfläche auf, wie die TEM-Aufnahme in Abbildung 3.162 verdeutlicht. Innerhalb einer Kolumne ist die Schichtstruktur des MQW hingegen lateral kontinuierlich und homogen gewachsen. Dieses Verhalten ist charakteristisch für GaN-basierte LEDs. Wegen der stärkeren Schwankung in der Verdrehung der GaN-Kolumnen, ist der Effekt auf Si(001)-Substraten aber häufiger und deutlicher ausgeprägt als zum Beispiel auf Si(111).

Zur Analyse der optischen Eigenschaften der LED-Strukturen auf Si(001) wurden Photo-

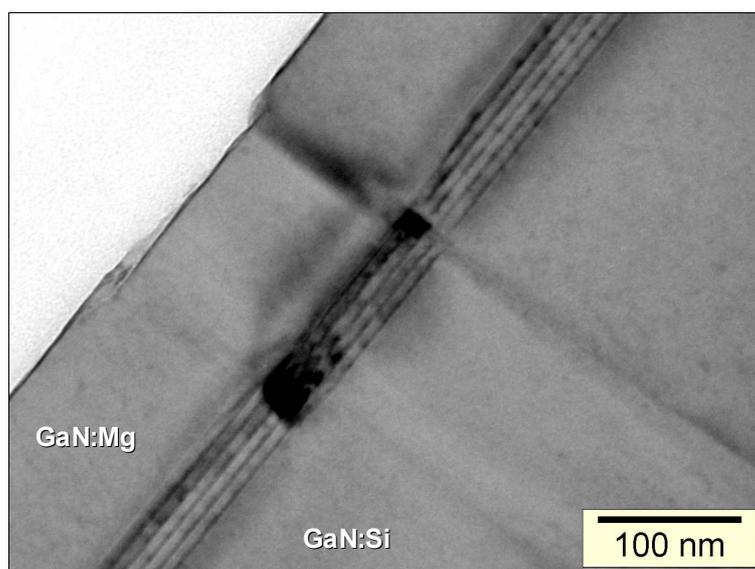


Abbildung 3.162: TEM-Hellfeld-Aufnahme der Bruchkante einer LED-Struktur auf Si(001) im Bereich des Multiquantumwells und der Probenoberfläche und mit Korngrenzen zu einer langsamer gewachsenen GaN-Kolumne.

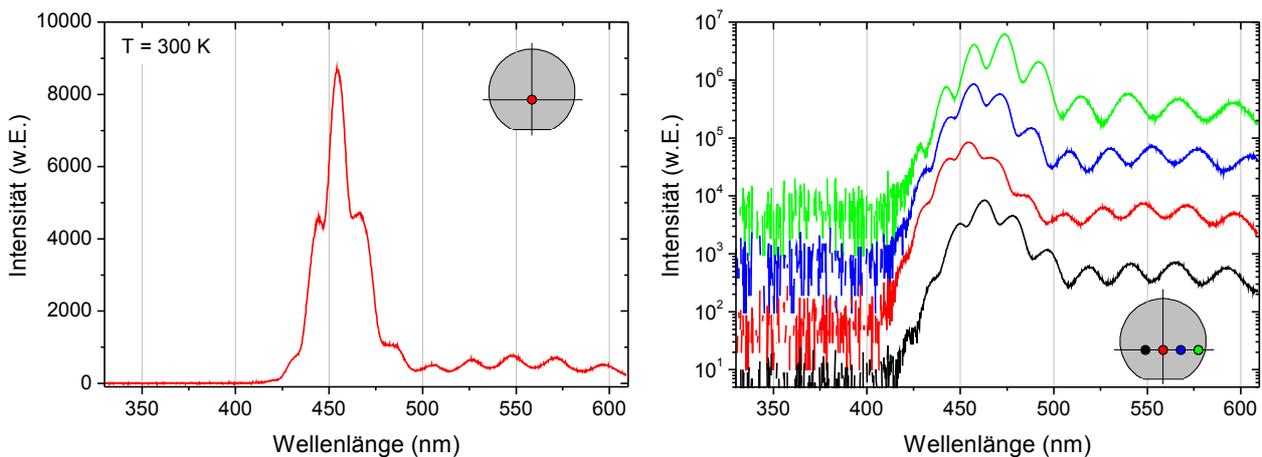


Abbildung 3.163: Raumtemperatur-Photolumineszenz-Spektrum einer  $In_{0,18}Ga_{0,82}N/GaN$ -LED auf  $Si(001)$ -Substrat (links) [53] und ein Vergleich der Spektren von verschiedenen gekennzeichneten Positionen im linearen Abstand von 10 mm über die Waferfläche (rechts).

lumineszenz-Untersuchungen durchgeführt. Bei einer Anregung ca. 5 mm neben dem Waferzentrum zeigt das Raumtemperatur-PL-Spektrum der LED ein ausgeprägtes Emissionsmaximum bei einer Wellenlänge von etwa 455 nm, welches von Fabry-Pérot-Oszillationen überlagert ist (Abbildung 3.163).

Insbesondere in den äußeren Randbereichen des 2-Zoll-Wafers ist das Peakmaximum um bis zu 20 nm zu längeren Wellenlängen verschoben, wobei die Peakform nahezu unverändert bleibt. Da die Probe während des MQW-Wachstums fast krümmungsfrei war und somit flach auf dem Suszeptor auflag (Abbildung 3.160), ist dieser Effekt nicht ausschließlich mit einer geringeren Oberflächentemperatur am Wafferrand zu erklären. Vielmehr ist von einem radialen Anstieg des In-Gehaltes auf dem rotierenden Wafer wegen des chemischen Konzentrationsgradienten im linearen Reaktorgasfluss auszugehen [126, 192].

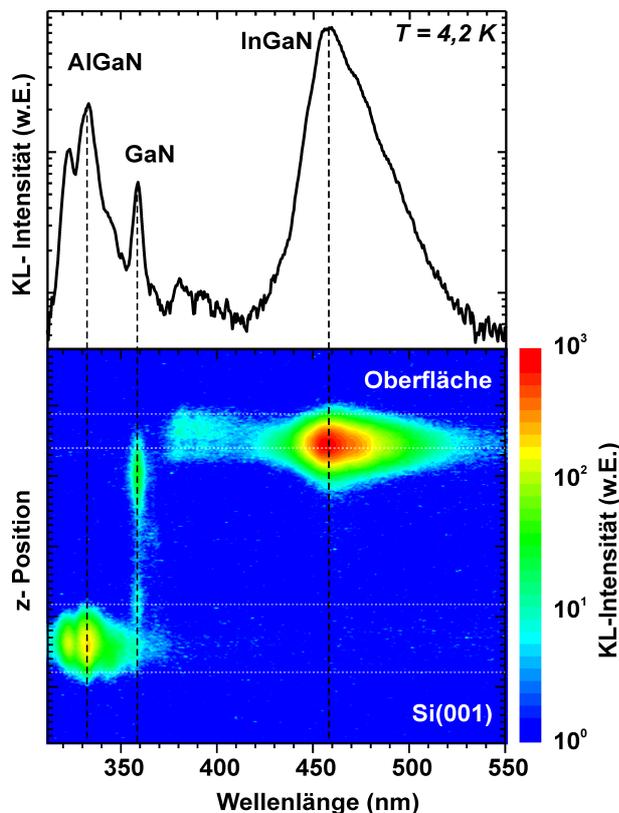


Abbildung 3.164: Integrales Kathodolumineszenz-Spektrum der seitlichen Bruchkante einer GaN-basierten LED auf  $Si(001)$ -Substrat bei 4,2 K (oben) und zugehörige vertikal orts aufgelöste Wellenlängenverteilung entlang des Probenquerschnitts (unten) [53].

Um festzustellen, wo in der LED-Schichtstruktur das Licht der Hauptemission um 455 nm generiert wird, wurden die lokalen Spektren der Bruchkante der Probe mittels Kathodolumineszenz vertikal orts aufgelöst vermessen (Abbildung 3.164). Demnach wird die Peaklumineszenz ausschließlich innerhalb

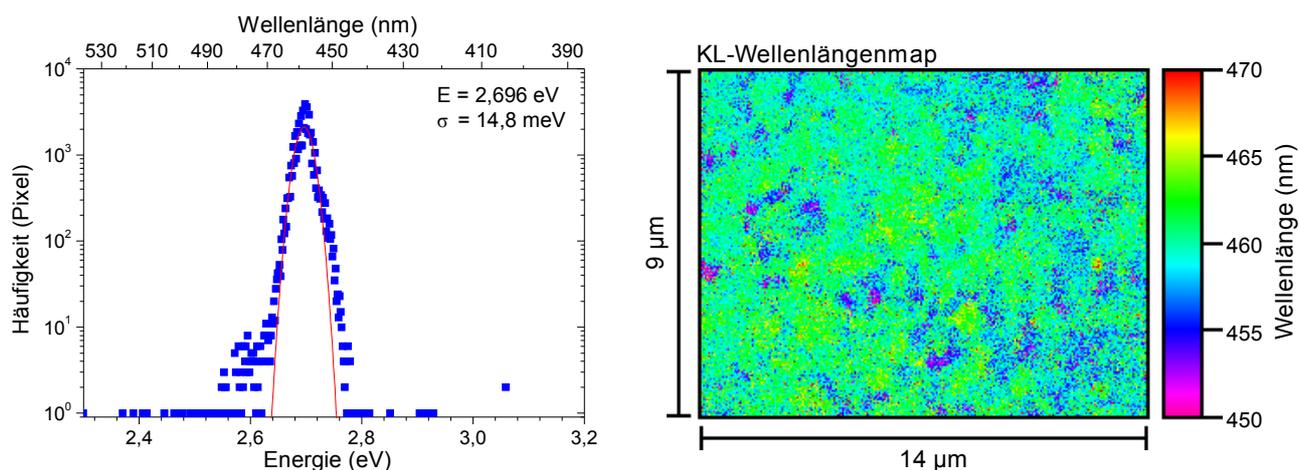


Abbildung 3.165: Ortsaufgelöste Wellenlängenverteilung des Kathodolumineszenz-Emissionsmaximums bei  $T = 4,2\text{ K}$  einer  $\text{In}_{0,18}\text{Ga}_{0,82}\text{N}/\text{GaN}$ -LED auf  $\text{Si}(001)$ -Substrat (rechts) und das zugehörige Histogramm mit angepasster gaußförmiger Verteilung bei einer lateralen Auflösung von  $256 \times 200$  Punkten (links) [53].

des  $\text{In}_{0,18}\text{Ga}_{0,82}\text{N}/\text{GaN}$ -MQW erzeugt und ist daher diesem zuzuordnen [53]. Die dabei etwas größere detektierte mittlere Emissionswellenlänge des MQW von etwa 458 nm, trotz der Abkühlung auf  $T = 4,2\text{ K}$  und der dadurch zu erwartenden leichten Blauverschiebung, ist mit der ca. 10 mm von der Mitte entfernten Position des entnommenen Probenstückes aus dem Wafer zu begründen.

Ein möglicher Einfluss der GaN-Korngrenzen in der Pufferschicht auf die MQW-Lumineszenz wurde mit Hilfe lateral ortsaufgelöster Kathodolumineszenz an der Probenoberfläche der LED untersucht. Durch die geeignete Wahl einer  $9 \times 14\ \mu\text{m}^2$  großen Teilfläche sollte dabei mindestens eine Korngrenze zwischen den etwa  $0,5\text{--}3\ \mu\text{m}$  breiten GaN-Kolumnen sicher erfasst werden. In der

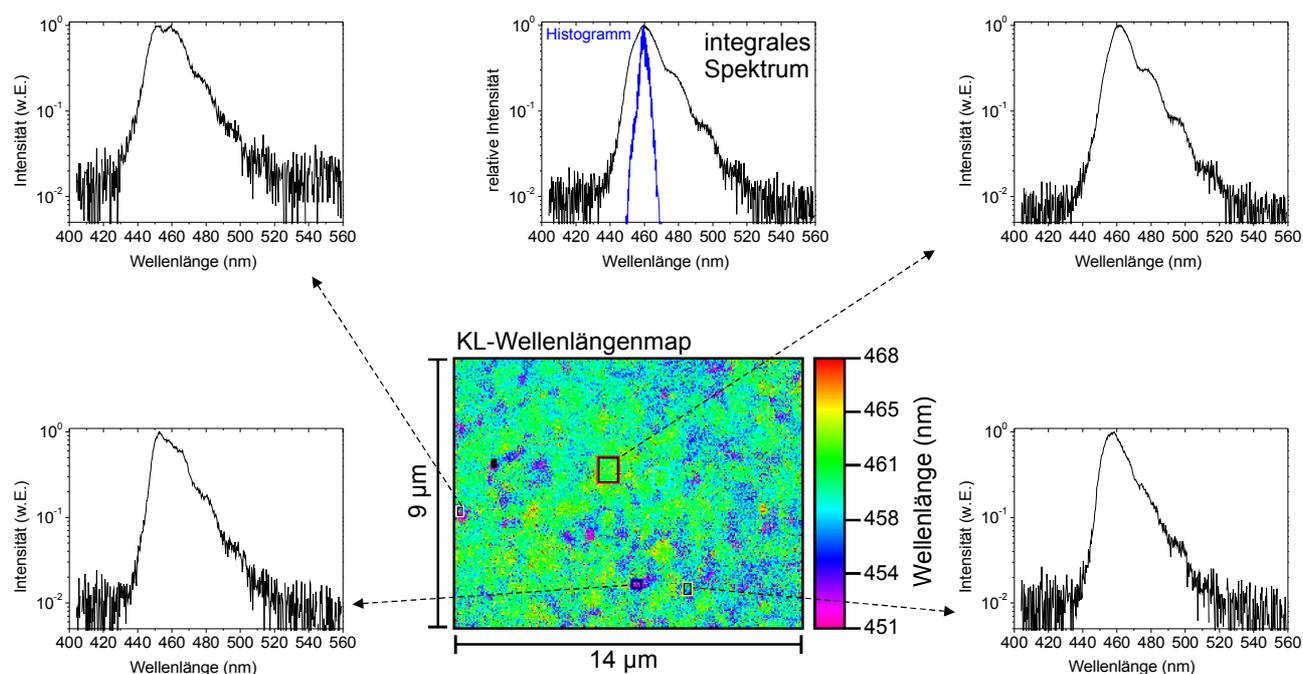


Abbildung 3.166: Integrales Kathodolumineszenz-Spektrum bei  $T = 4,2\text{ K}$  einer  $9 \times 14\ \mu\text{m}^2$  großen Fläche einer  $\text{In}_{0,18}\text{Ga}_{0,82}\text{N}/\text{GaN}$ -LED auf  $\text{Si}(001)$ -Substrat (oben Mitte) und lokale Einzelspektren aus Teilgebieten mit unterschiedlicher Peakwellenlänge.

entsprechenden orts aufgelösten Wellenlängenverteilung des KL-Emissionsmaximums in Abbildung 3.165 ist eine korrelierte laterale Strukturierung nicht zweifelsfrei nachzuweisen. Die über mehr als zwei Größenordnungen fast gaußförmige Verteilungsfunktion im zugehörigen Histogramm bestätigt vielmehr den rein statistischen Charakter der auftretenden Fluktuationen, die daher vermutlich auf lokale Schwankungen der In-Konzentration oder der Quantumwellldicke zurückzuführen sind [53]. Die höhere Anzahl der Korngrenzen auf Si(001) im Vergleich zu Si(111) wirkt sich somit nicht nachteilig auf die spektrale Verteilung der Peaklumineszenz der LED aus. Die lokale Wellenlängenschwankung von  $\sigma \sim 15$  meV entspricht zudem den typischen Werten vergleichbarer  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Schichtsysteme auf Saphir oder Si(111)-Substraten bei gleicher Skalierung [100]. Die lokalen Einzelspektren von Gebieten mit unterschiedlicher Peakwellenlänge zeigen darüber hinaus, insbesondere an der niederenergetischen Flanke, auf der eine Störstellenlumineszenz zu erwarten wäre, keinen signifikanten Unterschied zum Abfallverhalten des integralen Spektrums (Abbildung 3.166), wodurch die Annahme einer rein statistischen Wellenlängenverteilung bestärkt wird.

Für eine elektrische Charakterisierung der LED-Strukturen wurden mit Hilfe von Elektronenstrahlverdampfung Nickel-Gold-Kontakte auf die Probenoberfläche prozessiert und anschließend ausgeheizt, wodurch diese in den oberen Bereich der p-GaN-Schicht eindiffundieren und optisch transparent werden [193, 194]. Der Durchmesser dieser kreisförmigen ebenen p-Kontakte beträgt etwa  $288 \mu\text{m}$ . Die LEDs wurden mittels metallischen Nadelproben elektrisch stimuliert, wobei als n-Kontakt direkt das leitfähige Si-Substrat verwendet wurde. Ab einer angelegten Kontaktspannung von etwa +5 V zeigen die LED-Strukturen eine mit bloßem Auge wahrnehmbare blaue Elektrolumineszenz an den kontaktierten Bereichen, die insbesondere bei geringen Anregungsströmen von ca.  $I = 0,5$  mA starke laterale Schwankungen in der Intensität aufweist und allgemein an den Kontakt-rändern verstärkt ist (Abbildung 3.167). Eine Fotografie bei Tageslicht einer leuchtenden  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -LED-Struktur auf Si(001)-Substrat bei einem Strom von  $I = 4,0$  mA ist in Abbildung 3.168

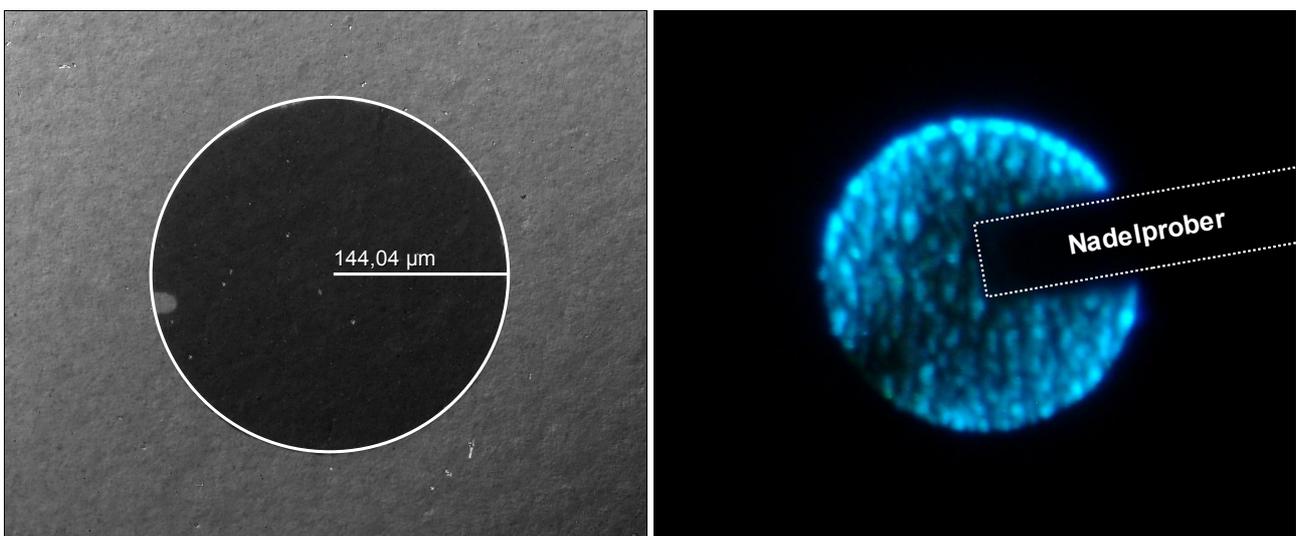


Abbildung 3.167: Nomarski-Aufnahme eines prozessierten NiAu-p-Kontakts einer  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -LED auf Si(001)-Substrat (links) und eine Fotografie eines identischen Kontakts dieser LED bei elektrischer Anregung (rechts).

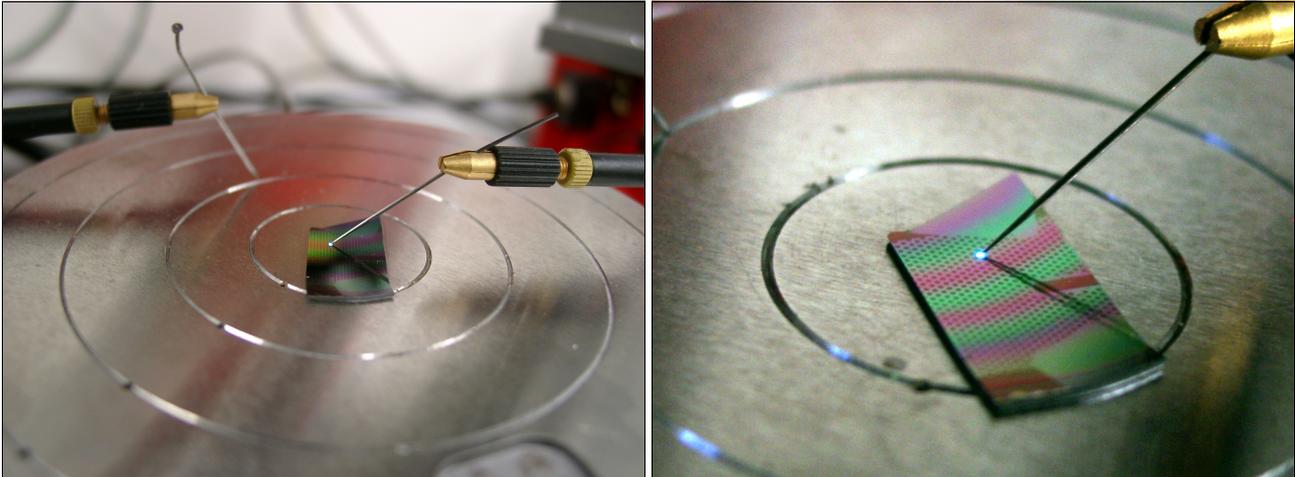


Abbildung 3.168: Fotografie der LED-Struktur auf Si(001) während der elektrischen Stimulation mit einem Nadelprobe. Die blaue Lichtemission unterhalb des NiAu-Kontakts bei einer Anregungsstromstärke von  $I = 4 \text{ mA}$  ist deutlich sichtbar [52].

dargestellt [52].

Das Elektrolumineszenzspektrum der LED ist im Vergleich zum optisch angeregten PL-Spektrum etwas verbreitert und um etwa 20 nm zu größeren Wellenlängen verschoben (Abbildung 3.169). Die genaue Ursache dieser Veränderung der energetischen Lage der Emission ist noch nicht vollständig verstanden und wird derzeit noch eingehender untersucht. Der Effekt korrespondiert aber mit Vergleichsmessungen von LED-Proben auf Si(111) oder SOI-Substraten, die eine ähnlich große Verschiebung der Peaklage aufweisen [195]. Ab einem Anregungsstrom von über 4 mA, was einer homogenen Anregungsdichte von ca.  $6 \text{ A/cm}^2$  unter den Kontakten entspricht, ist keine weitere Steigerung der Lumineszenzintensität mit steigender Spannung mehr zu erreichen und die Kontakte werden zerstört. Dieser relativ geringe maximale Stromfluss ist mit dem großen Serienwiderstand dieser ersten Proben zu begründen, der etwa  $3700 \Omega$  beträgt und zu einer starken lokalen Aufheizung in der Schichtstruktur führt. Eine optimierte Dotierung der Proben mit einer

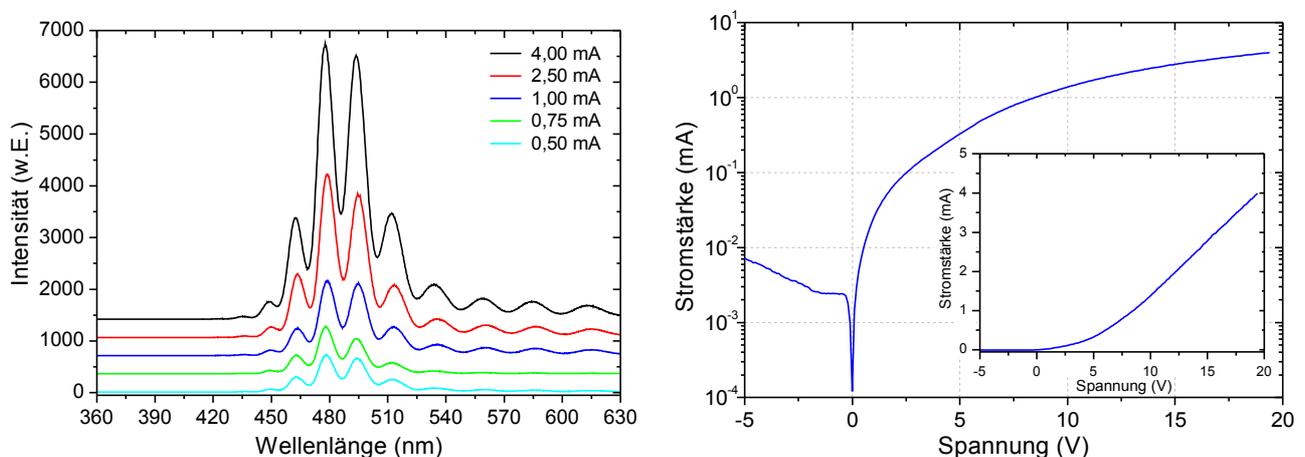


Abbildung 3.169: Elektrolumineszenzspektren eine LED auf Si(001) bei verschiedenen Anregungsströmen (links) und die zugehörige Strom-Spannung-Kennlinien, gemessen zwischen einem NiAu-Kontakt ( $d = 288 \mu\text{m}$ ) und der Substratrückseite (rechts).

höheren Leitfähigkeit des Schichtsystems ermöglicht jedoch eine Steigerung der Leistungsparameter der LEDs, wie an den Beispielen im nächsten Kapitel gezeigt wird.

Die prinzipielle und erfolgreiche Realisierbarkeit von  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -basierten LED-Bauelementen auf Si(001)-Substraten ist mit diesen erstmals publizierten Proben und den gezeigten zugehörigen Spezifikationen aber vollständig nachgewiesen worden [52, 53, 196].

#### 3.4.4. Wachstum auf 150 mm Si(001)-Substraten

Eine Hauptmotivation der Untersuchungen zum GaN-Wachstum auf Si(001)-Substraten ist die angestrebte Integration von GaN-basierter Elektronik und Optoelektronik in die bestehende Standard-Silizium-CMOS\*-Technologie. Für eine einfachere Eingliederung der hergestellten GaN-Bauelementstrukturen auf Si(001) in die weiteren Prozessierungsschritte und Abläufe der industriellen Fertigung, ist dazu eine Vergrößerung der Substratdurchmesser auf die verwendeten Standardmaße dieser Si-Technologie anzustreben. In Zusammenarbeit mit dem industriellen Partner AZZURRO Semiconductors AG wurden deshalb erste GaN-basierte LED-Strukturen auf großflächigen Si(001)-Substraten mit einem Durchmesser von 150 mm abgeschlossen. Eine Hauptschwierigkeit beim Wachstum auf diesen Substraten, mit einer im Vergleich zu 2-Zoll-Substraten 9-mal größeren Oberfläche, besteht insbesondere in der lateralen Probenhomogenität und der finalen Waferkrümmung.

Wegen der erforderlichen Umstellung auf einen TSS 6×2-Zoll Closed-Coupled-Showerhead-Reaktor war eine erneute Prozessoptimierung notwendig. Dazu wurden anfänglich 2-Zoll-Si(001)-Substrate verwendet. Im Vergleich mit den Proben, die zeitgleich in einer AIX 200/4 RF-S Anlage als Referenz gewachsen wurden, trat dabei ein reproduzierbarer Wechsel der präferierten azimutalen Ausrichtung der GaN-Kolumnen zu  $\text{GaN}[11\bar{2}0]||\text{Si}[110]$  auf, trotz nominell identischer Wachstumsparameter und der Verwendung identischer und 500  $\mu\text{m}$  dicker Substrate derselben Charge. Damit ist der kritische Einfluss der Reaktorparameter auf den Selektionsprozess der bevorzugten GaN-Texturkomponenten zweifelsfrei bewiesen. Bei der Verwendung von 1,5 mm dicken Substraten mit 150 mm Durchmesser und bei ebenfalls unveränderten Wachstumsparametern ist hingegen die  $\text{GaN}[10\bar{1}0]||\text{Si}[110]$ -Orientierung auf dem gesamten Wafer gewachsen, was somit den Einfluss des Substratparameter voll bestätigt (vergleiche Kapitel 3.3.3).

Nach der Anpassung und der Optimierung der Prozessparameter auf den anderen Reaktortyp mit Hilfe einfacher Teststrukturen, wurde eine komplette  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -basierte LED-Struktur auf einem 150 mm Si(001)-Substrat gewachsen. In Abbildung 3.170 ist eine Fotografie dieser Bauelementstruktur dargestellt. Die größere Substratdicke von 1,5 mm ermöglicht wegen der geringeren resultierenden Verformung während des Wachstums eine stärkere Vorspannung des Schichtsystems

\* englisch: Complementary Metal Oxide Semiconductor

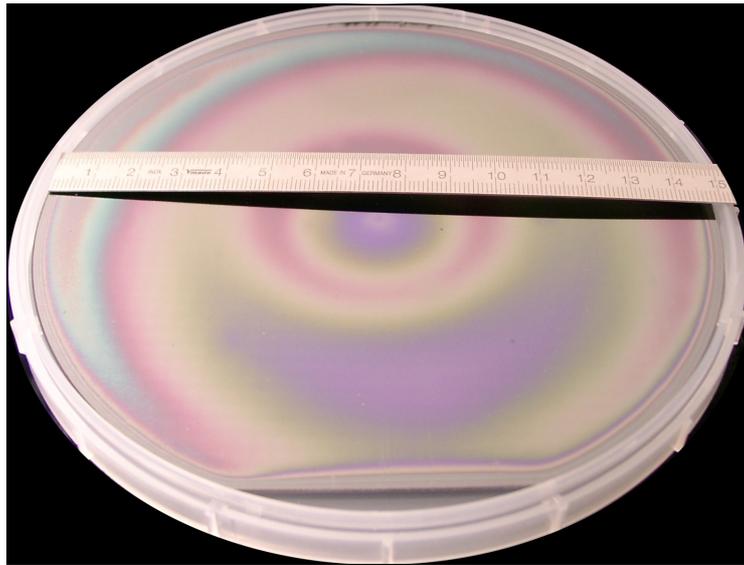


Abbildung 3.170: Fotografie einer  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -basierten LED-Struktur auf einem 150 mm großen Si(001)-Substrat [197].

mittels 5 LT-AlN-Zwischenschichten und dadurch eine Erhöhung der Pufferschichtdicke auf insgesamt 2,8  $\mu\text{m}$ . Da keine in-situ Krümmungsmessung zur Verfügung stand, wurde die finale Waferkrümmung mittels Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans der Si(004)-Reflexionen von zwei verschiedenen Probenpositionen bestimmt. Aus der Winkelverschiebung der Intensitätsmaxima von  $\Delta\omega = 0,17^\circ$  und dem gewählten lateralen Abstand der Messpunkte von  $\Delta x = 60$  mm ergibt sich unter Annahme einer sphärischen Krümmung ein Wert von  $K = 0,049$   $\text{m}^{-1}$  (Abbildung 3.171). Die Probenoberfläche der LED auf 150 mm Si(001) ist nach dem Abkühlen nahezu rissfrei, lediglich ein schmaler Randbereich von etwa 5 mm Breite weist einige thermisch bedingte Risse auf.

Die Schichtparameter des Puffers sowie des emittierenden ( $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ )-Multiquantumwell

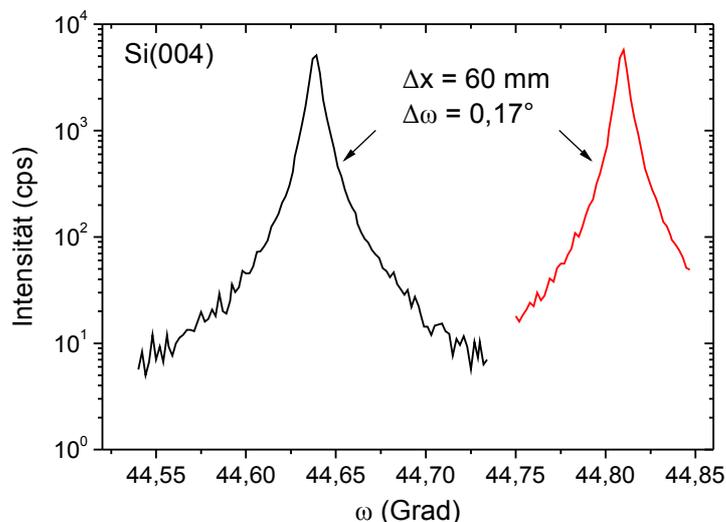


Abbildung 3.171: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans an der Si(004)-Reflexion des Substrates an zwei um 60 mm voneinander entfernten Positionen einer LED-Struktur auf 150 mm Si(001) zur Bestimmung der Probenkrümmung.

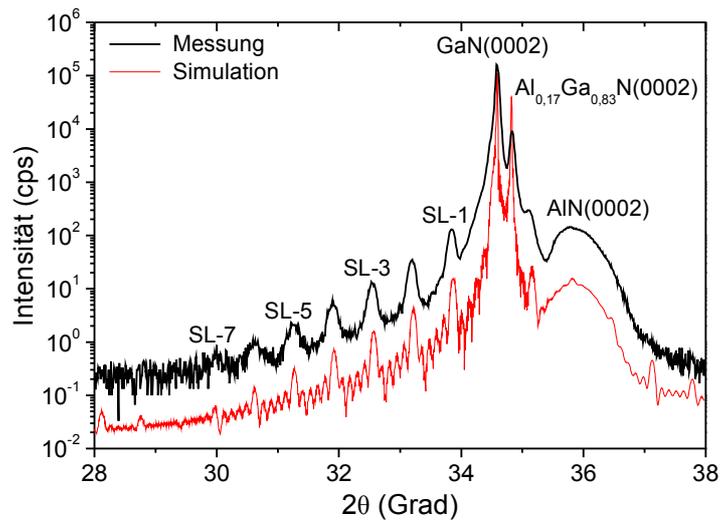


Abbildung 3.172: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scan der GaN(0002)-Reflexion einer 5-fach ( $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ )-LED-Struktur auf einem 150 mm Si(001)-Substrat (schwarz) und die zugehörige Simulation zur Bestimmung der Schichtparameter (rot) [197].

wurden mittels eines Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scan analysiert. Die bis zur 7. Ordnung aufzulösenden Übergitterreflexionen in Abbildung 3.172 indizieren die gute erreichte Schichtqualität im MQW, und aus der zugehörigen angepassten Simulation des Beugungsbildes können eine Welldicke von ca.  $2,2 \text{ nm} \pm 0,3 \text{ nm}$  und eine In-Konzentration von  $x \sim 0,20 \text{ nm} \pm 0,03 \text{ nm}$  abgeschätzt werden.

Die Ausbildung atomarer Höhenstufen an der p-GaN-Deckschicht belegt die glatte Oberflächenmorphologie und das 2-dimensionale Schichtwachstum (Abbildung 3.173), und die durch AFM-Messungen bestimmte Oberflächenrauigkeit beträgt  $\sigma_{\text{RMS}} = 0,44 \text{ nm}$  auf einer untersuchten Teilfläche von  $3 \times 3 \mu\text{m}^2$  Größe.

Um die Homogenität der optischen Eigenschaften über die gesamte Waferfläche der LED auf

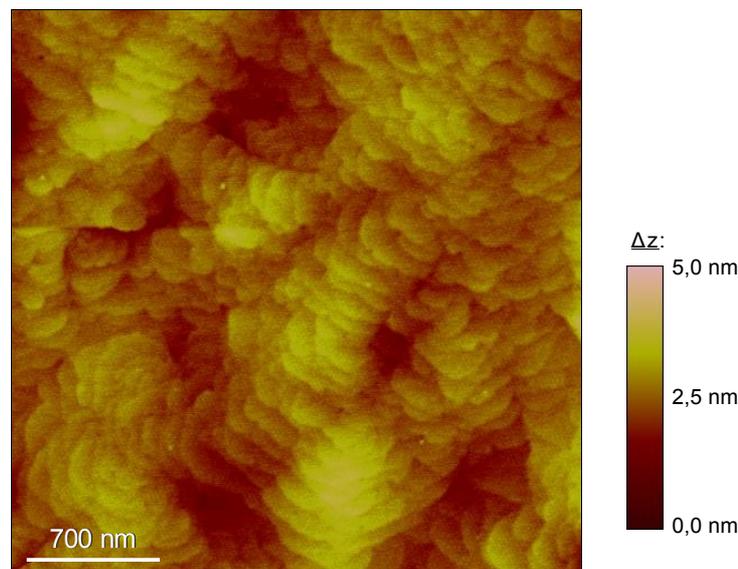


Abbildung 3.173: AFM-Aufnahme der GaN-Oberfläche eines LED-Bauelements auf einem 150 mm Si(001)-Substrat [197].

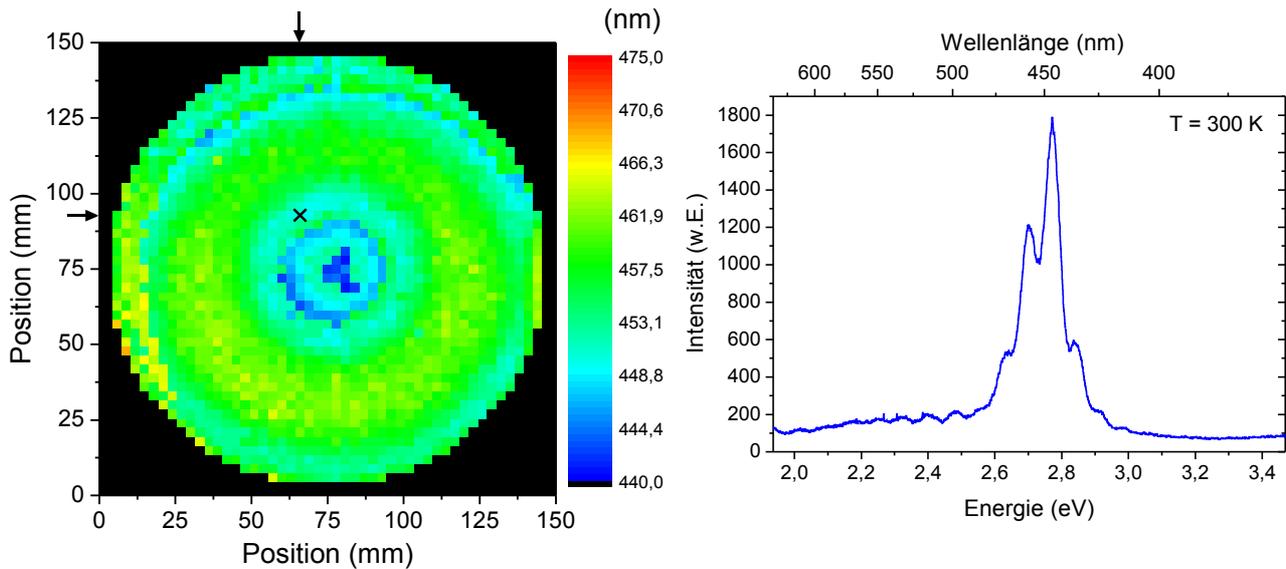


Abbildung 3.174: Über die gesamte Waferfläche lateral ortsaufgelöste Verteilung der Peakwellenlänge des Photolumineszenzspektrums einer  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -basierten LED auf einem 150 mm Si(001)-Substrat bei Raumtemperatur. Die Schrittweite und die Breite des Randbereiches betragen 3 mm (links). Sowie ein entnommenes lokales Einzelspektrum von der markierten ca. 2 cm vom Waferzentrum entfernten Probenposition (rechts) [197].

einem 150 mm Si(001)-Substrat zu untersuchen, wurden ortsaufgelöste Photolumineszenzmessungen der Probenoberfläche bei Raumtemperatur angefertigt (Abbildung 3.174). Die über die Waferfläche von  $651 \text{ cm}^2$  gemittelte emittierte Wellenlänge beträgt demnach ca. 456 nm mit einer Standardabweichung von nur 0,94% (4,3 nm). Diese Werte entsprechen in etwa den Wellenlängenschwankungen vergleichbarer LEDs auf 150 mm Si(111), die in dem selben MOVPE-Reaktor gewachsen wurden ( $\sigma = 3,7 \text{ nm}$ ) [198]. Die auftretenden relativ scharfen, radialen Schwankungen der Peakwellenlänge sind durch einen diskreten Wechsel zwischen den am stärksten angeregten Moden der überlagerten Fabry-Pérot-Oszillationen zu begründen, welche in dem lokalen Einzel-

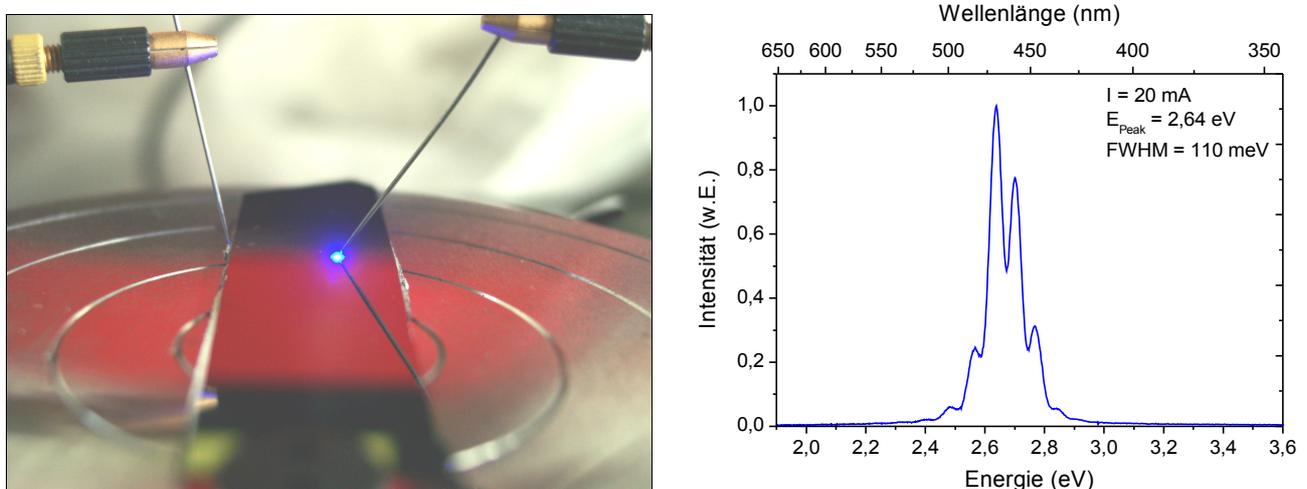


Abbildung 3.175: Fotografie einer LED-Struktur auf Si(001)-Substrat während der elektrischen Stimulation mit einem Nadelprobe (links) und das zugehörige Elektrolumineszenzspektrum bei einer Anregungsstromstärke von  $I = 20 \text{ mA}$  (rechts) [197].

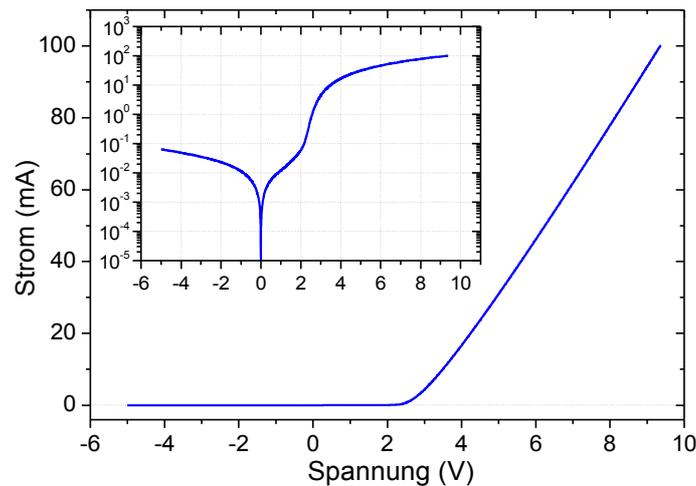


Abbildung 3.176: Strom-Spannungs-Kennlinien eines LED-Bauelementes auf Si(001)-Substrat [197].

spektrum von einer ca. 2 cm vom Waferzentrum entfernten Probenposition deutlich sichtbar sind. Die spektral integrierte Intensität des Emissionspeaks variiert dabei über die Waferfläche um etwa 7,1% (Abbildung 6.22).

Zur Analyse der elektrisch stimulierten Lumineszenzeigenschaften der LED auf 150 mm Si(001) wurden auf die Probenoberfläche die gleichen transparenten Nickel-Gold-Kontakte prozessiert, die bereits im vorherigen Kapitel zu den 2-Zoll-Wafern beschrieben wurden. Eine Fotografie der mittels eines Nadelprobers elektrisch angeregten LED-Struktur ist in Abbildung 3.175 gezeigt, sowie das zugehörige EL-Spektrum bei einem Anregungsstrom von  $I = 20$  mA. Die Emissionswellenlänge von 470 nm ist im Vergleich zum Photolumineszenzspektrum dabei wieder um etwa 10 nm in den niederenergetischen Bereich verschoben, und die erreichte Peakhalbwertsbreite beträgt etwa 110 meV. Aufgrund einer verbesserten n-Dotierung im GaN-Puffer mit einem Konzentrationsgradienten der Siliziumatome von ca.  $9 \cdot 10^{17} \text{ cm}^{-3}$  in den unteren Schichten bis zu ca.  $4 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  am

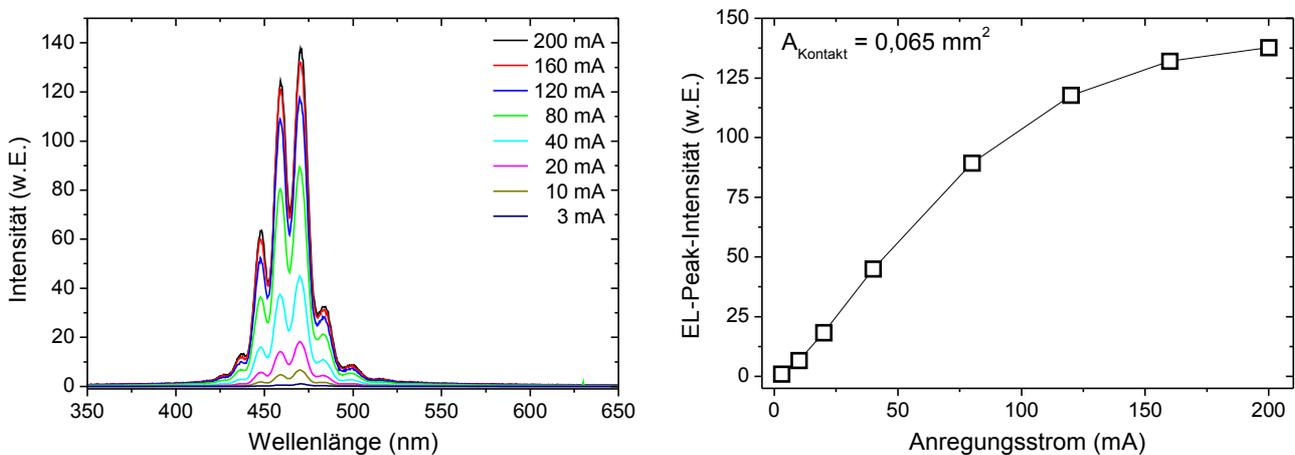


Abbildung 3.177: Elektrolumineszenzspektren einer GaN-basierten LED auf Si(001) mit steigender Anregungsstromstärke (links) und die entsprechende Entwicklung der Peakintensität in Abhängigkeit der Stromstärke (rechts) [197].

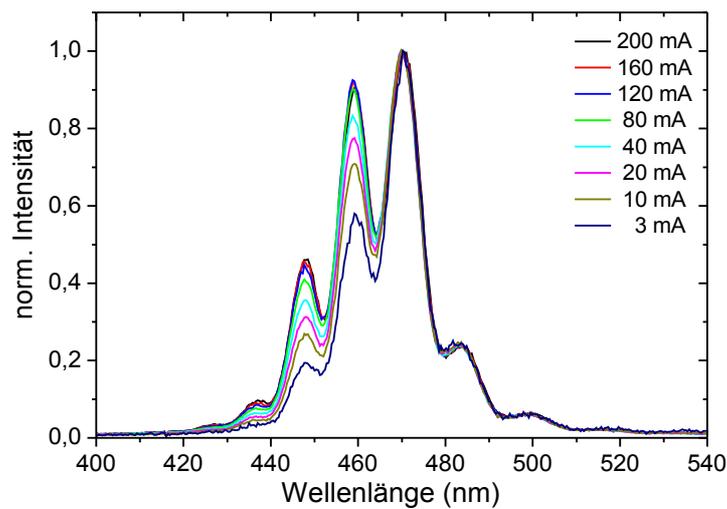


Abbildung 3.178: Vergleich der normierten Elektrolumineszenzspektren einer GaN-basierten LED auf Si(001) mit steigender Anregungsstromstärke.

MQW, konnte im Vergleich zu den ersten LEDs auf 2-Zoll Si(001) eine deutlich bessere Strom-Spannung-Charakteristik bei den Bauelementen auf 150 mm Si(001)-Substraten erzielt werden (Abbildung 3.176). Der Serienwiderstand beträgt bei direkter Nutzung des leitfähigen Si-Substrates als Rückseitenkontakt etwa  $65 \Omega$ , wobei für die Einsatzspannung ein Wert von ungefähr +2,8 V ermittelt wird. Darüber hinaus kann bis zu einem Anregungsstrom von 200 mA, was einer homogenen Anregungsdichte von  $300 \text{ A/cm}^2$  unter den Kontakten entspricht, eine kontinuierliche Zunahme einer zeitlich stabilen Lumineszenzintensität mit steigender Stromstärke erreicht werden (Abbildung 3.177).

Aufgrund der Fabry-Pérot-Resonanz in der Schichtstruktur über dem Si-Substrat, ist die Peakwellenlänge in der EL nahezu unabhängig von der Anregungsstromstärke und wird konstant bei 470 nm emittiert. Im direkten Vergleich der normierten EL-Spektren in Abhängigkeit der Stromstärke ist jedoch eine relative Intensitätszunahme an der höherenergetischen Flanke bezüglich des Peakmaximums festzustellen, während an der langwelligen Seite keine signifikante Beeinflussung nachzuweisen ist (Abbildung 3.178). Dieser Effekt ist somit primär mit der Anregung höherer Energiezustände im MQW mit größerer Stromdichte zu erklären. Eine eventuelle globale Rotverschiebung infolge der Aufheizung der LED bei höheren Strömen und der resultierenden, thermisch bedingten Abnahme des Bandabstandes wird demnach nicht beobachtet.

Die gezeigten Probenparameter belegen somit die erfolgreiche Umsetzung einer GaN-basierten LED auf einem 150 mm Si(001)-Substrat, sowie die mögliche Skalierbarkeit des Herstellungsprozesses auf großflächige Substrate.

## 4. Zusammenfassung

Das Thema dieser Arbeit war die Untersuchung des Wachstumsverhaltens von GaN-basierten Schichtsystemen auf Siliziumsubstraten, die eine Si(001)-Oberflächenorientierung aufweisen. Das Ziel bestand primär darin, mit Hilfe der metallorganischen Gasphasenepitaxie, erstmals hochqualitative und möglichst einkristalline Schichtsysteme aus III-N-Halbleitern auf dieser speziellen Substratorientierung abzuscheiden. Die erfolgreiche Umsetzung in erste funktionierende Bauelemente auf Si(001) war dabei anzustreben. Ergänzend sollte ein Krümmungssensor-Prototyp am verwendeten MOVPE-Reaktor derart optimiert werden, dass eine routinemäßige in-situ Krümmungs- und Reflexionsmessung während der Wachstumsdurchgänge ermöglicht wird. Eine optionale Erweiterung des in-situ Messsystems mit einer pyrometrischen Oberflächentemperaturmessung war zu gewährleisten.

Durch die erfolgreiche Kombination von simultaner Krümmungs-, Reflexions- und Temperaturmessung konnte erstmals der Einfluss der Substratbiegung auf die resultierende Oberflächentemperatur der Probe während des Abscheideprozesses direkt nachgewiesen werden. Eine konvexe Probenbiegung verursacht demnach in der Probenmitte einen geringeren vertikalen Wärmeübertrag vom Suszeptor auf das Substrat und es kommt dort mit zunehmender Krümmung zu einer kontinuierlichen Abnahme der Oberflächentemperatur. An einer Probe auf 2-Zoll-Si-Substrat mit einer Dicke von 250  $\mu\text{m}$  konnte bei einer konvexen Krümmung von  $K = -0,5 \text{ m}^{-1}$  eine Reduzierung der Oberflächentemperatur von 45 K im Waferzentrum festgestellt werden. Eine konkav gekrümmte Probe zeigt hingegen eine bessere thermische Kontaktqualität in der stärker aufliegenden Probenmitte. Eine resultierende Temperaturerhöhung von bis zu 7 K konnte bei einer Krümmung von  $K = 0,15 \text{ m}^{-1}$  belegt werden. Durch die Optimierung der Auswerterroutine und des Messaufbaus der in-situ Krümmungsmessung konnte eine Standardauflösung von etwa  $\Delta K = 0,02 \text{ m}^{-1}$  bei einer Abtastrate von etwa 20 Messungen pro Sekunde erreicht werden. Das Messsystem wird mit diesen Spezifikationen nun routinemäßig bei der universitären Forschungsarbeit verwendet.

Die Übernahme der standardisierten MOVPE-Wachstumsparameter des GaN-Wachstums auf Si(111), insbesondere der etablierten Tieftemperatur-AlN-Keimschicht, resultiert in einer nahezu pulverartigen Verteilung der Orientierungen der GaN-Kristallite auf den Si(001)-Substraten. Eine rein statistische Streuung liegt jedoch nicht vor, da trotz der polykristallinen Schichtstruktur diejenigen kristallographischen Ausrichtungen des GaN, bei denen die c-Achse parallel zu der Si(001)-Substratoberfläche orientiert ist, im Allgemeinen nicht nachgewiesen werden können. Im speziellen sind somit auch keine m-plane und keine a-plane orientierten Kristalle auf Si(001) bei den über-

nommenen Wachstumsparametern zu beobachten. Stattdessen ergibt sich eine bevorzugte Ausrichtung der GaN-Kristallite, bei der die GaN[10 $\bar{1}$ 2]-Richtung senkrecht zur Si(001)-Substratoberfläche orientiert ist. Durch eine Reduzierung der Dicke der Tieftemperatur-AlN-Keimschicht auf unter 40 nm sowie der Verwendung von mehreren Tieftemperatur-AlN-Zwischenschichten (630°C) in der Pufferstruktur kann der c-achsenorientierte Anteil der Kristallite in den GaN-Schichten auf Si(001) gänzlich eliminiert werden und der GaN[10 $\bar{1}$ 2]-orientierte Anteil wird dominant. In der Kristallitorientierung dieser GaN-Schichten auf Si(001) tritt eine vierzählige azimutale Symmetrie auf, bei der die GaN[10 $\bar{1}$ 1]-Richtung jeweils parallel zu einer der vier äquivalenten Si<110>-Richtungen ausgerichtet ist. Dieses Wachstumsverhalten kann mit der Ausbildung eines annähernden Koinzidenzgitters zwischen der Si(001)-Oberfläche und den epitaktisch gewachsenen AlN/GaN-Schichten erklärt werden. Der Unterschied zwischen dem lateralen Abstand der Dimerreihen auf der Substratoberfläche und der Länge der GaN[10 $\bar{1}$ 2]-Schnittfläche mit der hexagonalen Einheitszelle beträgt dabei ca. 1,3%. Durch eine 4° Fehlorientierung der Substrate in Si[110]-Richtung kann genau eine der vier auftretenden GaN[10 $\bar{1}$ 2]-orientierten Texturkomponenten präferiert werden. Der erreichte Selektionsgrad beträgt dabei 60% zugunsten derjenigen Komponente, bei der die c-Achsenprojektion der GaN-Kristallite auf der Substratoberfläche senkrecht in Richtung der abfallenden Oberflächenstufen verläuft (GaN[10 $\bar{1}$ 1]||Si[110]). Eine vollständig koaleszierte und einkristalline GaN-Schicht auf Si(001) mit dieser kristallinen Ausrichtung konnte jedoch noch nicht realisiert werden.

Eine Veränderung der initialen Depositionstemperatur der ersten Atomlagen der AlN-Keimschicht auf Si(001) erlaubt eine sehr sensible Beeinflussung der Kristallitorientierung des GaN. Mit steigender Temperatur nimmt der Anteil der pulverartig verteilten Orientierungen sowie der Anteil der GaN[10 $\bar{1}$ 2]-orientierten Kristallite stetig ab, wohingegen der c-achsenorientierte Anteil kontinuierlich zunimmt. Oberhalb einer Depositionstemperatur des AlN von etwa 1100°C ist dann ausschließlich die GaN[0001]-Orientierung in den Schichtsystemen festzustellen. Trotz der kubischen Kristallstruktur des Si-Substrates und der nominell vierzähligen epitaktischen Symmetrievorgabe der Si(001)-Fläche sind in den GaN-Schichten keine Einschlüsse von c-GaN in Zinkblende-Struktur nachzuweisen. Die c-achsenorientierten GaN-Kristallite auf Si(001) weisen zwei um 90° zueinander verdrehte azimutale Ausrichtungen mit GaN[11 $\bar{2}$ 0]||Si[110] bzw. GaN[10 $\bar{1}$ 0]||Si[110] auf, welche beide zu gleichen Volumenanteilen in der gewachsenen Schicht auftreten. Dieses Verhalten lässt sich mit der epitaktischen Vorgabe der Si(001)-Fläche der Substrate erklären, die zwei gegensätzliche, um 90° zueinander verdrehte Oberflächenkonstruktionen aufweist. Die beiden resultierenden auftretenden azimutalen Texturkomponenten des GaN führen zur Ausbildung von Korngrenzen zwischen einkristallinen Teilbereichen, die ein vollständiges Koaleszieren der GaN-Schicht auf Si(001) verhindern. Durch einen Fehlschnitt der Substrate in Si[110]-Richtung kann eine azimutale Texturkomponente in den GaN-Schichten bevorzugt werden. Der stärkste Selektionsgrad tritt dabei ab einem Winkel der Fehlorientierung von etwa 4° auf, welcher mit dem theoretischen Wert des Auftretens von atomaren Doppelstufen auf der Si(001)-Fläche korrespondiert. Eine weitere Steigerung der Fehlorientierung bewirkt keine signifikante Verbesserung der GaN-Schichtqualität. Durch eine abrupte Vergrößerung der Kristallitdurchmesser an den Grenzflächen

einer Pufferstruktur kann eine weitere Zunahme des Selektionsgrades erzielt werden. Während in der AlN-Keimschicht keine Präferenz einer azimutalen Texturkomponente quantifiziert werden kann, beträgt das erreichte Verhältnis der Volumenanteile in der nachfolgend gewachsenen  $\text{Al}_{0,12}\text{Ga}_{0,88}\text{N}$ -Pufferschicht etwa 5:1 und in der GaN-Deckschicht etwa 1000:1. Durch ein begrenztes und definiertes Angebot von Ga-Atomen bereits während der Metallisierung der Si-Oberfläche und der Keimschichtdeposition kann eine deutlich bessere Homogenität der Proben über die Substratfläche realisiert werden. Zudem wird eine Abnahme der Oberflächenrauigkeit und eine Erhöhung des Selektionsgrades erreicht. Nach der Optimierung der AlN-Keimschicht durch einen zusätzlichen TMGa-Fluss von 2 ml/min ist den oberen Bereichen der GaN-Deckschicht keine oppositionelle azimutale Texturkomponente des GaN mehr nachzuweisen. Die besten Proben auf Si(001)-Substrat besitzen eine Verkippung von  $\text{FWHM} = 0,27^\circ$  und eine Verdrehung von  $\text{FWHM} = 0,8^\circ$  der GaN-Kolumnen. Die erzielte Schichtqualität ist somit noch etwas schlechter als bei vergleichbaren Standard-GaN-Schichten auf Si(111)-Substraten mit Werten von ca.  $0,1^\circ$  bzw.  $0,4^\circ$ . Die c-achsenorientierten GaN-Schichtsysteme auf Si(001) weisen eine Ga-Terminierung der Oberfläche auf.

Mit Hilfe der Integration von 4 bzw. 5 Tieftemperatur-AlN-Zwischenschichten in der GaN-Pufferstruktur gelingt eine kompressive Vorspannung der Proben während des Wachstums, welche die beim Abkühlen entstehende tensile Verspannung des Schichtsystems vollständig kompensiert. Dadurch können komplett rissfreie, ca.  $2,5 \mu\text{m}$  dicke und einkristalline GaN-Templates auf Si(001) ermöglicht werden. Auf Basis dieser Grundstruktur konnte durch die Erweiterung des Probenaufbaus mit einem InGaN/GaN-MQW-System erstmals eine GaN-basierte LED-Struktur auf Si(001)-Substrat hergestellt werden; die erhaltene Emissionswellenlänge beträgt ca. 455 nm. Des Weiteren wurde die Realisierbarkeit von GaN-basierten FET-Strukturen auf Si(001) anhand vollständig prozessierter und funktionierender Bauelemente erfolgreich nachgewiesen. Darüber hinaus wurde der Wachstumsprozess und die prinzipielle Schichtstruktur auf großflächige 150 mm Si(001)-Substrate adaptiert, und eine entsprechend hergestellte LED-Struktur belegt die mögliche Skalierbarkeit des Wachstumsansatzes für eine industrielle Fertigung.

In den fortführenden Arbeiten zu der Thematik des GaN-Wachstums auf Si(001) ist eine weitere Optimierung der Wachstumsparameter obligatorisch, um so die kristalline Qualität und die Leistungsparameter der GaN-basierten Bauelemente auf Si(001) zu steigern. Eine anschließende erfolgreiche Weiterprozessierung dieser Bauelementstrukturen in den industriellen Fertigungsstrecken der Standard-Si-Technologie würde dann die Integrationsmöglichkeit der GaN-basierten Elektronik und Optoelektronik in die Si-CMOS-Technologie abschließend nachweisen. Für ein besseres Verständnis des epitaktischen Wachstumsverhaltens während der initialen Metallisierung und der Keimschichtdeposition ist zudem eine detailliertere Untersuchung des Einflusses der Verspannungen auf die Oberflächenrekonstruktion der Si(001)-Fläche notwendig. Insbesondere die resultierende 3-dimensionale anisotrope Substratverformung und die resultierende inhomogene Verspannungsverteilung sind dabei auszuwerten, beispielsweise durch eine Finite-Elemente-Analyse.

Zusammenfassend konnten die primären Aufgabenstellungen dieser Arbeit jedoch erfolgreich umgesetzt werden.

## 5. Literatur

- [1] S. Chichibu, T. Azuhata, T. Sota, S. Nakamura, „*Excitonic emissions from hexagonal GaN epitaxial layers*“, J. Appl. Phys. **79**, 2784 (1996)
- [2] M. Levinshtein, S. Rumyantsev, M. Shur, „*Properties of Advanced Semiconductor Materials*“, Wiley-IEEE, New York, **2** (2001)
- [3] S.J. Pearton, J.C. Zolper, R.J. Shul, F. Ren, „*GaN: Processing, defects, and devices*“, J. Appl. Phys. **86**, 1 (1999)
- [4] T. Young, C. Chen, „*Assessment of GaN chips for culturing cerebellar granule neurons*“, Biomaterials **27**, 3361 (2006)
- [5] H.P. Maruska, J.J. Tietjen, „*The Preparation and Properties of Vapor-Deposited Single-Crystalline GaN*“, Appl. Phys. Lett. **15**, 327 (1969)
- [6] J.I. Pankove, E.A. Miller, J.E. Berkeyheiser, „*GaN blue light-emitting diodes*“ J. Lumin. **5** (1972)
- [7] T. Kawabata, T. Matsuda, S. Koike, „*GaN blue light emitting diodes prepared by metal-organic chemical vapor deposition*“, J. Appl. Phys. **56**, 2367 (1984)
- [8] H. Amano, N. Sawaki, I. Akasaki, „*Metalorganic vapor phase epitaxial growth of a high quality GaN film using an AlN buffer layer*“, Appl. Phys. Lett. **48**, 353 (1986)
- [9] H. Amano, M. Kito, K. Hiramatsu, I. Akasaki, „*P-Type Conduction in Mg-Doped GaN Treated with Low-Energy Beam Irradiation (LEEBI)*“, Jpn. J. Appl. Phys. **28**, L2112 (1989)
- [10] S. Nakamura, T. Mukai, M. Senoh, „*High-Power GaN P-N Junction Blue-Light-Emitting Diodes*“, Jpn. J. Appl. Phys. **30**, L1998 (1991)
- [11] M. Hermann, D. Gogova, D. Siche, M. Schmidbauer, B. Monemar, M. Stutzmann, M. Eickhoff, „*Nearly stress-free substrates for GaN homoepitaxy*“, J. Cryst. Growth **293**, 462 (2006)
- [12] [www.gartner.com](http://www.gartner.com)
- [13] H. Manasevit, F. Erdmann, W. Simpson, „*Use of metal organics in the preparation of semiconductor materials. IV. Nitrides of aluminum and gallium*“, J. Electrochem. Soc. **118**, 1864 (1971)
- [14] M. Morita, S. Isogai, N. Shimizu, K. Tsubouchi, N. Mikoshiba, „*Aluminum Nitride Epitaxial Grown on Silicon: Orientation Relationships*“, Jpn. J. Appl. Phys. **20**, L173 (1981)
- [15] A. Wanatabe, T. Takauchi, K. Hirose, H. Amano, K. Hiramatsu, I. Akasaki, „*The growth of single crystalline GaN on a Si substrate using AlN as an intermediate layer*“, J. Cryst. Growth **128**, 391 (1993)

- [16] H. Ishikawa, K. Yamamoto, T. Egawa, T. Soga, T. Jimbo, M. Umeno, „*Thermal stability of GaN on (111) Si substrate*“, J. Cryst. Growth **189/190**, 178 (1998)
- [17] S. Guha, N. Bojarczuk, „*GaN based light emitting diodes grown on Si(111) by molecular beam epitaxy*“, Electr. Lett. **33**, 1986 (1997)
- [18] A. Dadgar, M. Poschenrieder, I. Daumiller, M. Kunze, A. Strittmatter, T. Riemann, F. Bertram, J. Bläsing, F. Schulze, A. Reiher, A. Krtschil, O. Contreras, A. Kaluza, A. Modlich, M. Kamp, L. Reißmann, A. Diez, J. Christen, F.A. Ponce, D. Bimberg, E. Kohn, A. Krost, „*Gallium-nitride-based devices on silicon*“, phys. stat. sol. (c) **0**, 1940 (2003)
- [19] A. Tonkikh, G. Cirilin, V. Talalaev, N. Zakharov, P. Werner, „*Room temperature electroluminescence from multilayer GeSi heterostructures*“, phys. stat. sol. (a) **203**, 1390 (2006)
- [20] M. Craven, S. Lim, F. Wu, J. Speck, S. DenBaars, „*Structural characterization of nonpolar (11 $\bar{2}$ 0) a-plane GaN thin films grown on (1 $\bar{1}$ 02) r-plane sapphire*“, Appl. Phys. Lett. **81**, 469 (2002)
- [21] E. Butter, G. Fitzl, D. Hirsch, G. Leonhardt, W. Seifert, G. Preschel, „*The deposition of group III nitrides on silicon substrates*“, Thin Solid Films **59**, 25 (1979)
- [22] K. Ho, K. Jensen, J. Hwang, W. Gladfelter, J. Evans, „*MOVPE of AlN and GaN using novel precursors*“, J. Cryst. Growth **107**, 376 (1991)
- [23] T. Lei, M. Fanciulli, R. Molnar, T. Moustakas, R. Graham, J. Scalon, „*Epitaxial growth of zinc blende and wurtzitic gallium nitride thin films on (001) silicon*“, Appl. Phys. Lett. **59**, 944 (1991)
- [24] T. Lei, T. Moustakas, R. Graham, Y. He, S. Berkowitz, „*Epitaxial growth and characterization of zinc-blende gallium nitride on (001) silicon*“, J. Appl. Phys. **71**, 4933 (1992)
- [25] M. Yoo, T. Kim, K. Kim, K. Shim, J. Verdeyen, „*Epitaxial growth of GaN on Si(100)/sapphire(0001) using RF plasma-assisted ionized source beam epitaxy*“, Opt. Quantum Electron. **27**, 427 (1995)
- [26] T. Yodo, H. Tsuchiya, H. Ando, Y. Harada, „*Damage Due to Nitrogen Molecular Ions of GaN Heteroepitaxial Layers Grown on Si(001) Substrates by Molecular Beam Epitaxy Assisted by Electron Cyclotron Resonance*“, Jpn. J. Appl. Phys. **39**, 2523 (2000)
- [27] X. Zhang, Y. Hou, Z. Feng, J. Chen, „*Infrared reflectance of GaN films grown on Si(001) substrates*“, J. Appl. Phys. **89**, 6165 (2001)
- [28] J. Zhang, H. Cheng, Y. Chen, A. Uddin, S. Yuan, S. Geng, S. Zhang, „*Growth of AlN films on Si (100) and Si (111) substrates by reactive magnetron sputtering*“, Surf. Coat. Techn. **198**, 68 (2005)
- [29] C. Wang, J. Gong, W. Liao, W. Wang, T. Lin, C. Lin, „*On the characteristics of AlGaIn films grown on (111) and (001) Si substrates*“, Solid State Comm. **137**, 63 (2006)
- [30] J.-H. Boo, S.-B. Lee, Y.-S. Kim, J. T. Park, K.-S. Yu, Y. Kim, „*Growth of AlN and GaN Thin Films on Si(100) Using New Single Molecular Precursors by MOCVD Method*“, phys. stat. sol. (a) **176**, 711 (1999)
- [31] P. Kung, A. Saxler, X. Zhang, D. Walker, T. Wang, I. Ferguson, M. Razeghi, „*High quality AlN and GaN epilayers grown on (00.1) sapphire, (100), and (111) silicon substrates*“, Appl. Phys. Lett. **66**, 2958 (1995)

- [32] P. Willmott, F. Antoni, „*Growth of GaN(0001) thin films on Si(001) by pulsed reactive crossed-beam laser ablation using liquid Ga and N<sub>2</sub>*“, Appl. Phys. Lett. **73**, 1394 (1998)
- [33] L. Wang, X. Liu, Y. Zan, J. Wang, D. Wang, D. Lu, Z. Wang, „*Wurtzite GaN epitaxial growth on a Si(001) substrate using  $\gamma$ -Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> as an intermediate layer*“, Appl. Phys. Lett. **72**, 109 (1998)
- [34] D. Wang, Y. Hiroyama, M. Tamura, M. Ichikawa, „*Heteroepitaxial growth of cubic GaN on Si(001) coated with thin flat SiC by plasma-assisted molecular-beam epitaxy*“, Appl. Phys. Lett. **76**, 1683 (2000)
- [35] S. Nishimura, H. Hanamoto, K. Terashima, S. Matsumoto, „*Growth of GaN on Si(100) substrates using BP as a buffer layer – selective epitaxial growth*“, Mat. Sci. Eng. **B93**, 135 (2002)
- [36] S. Nishimura, S. Matsumoto, K. Terashima, „*GaN on Si substrates for LED and LD applications*“, phys. stat. sol. (c) **182**, 189 (2000)
- [37] B. Yang, A. Trampert, O. Brandt, B. Jenichen, K. H. Ploog, „*Structural properties of GaN layers on Si(001) grown by plasma-assisted molecular beam epitaxy*“, Appl. Phys. Lett. **83**, 3800 (1998)
- [38] X. Yin, G. Biao, Q. Fuwen, L. Xiaona, W. Sansheng, „*Investigation of GaN Growth Directly on Si(001) by ECR Plasma Enhanced MOCVD*“, Chin. J. Semicond. **23**, 1238 (2002)
- [39] J. Wan, R. Venugopal, M.R. Melloch, „*Growth of crack-free hexagonal GaN films on Si(100)*“, Appl. Phys. Lett., **79**, 1459 (2001)
- [40] Y. Honda, Y. Kawaguchi, Y. Ohtake, S. Tanaka, M. Yamaguchi, N. Sawaki, „*Selective area growth of GaN microstructures on patterned (111) and (001) Si substrates*“, J. Cryst. Growth **230**, 346 (2001)
- [41] Y. Honda, N. Kameshiro, M. Yamaguchi, N. Sawaki, „*Growth of (1-101) GaN on a 7-degree off-oriented (001) Si substrate by selective MOVPE*“, J. Cryst. Growth **242**, 82 (2002)
- [42] S. Tanaka, Y. Honda, N. Kameshiro, R. Iwasaki, N. Sawaki, T. Tanji, M. Ichihashi, „*Transmission electron microscopy study of an AlN nucleation layer for the growth of GaN on a 7-degree off-oriented (001) Si substrate by metalorganic vapor phase epitaxy*“, J. Cryst. Growth **260**, 360 (2004)
- [43] S. Lee, B. Pattada, S. Hersee, Y. Jiang, S. Brueck, „*Nanoscale Spatial Phase Modulation of GaN on a V-Grooved Si substrate – Cubic Phase GaN on Si(001) for Monolithic Integration*“, IEEE J. Quantum Electron. **41**, 596 (2005)
- [44] V. Lebedev, J. Jinschek, U. Kaiser, B. Schröter, W. Richter, J. Kräußlich, „*Epitaxial relationship in the AlN/Si(001) heterosystem*“, Appl. Phys. Lett. **76**, 2029 (2000)
- [45] V. Lebedev, J. Jinschek, J. Kräußlich, U. Kaiser, B. Schröter, W. Richter, „*Hexagonal AlN films grown on nominal and off-axis Si(001) substrates*“, J. Cryst. Growth **230**, 426 (2001)
- [46] C. Morioka, T. Yamaguchi, H. Naoi, T. Araki, A. Suzuki, Y. Nanishi, „*Characterization of Photovoltaic Cells Using n-InN/p-Si Grown by RF-MBE*“, Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **798**, 237 (2003)

- [47] J. Gong, M. Yeh, C. Wang, „*Growth and characterization of GaN and AlN films on (111) and (001) Si substrates*“, J. Cryst. Growth **247**, 261 (2003)
- [48] S. Joblot, F. Semond, F. Natali, P. Vennéguès, M. Laügt, Y. Cordier, J. Massies, „*Growth of wurtzite-GaN on silicon (100) substrate by molecular beam epitaxy*“, phys. stat. sol. (c) **2**, 2187 (2005)
- [49] S. Joblot, E. Feltin, E. Beraudo, P. Vennéguès, M. Leroux, F. Omnès, M. Laügt, Y. Cordier, „*Hexagonal c-axis GaN layers grown by metalorganic vapor-phase epitaxy on Si(001)*“, J. Cryst. Growth **280**, 44 (2005)
- [50] S. Joblot, F. Semond, Y. Cordier, P. Lorenzini, J. Massies, „*High-electron-mobility AlGaIn/GaN heterostructures grown on Si(001) by molecular-beam epitaxy*“, Appl. Phys. Lett. **87**, 133505 (2005)
- [51] S. Joblot, Y. Cordier, F. Semond, P. Lorenzini, S. Chenot, J. Massies, „*AlGaIn/GaN HEMTs on (001) silicon substrates*“, Electr. Lett. **42**, 117 (2006)
- [52] F. Schulze, A. Dadgar, J. Bläsing, A. Diez, A. Krost, „*Metalorganic vapor phase epitaxy grown InGaIn/GaN light-emitting diodes on Si(001) substrate*“, Appl. Phys. Lett. **88**, 121114 (2006)
- [53] F. Schulze, A. Dadgar, F. Bertram, J. Bläsing, A. Diez, P. Veit, R. Clos, J. Christen, A. Krost, „*Blue light emitting diodes on Si(001) grown by MOVPE*“, phys. stat. sol. (c) **4**, 41 (2007)
- [54] F. Schulze, O. Kisel, A. Dadgar, A. Krtschil, J. Bläsing, M. Kunze, I. Daumiller, T. Hempel, A. Diez, R. Clos, J. Christen, A. Krost, „*Crystallographic and electric properties of MOVPE grown AlGaIn/GaN-based FETs on Si(001) substrates*“, J. Cryst. Growth **299**, 399 (2007)
- [55] H. Klug, L. Alexander, „*X-ray Diffraction Procedures*“, John Wiley & Sons, New York, 1994
- [56] A.E. Romanov, T. Baker, S. Nakamura, J. Speck, „*Strain-induced polarization in wurtzite III-nitride semipolar layers*“, J. Appl. Phys. **100**, 023522 (2006)
- [57] M. Feneberg, F. Lipski, R. Sauer, K. Thonke, T. Wunderer, B. Neubert, P. Brückner, F. Scholz, „*Piezoelectric fields in GaInN/GaN quantum wells on different crystal facets*“, Appl. Phys. Lett. **89**, 242112 (2006)
- [58] S. Porowski, I. Grzegory, „*Thermodynamical properties of III-V nitrides and crystal growth of GaN at high N<sub>2</sub> pressure*“, J. Cryst. Growth **178**, 174 (1997)
- [59] J.-M. Wagner, F. Bechstedt, „*Properties of strained wurtzite GaN and AlN: Ab initio studies*“, Phys. Rev. B **66**, 115202 (2002)
- [60] C. Roder, S. Einfeldt, S. Figge, D. Hommel, „*Temperature dependence of the thermal expansion of GaN*“, Phys. Rev. B **72**, 085218 (2005)
- [61] A. Stekolnikov, J. Furthmüller, F. Bechstedt, „*Absolute surface energies of group-IV semiconductors: Dependence on orientation and reconstruction*“, Phys. Rev. B **65**, 115318 (2002)
- [62] J. Dabrowski, H.-J. Müssig, „*Silicon Surfaces and Formation of Interfaces*“, World Scientific Publishing, Singapore (2000)

- [63] Andreas Fink, „*Organische Moleküle auf Halbleitern: Absorption und elektronische Struktur ungesättigter Kohlenwasserstoffe auf Si(100), Ge/Si(100) und Ge(100) Oberflächen*“, Dissertation, TU-München (2001)
- [64] T. Tabata, T. Aruga, Y. Murata, „*Order-Disorder Transition on Si(001): c(4x2) to (2x1)*“, Surf. Sci. **179**, L63 (1987)
- [65] S. Dijken, H. Zandvliet, B. Poelsema, „*Energetics and structure of the stable and unstable biatomic step edges of Si(001)*“, Surf. Rev. Lett. **5**, 15 (1998)
- [66] P. Zeppenfeld, M. Krzyzowski, C. Romainczyk, G. Comsa, M. Lagally, „*Size relation for surface systems with long-range interactions*“, Phys. Rev. Lett. **72**, 2737 (1994)
- [67] B. Swartzentruber, N. Kitamura, M. Lagally, M. Webb, „*Behavior of steps on Si(001) as a function of vicinality*“, Phys. Rev. B **47**, 13432 (1993)
- [68] O. Alerhand, A. Berker, J. Joannopoulos, D. Vanderbilt, R Hamers, J. Demuth, „*Finite-Temperature Phase Diagram of Vicinal Si(100) Surfaces*“, Phys. Rev. Lett. **64**, 2406 (1990)
- [69] H. Zandvliet, „*Energetics of Si(001)*“, Rev. Mod. Phys. **72**, 593 (2000)
- [70] E. Pehlke, J. Tersoff, „*Phase diagram of vicinal Si(001) surfaces*“, Phys. Rev. Lett. **67**, 1290 (1991)
- [71] C. Aumann, J. Miguel, R. Kariotis, M. Lagally, „*Temperature dependence of the step structure of vicinal Si(001) surfaces*“, Surf. Sci. **275**, 1 (1992)
- [72] M. Webb, F. Men, B. Swartzentruber, R. Kariotis, M. Lagally, „*Surface step configuration under strain: kinetics and step-step interactions*“, Surf. Sci. **242**, 23 (1991)
- [73] B. Swartzentruber, Y. Mo, M. Webb, M. Lagally, „*Observations of strain effects on the Si(001) surface using scanning tunneling microscopy*“, J. Vac. Sci. Technol. **A8**, 210 (1990)
- [74] K. Cho, J. Joannopoulos, A. Berker, „*Vicinal Si(001) surfaces under external strain*“, Phys. Rev. B. **53**, 1002 (1995)
- [75] S. Karpov, V. Prokofyev, E. Yakovlev, A. Talalaev, Y. Makarov, „*Novel approach to simulation of group-III nitrides growth by MOVPE*“, MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. **4**, 4 (1999)
- [76] N. Kaluza, „*MOVPE Growth and Characterization of Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN Heterostructures for HEMT Application*“, Dissertation, RWTH Aachen (2003)
- [77] M. Herman, W. Richter, H. Sitter „*Epitaxy: Physical Principles and Technical Implementation*“, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg (2004)
- [78] G. Stringfellow, „*Organometallic Vapor-Phase Epitaxy*“, 2<sup>nd</sup> Edition, Academic Press, San Diego (1999)
- [79] O. Ambacher, „*Growth and applications of Group III-nitrides*“, J. Phys. D: Appl. Phys. **31**, 2653 (1998)
- [80] M. Itano, F. Kern, M. Miyashita, T. Ohmi, „*Particle Removal from Silicon Wafer Surface in Wet Cleaning Process*“, IEEE Transactions on Semicond. Manufact. **6**, 258 (1993)

- [81] A. Dadgar, A. Strittmatter, J. Bläsing, M. Poschenrieder, O. Contreras, P. Veit, T. Riemann, F. Bertram, A. Reiher, A. Krtschil, A. Diez, T. Hempel, T. Finger, A. Kasic, M. Schubert, D. Bimberg, F. Ponce, J. Christen, A. Krost, „*Metalorganic chemical vapor phase epitaxy of gallium-nitride on silicon*“, phys. stat. sol. (c) **0**, 1583 (2003)
- [82] A. Strittmatter, A. Krost, M. Straßburg, V. Türck, D. Bimberg, J. Bläsing, J. Christen, „*Low-pressure metal organic chemical vapor deposition of GaN on silicon(111) substrates using an ALAs nucleation layer*“, Appl. Phys. Lett. **74**, 1242 (1999)
- [83] A. Dadgar, A. Krost, „*MOVPE growth of GaN on Si*“, in Vacuum Science and Technology: Nitrides as seen by the Technology, Research Signpost, (2002), ISBN 81-7736-198-8
- [84] E. Etzkorn, D. Clarke, „*Cracking of GaN films*“, J. Appl. Phys. **89**, 1025 (2001)
- [85] A. Reiher, J. Bläsing, A. Dadgar, A. Diez, A. Krost, „*Efficient stress relief in GaN heteroepitaxy on Si(111) using low-temperature AlN interlayers*“, J. Cryst. Growth **248**, 563 (2003)
- [86] J. Bläsing, A. Reiher, A. Dadgar, A. Diez, A. Krost, „*The origin of stress reduction by low-temperature AlN interlayers*“, Appl. Phys. Lett. **81**, 2722 (2002)
- [87] W. Götz, N. Johnson, C. Chen, H. Liu, C. Kuo, W. Imler, „*Activation energies of Si donors in GaN*“, Appl. Phys. Lett. **68**, 3144 (1996)
- [88] C. Eiting, P. Grudowski, R. Dupuis, „*P- and N-Type Doping of GaN and AlGaN Epitaxial Layers Grown by Metalorganic Chemical Vapor Deposition*“, J. Electr. Mat. **27**, 206 (1998)
- [89] H. Alves, F. Leiter, D. Pfisterer, D. Hofmann, B. Meyer, S. Einfeld, H. Heinke, D. Hommel, „*Mg in GaN: the structure of the acceptor and the electrical activity*“, phys. stat. sol. (c) **0**, 1770 (2003)
- [90] A. Hoffmann, A. Kaschner, C. Thomsen, „*Local vibrational modes and compensating effects in Mg-doped GaN*“, phys. stat. sol. (c) **0**, 1783 (2003)
- [91] S. Nakamura, T. Mukai, M. Senoh, N. Iwasa, „*Thermal Annealing Effects on P-Type Mg-Doped GaN Films*“, Jpn. J. Appl. Phys. **31**, L139 (1992)
- [92] F. Schulze, „*Strukturelle und optische Charakterisierung von Gruppe III-Nitrid Quantumwellstrukturen*“, Diplomarbeit, Universität Magdeburg (2002)
- [93] U. Pietsch, V. Holý, T. Baumbach, „*High-resolution x-ray scattering*“, Springer, New York (2004)
- [94] P. Goodhew, F. Humphreys, „*Electron microscopy and analysis*“, Taylor & Francis, London-New York-Philadelphia (1988)
- [95] A. Schwartz, B. Adams, M. Kumar, „*Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*“, Springer, New York, Boston, Dordrecht, London, Moskau (2000)
- [96] D. Miller, G. Rozgonyi, „*Defect characterization by etching, optical microscopy and x-ray topography*“, in „*Handbook on semiconductors 3*“, Editor: T. Moss, North-Holland Publishing Company, Amsterdam-New York-Oxford (1980)
- [97] G. Koley, M. Spencer, „*Surface potential measurements on GaN and AlGaIn/GaN heterostructures by scanning Kelvin probe microscopy*“, J. Appl. Phys. **90**, 337 (2001)

- [98] A. Krtschil, A. Dadgar, A. Krost, „*Decoration effects as origin of dislocation-related charges in gallium nitride layers investigated by scanning surface potential microscopy*“, Appl. Phys. Lett. **82**, 2263 (2003)
- [99] P. Fischer, J. Christen, M. Zacharias, V. Schwegler, C. Kirchner, M. Kamp, „*Direct imaging of the spectral emission characteristic of an InGaN/GaN-ultraviolet light-emitting diode by highly spectrally and spatially resolved electroluminescence and photoluminescence microscopy*“, Appl. Phys. Lett. **75**, 3440 (1999)
- [100] F. Bertram, S. Srinivasan, R. Liu, L. Geng, F. Ponce, T. Riemann, J. Christen, S. Tanaka, H. Omiya, Y. Nakagawa, „*Spatial variation of luminescence of InGaN alloys measured by highly-spatially-resolved scanning cathodoluminescence*“, Mat. Sci. Eng. **B93**, 19 (2002)
- [101] G. Stoney, „*The Tension of Metallic Films Deposited by Electrolysis*“, Proc. R. Soc. Lond. A **82**, 172 (1909)
- [102] L. Freund, S. Suresh, „*Thin Film Materials: Stress, Defect Formation, and Surface Evolution*“, Cambridge University Press (2003)
- [103] D. Sander, S. Ouazi, A. Enders, T. Gutjahr-Löser, V. Stepanyuk, D. Bazhanov, J. Kirschner, „*Stress, strain and magnetostriction in epitaxial films*“, J. Phys.: Condens. Matter **14**, 4165 (2002)
- [104] L. Freund, J. Floro, E. Chason, „*Extensions of the Stoney formula for substrate curvature to configurations with thin substrates or large deformations*“, Appl. Phys. Lett. **74**, 1987 (1999)
- [105] R. Clos, A. Dadgar, A. Krost, „*Wafer curvature in nonlinear deformation range*“, phys. stat. sol. (a) **201**, R75 (2004)
- [106] O. Auciello, A. Krauss, „*In-situ real-time characterization of thin films*“, Wiley & Sons, New York (2001)
- [107] A. Krost, A. Dadgar, R. Clos, G. Straßburger, F. Schulze, „*In-situ monitoring of stress evolution in growing group-III nitride layers*“, DPG Frühjahrstagung 2007, Regensburg, DS 18.4
- [108] J. Floro, E. Chason, S. Lee, „*Real time measurements of epilayer strain using a simplified wafer curvature technique*“, Mater. Res. Soc. Symp. Proc. **406**, 491 (1996)
- [109] S. Hearne, E. Chason, J. Han, J. Floro, J. Figiel, J. Hunter, H. Amano, I. Tsong, „*Stress evolution during metalorganic chemical vapor deposition of GaN*“, Appl. Phys. Lett. **74**, 356 (1999)
- [110] A. Krost, A. Dadgar, G. Strassburger, R. Clos, „*GaN-based epitaxy on silicon: stress measurements*“, phys. stat. sol. (a) **200**, 26 (2003)
- [111] K. Haberland, „*Optical in-situ studies during metalorganic vapor phase epitaxy with respect to III-V device production*“, Dissertation, D 83, TU Berlin (2002)
- [112] A. Krost, A. Dadgar, F. Schulze, J. Bläsing, G. Strassburger, R. Clos, A. Diez, P. Veit, T. Hempel, J. Christen, „*In situ monitoring of the stress evolution in growing group-III-nitride layers*“, J. Cryst. Growth **275**, 209 (2005)

- [113] M. Poschenrieder, F. Schulze, J. Bläsing, A. Dadgar, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „*Bright blue to orange photoluminescence emission from high-quality InGaN/GaN multiple-quantum-wells on Si(111) substrates*“, Appl. Phys. Lett. **81**, 1591 (2002)
- [114] K. Haberland, A. Kaluza, M. Zorn, M. Pristovsek, H. Hardtdegen, M. Weyers, T. Zettler, W. Richter, „*Real-time calibration of wafer temperature, growth rate and composition by in-situ technique during  $Al_xGa_{1-x}As$  growth in MOVPE*“, J. Cryst. Growth **240**, 87 (2002)
- [115] R. Steins, N. Kaluza, H. Hardtdegen, T. Zettler, „*Use of SiC band gap temperature dependence for absolute calibration of emissivity corrected pyrometers in III-nitride MOVPE*“, J. Cryst. Growth **272**, 81 (2004)
- [116] T. Bergunde, B. Henninger, M. Lünenbürger, M. Heuken, M. Weyers, T. Zettler „*Automated emissivity corrected wafer-temperature measurement in Aixtrons planetary reactors*“, J. Cryst. Growth **248**, 235 (2003)
- [117] A. Krost, F. Schulze, A. Dadgar, G. Strassburger, K. Haberland, T. Zettler, „*Simultaneous measurement of wafer curvature and true temperature during metalorganic growth of group-III nitrides on silicon and sapphire*“, phys. stat. sol. (b) **242**, 2570 (2005)
- [118] L. Romano, C. Van de Walle, J. Ager III, W. Götz, R. Kern, „*Effect of Si doping on strain, cracking, and microstructure in GaN thin films grown by metalorganic chemical vapor deposition*“, J. Appl. Phys. **87**, 7745 (2000)
- [119] L. Romano, C. Van de Walle, B. Krusor, R. Lau, J. Ho, T. Schmidt, J. Ager III, W. Götz, R. Kern, „*Effect of Si doping on the strain and defect structure of GaN thin films*“, Physica B **273**, 50 (1999)
- [120] P. Cantu, F. Wu, P. Waltereit, S. Keller, A. Romanov, U. Mishra, S. DenBaars, J. Speck, „*Si doping effect on strain reduction in compressively strained  $Al_{0.49}Ga_{0.51}N$  thin films*“, Appl. Phys. Lett. **83**, 674 (2003)
- [121] A. Dadgar, F. Schulze, T. Zettler, K. Haberland, R. Clos, G. Straßburger, J. Bläsing, A. Diez, A. Krost, „*In situ measurements of strains and stresses in GaN heteroepitaxy and its impact on growth temperature*“, J. Cryst. Growth **272**, 72 (2004)
- [122] V. Puzikov, A. Danko, G. Adonkin, N. Sidelnikova, V. Tkachenko, A. Budnikov, „*Optical properties and fine faulty structure of sapphire crystals grown in low pressure CO gas atmosphere*“, Semicon. Phys. Quant. Electr. Opt. **3**, 185 (2000)
- [123] www.laytec.de, Newsletter 45, Nov./Dez. 2006
- [124] C. Liu, S. Stepanov, A. Gott, P. Shields, E. Zhirnov, W. Wang, E. Steimetz, T. Zettler, „*High temperature refractive indices of GaN*“, phys. stat. sol. (c) **3**, 1884 (2006)
- [125] N. Fujimoto, T. Kitano, G. Narita, N. Okada, K. Balakrishnan, M. Iwaya, S. Kamiyama, H. Amano, I. Akasaki, K. Shimono, T. Noro, T. Takagi, A. Bando, „*Growth of high-quality AlN at high growth rate by high-temperature MOVPE*“, phys. stat. sol. (c) **3**, 1617 (2006)
- [126] A. Kondratyev, R. Talalaev, W. Lundin, A. Sakharov, A. Tsatsulnikov, E. Zavarin, A. Fomin, D. Sizov, „*Aluminum incorporation control in AlGaIn MOVPE: experimental and modeling study*“, J. Cryst. Growth **272**, 420 (2004)
- [127] A. Krost, A. Dadgar, „*GaN-Based Devices on Si*“, phys. stat. sol. (a) **194**, 361 (2002)

- [128] A. Dadgar, J. Bläsing, A. Diez, A. Alam, M. Heuken, A. Krost, „*Metalorganic Vapor Phase Epitaxy of Crack-Free GaN on Si(111) Exceeding 1  $\mu\text{m}$  in Thickness*“, Jpn. J. Appl. Phys. **39**, L1183 (2000)
- [129] H. Amano, M. Iwaya, N. Hayashi, T. Kashima, S. Nitta, C. Wetzel, I. Akasaki, „*Control of Dislocations and Stress in AlGa<sub>N</sub> on Sapphire Using a Low Temperature Interlayer*“, phys. stat. sol. (b) **216**, 683 (1999)
- [130] S. Kamiyama, M. Iwaya, N. Hayashi, T. Takeuchi, H. Amano, I. Akasaki, S. Watanabe, Y. Kaneko, N. Yamada, „*Low-temperature-deposited AlGa<sub>N</sub> interlayer for improvement of AlGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub> heterostructure*“, J. Cryst. Growth **223**, 83 (2001)
- [131] X. Zhang, S. Chua, P. Li, K. Chong, Z. Feng, „*Enhanced optical emission from GaN films grown on a silicon substrate*“, Appl. Phys. Lett. **74**, 1984 (1999)
- [132] F. Schulze, J. Bläsing, A. Dadgar, A. Krost, „*Influence of buffer layers on MOVPE grown GaN on Si(001)*“, Appl. Phys. Lett. **84**, 4747 (2004)
- [133] F. Schulze, A. Dadgar, J. Bläsing, A. Krost, „*GaN heteroepitaxy on Si(001)*“, J. Cryst. Growth **272**, 496 (2004)
- [134] H. Marchand, J. Ibbetson, P. Fini, X. Wu, S. Keller, S. DenBaars, J. Speck, U. Mishra, „*Fast lateral epitaxial overgrowth of gallium nitride by metalorganic chemical vapor deposition using a two-step process*“, MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. **4S1**, G4.5 (1999)
- [135] M. Ishihara, S. Li, H. Yumoto, K. Akashi, Y. Ide, „*Control of preferential orientation of AlN films prepared by the reactive sputtering method*“, Thin Solid Films **316**, 152 (1998)
- [136] T. Miyazaki, T. Fujimaki, S. Adachi, K. Ohtsuka, „*Properties of GaN films deposited on Si(111) by radio-frequency-magnetron sputtering*“, J. Appl. Phys. **89**, 8316 (2001)
- [137] F. Engelmark, G. Fuentes, I. Katardjiev, A. Harsta, U. Smith, S. Berg, „*Synthesis of highly oriented piezoelectric AlN films by reactive sputter deposition*“, J. Vac. Sci. Technol. A **89**, 1609 (2000)
- [138] A. Dadgar, M. Poschenrieder, O. Contreras, J. Christen, K. Fehse, J. Bläsing, A. Diez, F. Schulze, T. Riemann, F. Ponce, A. Krost, „*Bright, crack-free InGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub> light emitters on Si(111)*“, phys. stat. sol. (a) **192**, 308 (2002)
- [139] H. Lahrèche, P. Vennéguès, O. Totterau, M. Laügt, P. Lorenzini, M. Leroux, B. Beaumont, P. Gibart, „*Optimisation of AlN and GaN growth by metalorganic vapour-phase epitaxy (MOVPE) on Si(111)*“, J. Cryst. Growth **217**, 13 (2000)
- [140] S. Zamir, B. Meyler, E. Zolotoyabko, J. Salzmann, „*The effect of AlN buffer layer on GaN grown on (111)-oriented Si substrates by MOCVD*“, J. Cryst. Growth **218**, 181 (2000)
- [141] T. Riemann, J. Christen, U. Haboeck, A. Hoffmann, C. Thomsen, P. Veit, R. Clos, A. Dadgar, A. Krost, „*Vertical evolution of stress in thick GaN layers on silicon substrates*“, ICNS 5, Nara, Japan (2003)
- [142] S. Keller, S. Heikman, I. Ben-Yaacov, L. Shen, S. DenBaars, U. Mishra, „*Indium-surfactant-assisted growth of high-mobility AlN/GaN multilayer structures by metalorganic chemical vapor deposition*“, Appl. Phys. Lett. **79**, 3449 (2001)

- [143] F. Widmann, B. Daudin, G. Feuillet, N. Pelekanos, J.L. Rouvière, „*Improved quality GaN grown by molecular beam epitaxy using In as a surfactant*“, Appl. Phys. Lett. **73**, 2642 (1998)
- [144] T. Wunderer, P. Brückner, J. Hertkorn, F. Scholz, G. Beirne, M. Jetter, P. Michler, M. Feneberg, K. Thonke, „*Time- and locally resolved photoluminescence of semipolar GaInN/GaN facet light emitting diodes*“, Appl. Phys. Lett. **90**, 171123 (2007)
- [145] A. Georgakilas, Z. Czigany, K. Amimer, V. Davydov, L. Toth, B. Pecz, „*MBE growth of different hexagonal GaN structures on vicinal (100) GaAs substrates*“, Mat. Sci. Eng. B **B82**, 16 (2001)
- [146] B. Monemar, „*Bound excitons in GaN*“, J. Phys.: Condens. Matter **13**, 7011 (2001)
- [147] C. Kisielowski, J. Krüger, S. Ruvimov, T. Suski, J.W. Ager III, E. Jones, Z. Liliental-Weber, M. Rubin, E. Weber, M. Bremser, R. Davis, „*Strain-related phenomena in GaN thin films*“, Phys. Rev. B **54**, 17746 (1996)
- [148] B. Haskell, S. Nakamura, S.P. DenBaars, J.S. Speck, „*Progress in the growth of nonpolar gallium nitride*“, phys. stat. sol. (b) **235**, 2847 (2007)
- [149] I. Lee, S. Lim, Y. Park, „*Growth and optical properties of GaN on Si(111) substrates*“, J. Cryst. Growth **235**, 73 (2002)
- [150] S. Keller, S. DenBaars, „*Metalorganic chemical vapor deposition of group III nitrides - a discussion of critical issues*“, J. Cryst. Growth **244**, 479 (2003)
- [151] F. Schulze, A. Dadgar, J. Bläsing, T. Hempel, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „*Growth of single-domain GaN layers on Si(001) by metalorganic vapor-phase epitaxy*“, J. Cryst. Growth **289**, 485 (2006)
- [152] E. Yakovlev, R. Talalaev, A. Vorobev, Y. Makarov, „*On the mechanisms affecting aluminum transport and incorporation efficiency during AlGaIn MOVPE*“, 10th EW-MOVPE 2003, Lecce, PS.VI.07
- [153] P. Chena, R. Zhanga, Z. Zhaoa, D. Xia, B. Shena, Z. Chena, Y. Zhoua, S. Xiea, W. Lub, Y. Zheng, „*Growth of high quality GaN layers with AlN buffer on Si(111) substrates*“, J. Cryst. Growth **225**, 150 (2001)
- [154] C. Zhu, A. Kawazu, S. Misawa, S. Tsukahara, „*Adsorption of Al on Si(001) at high temperature*“, Phys. Rev. B **59**, 9760 (1999)
- [155] J. Zhang, E. Kuokstis, Q. Fareed, H. Wang, J. Yang, G. Simin, M.A. Khan, R. Gaska, M. Shur, „*Pulsed atomic layer epitaxy of quaternary AlInGaIn layers*“, Appl. Phys. Lett. **79**, 925 (2001)
- [156] J. Zhang, X. Hu, A. Lunev, J. Deng, Y. Bilenko, T. Katona, M. Shur, R. Gaska, M.A. Khan, „*AlGaIn Deep-Ultraviolet Light-Emitting Diodes*“, Jpn. J. Appl. Phys. **44**, 7250 (2005)
- [157] A. Dadgar, P. Veit, F. Schulze, J. Bläsing, A. Krtschil, H. Witte, A. Diez, T. Hempel, J. Christen, A. Krost, „*MOVPE growth of GaN on Si – Substrates and strain*“, Thin Solid Films **515**, 4356 (2007)
- [158] A. Dadgar, F. Schulze, M. Wieneke, A. Gadanez, J. Bläsing, P. Veit, T. Hempel, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „*Epitaxy of GaN on silicon – impact of symmetry and surface reconstruction*“, New J. Phys. **9**, 389 (2007)

- [159] E. Hellman, Z. Liliental-Weber, D. Buchanan „*Epitaxial Growth and Orientation of GaN on (100) g-LiAlO<sub>2</sub>*“, MRS Internet J. Nitride Semicond. Res. **2**, 30 (1997)
- [160] C. Carter, H. Schmalzried „*The growth of spinel into Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*“, Phil. Mag. A **52**, 207-224 (1985).
- [161] D. Neumann, H. Zabel, H. Morkoç, „*Terracing in strained-layer superlattices*“, J. Appl. Phys. **64**, 3024 (1988)
- [162] B. Beaumont, Ph. Vennéguès, P. Gibart, „*Epitaxial Lateral Overgrowth of GaN*“, phys. stat. sol. (b) **227**, 1 (2001)
- [163] E. Feltin, B. Beaumont, P. Vennéguès, M. Vaille, P. Gibart, T. Riemann, J. Christen, L. Dobos, B. Pècz, „*Epitaxial lateral overgrowth of GaN on Si (111)*“, J. Appl. Phys. **93**, 182 (2003)
- [164] J. Park, P. Grundowski, C. Eiting, R. Dupuis, „*Selective-area lateral epitaxial overgrowth of III-N materials by metal organic chemical vapor deposition*“, Appl. Phys. Lett. **73**, 333 (1998)
- [165] K. Hiramatsu, K. Nishiyama, A. Motogaito, H. Miyake, Y. Iyechika, T. Maeda, „*Recent Progress in Selective Area Growth and Epitaxial Lateral Overgrowth of III-Nitrides: Effects of Reactor Pressure in MOVPE Growth*“, phys. stat. sol. (a) **176**, 535 (1999)
- [166] O. Nam, T. Tsvetanka, M. Bremser, R. Davis, „*Lateral Epitaxial Overgrowth of GaN Films on SiO<sub>2</sub> Areas via Metalorganic Vapor Phase Epitaxy*“, J. Electr. Mat. **27**, 233 (1998)
- [167] H. Lahrèche, P. Vennéguès, B. Beaumont, P. Gibart, „*Growth of high-quality GaN by low-pressure metal-organic vapour phase epitaxy (LP-MOVPE) from 3D islands and lateral overgrowth*“, J. Cryst. Growth **205**, 245 (1999)
- [168] P. Hageman, S. Haffouz, V. Kirilyuk, A. Grzegorzcyk, P. Larsen, „*High Quality GaN Layers on Si(111) Substrates: AlN Buffer Layer Optimisation and Insertion of a SiN Intermediate Layer*“, phys. stat. sol. (a) **188**, 523 (2001)
- [169] R. Vargas, D. Louër, J. Langford, „*Diffraction Line Profiles and Scherrer Constants for Materials with Hexagonal Crystallites*“, J. Appl. Cryst. **16**, 512 (1983)
- [170] T. Sakamoto, G. Hashiguchi, „*Si(001)-2×1 Single-Domain Structure Obtained by High Temperature Annealing*“, Jpn. J. Appl. Phys. **25**, L78 (1986)
- [171] A. Roskowski, E. Preble, S. Einfeldt, P. Miraglia, J. Schuck, R. Grober, R. Davis, „*Reduction in dislocation density and strain in GaN thin films grown via maskless pendeo-epitaxy*“, Opto-Electron. Rev. **10**, 261 (2002)
- [172] K. Uchida, J. Gotoh, S. Goto, T. Yang, A. Niwa, J. Kasai, T. Mishima, „*Morphological Evolution of the InGaN-Based Quantum Well Surface due to a Reduced Density of Threading Dislocations in the Underlying GaN through Higher Growth Pressure*“, Jpn. J. Appl. Phys. **39**, 1365 (2000)
- [173] E. Yakovlev, A. Lobanova, R. Talalaev, I. Watson, K. Lorenz, E. Alves, „*Mechanisms of AlInN Growth by MOVPE: Modeling and Experimental Study*“, TP79, ICNS 7, Las Vegas (2007)

- [174] M. Stutzmann, O. Ambacher, M. Eickhoff, U. Karrer, A. Lima Pimenta, R. Neuberger, J. Schalwig, R. Dimitrov, P. Schuck, R. Grober, „*Playing with Polarity*“, *phys. stat. sol. (b)* **228**, 505 (2001)
- [175] F. Wu, M. Craven, S. Lim, J. Speck, „*Polarity determination of a-plane GaN on r-plane sapphire and its effects on lateral overgrowth and heteroepitaxy*“, *J. Appl. Phys.* **94**, 942 (2003)
- [176] H. Ng, N. Weimann, A. Chowdhury, „*GaN nanotip pyramids formed by anisotropic etching*“, *J. Appl. Phys.* **94**, 650 (2003)
- [177] L. Wang, K. Zang, S. Tripathy, S. Chua, „*Effects of periodic delta-doping on the properties of GaN:Si films grown on Si (111) substrates*“, *Appl. Phys. Lett.* **85**, 5881 (2004)
- [178] D. Wang S. Jia, K. Chen, K. Lau, Y. Dikme, P. v. Gemmern, Y. Lin, H. Kalisch, R. Jansen, M. Heuken, „*Micro-Raman-scattering study of stress distribution in GaN films grown on patterned Si(111) by metal-organic chemical-vapor deposition*“, *J. Appl. Phys.* **97**, 056103 (2005)
- [179] S. Chang, Y. Su, Y. Lin, R. Chuang, C. Chang, J. Sheu, T. Wen, S. Shei, C. Kuo, D. Fang, „*MOCVD growth of InGaN/GaN blue light emitting diodes on patterned sapphire substrates*“, *phys. stat. sol. (c)* **0**, 2253 (2003)
- [180] A. Strittmatter, S. Rodt, L. Reißmann, D. Bimberg, H. Schröder, E. Obermeier, T. Riemann, J. Christen, A. Krost, „*Maskless epitaxial lateral overgrowth of GaN layers on structured Si(111) substrates*“, *Appl. Phys. Lett.* **78**, 727 (2001)
- [181] T. Zheleva, S. Smith, D. Thomson, K. Linthicum, P. Rajagopal, R. Davis, „*Pendeo-Epitaxy: A New Approach for Lateral Growth of Gallium Nitride Films*“, *J. Electr. Materials* **28**, L5 (1999)
- [182] K. Kim, C. Lee, Y. Hahn, „*Growth of Crack-Free GaN/Si Heteroepitaxy by Using a Patterned Si Substrate Method*“, *J. Korean Phys. Soc.* **46**, 901 (2005)
- [183] J. Christen, T. Riemann, F. Bertram, D. Rudloff, P. Fischer, A. Kaschner, U. Haboek, A. Hoffmann, C. Thomsen, „*Optical micro-characterization of group-III-nitrides: correlation of structural, electronic and optical properties*“, *phys. stat. sol. (c)* **0**, 1795 (2003)
- [184] T. Böttcher, S. Einfeldt, S. Figge, R. Chierchia, H. Heinke, D. Hommel, J. Speck, „*The role of high-temperature island coalescence in the development of stresses in GaN films*“, *Appl. Phys. Lett.* **78**, 1976 (2001)
- [185] A. Dadgar, M. Poschenrieder, A. Reiher, J. Blasing, J. Christen, A. Krtschil, T. Finger, T. Hempel, A. Diez, A. Krost, „*Reduction of stress at the initial stages of GaN growth on Si(111)*“, *Appl. Phys. Lett.* **82**, 28 (2002)
- [186] M. A. Khan, J. Kuznia, A. Bhattarai, D. Olson, „*Metal semiconductor field effect transistor based on single crystal GaN*“, *Appl. Phys. Lett.* **62**, 1786 (1993)
- [187] L. Shen, S. Heikman, B. Moran, R. Coffie, N. Zhang, D. Buttari, I. Smorchkova, S. Keller, S. DenBaars, U. Mishra, „*AlGaIn/AlN/GaN High-Power Microwave HEMT*“, *IEEE Electr. Device Lett.* **22**, 457 (2001)
- [188] S. Heikman, S. Keller, T. Mates, S. DenBaars, U. Mishra, „*Growth and characterization of Fe-doped GaN*“, *J. Cryst. Growth* **248**, 513 (2003)

- [189] Y. Choi, M. Pophristic, H. Cha, B. Peres, M. Spencer, L. Eastman, „*The Effect of an Fe-doped GaN Buffer on Off-State Breakdown Characteristics in AlGaIn/GaN HEMTs on Si Substrate*“, IEEE Transactions on Electr. Devices **53**, 2926 (2006)
- [190] M. Azize, M. Leroux, M. Laugt, P. Gibart, Z. Bougrioua, „*Strain and microstructure in Fe-doped GaN layers grown by low pressure metalorganic vapour phase epitaxy*“, phys. stat. sol. (a) **203**, 1744 (2006)
- [191] S. Terao, M. Iwaya, R. Nakamura, S. Kamiyama, H. Amano, I. Akasaki, „*Fracture of Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN Heterostructure - Compositional and Impurity Dependence*“, Jpn. J. Appl. Phys. **40**, L195 (2001)
- [192] F. Schulze, J. Bläsing, A. Dadgar, A. Krost, „*Exact determination of indium incorporation in (In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN)- multiple quantum well structures by x-ray diffraction and -reflectivity and its impact on optical properties*“, Z. f. Kristollogr. **219**, 191 (2004)
- [193] J. Sheu, Y. Su, G. Chi, P. Koh, M. Jou, C. Chang, C. Liu, W. Hung, „*High-transparency Ni/Au ohmic contact to p-type GaN*“, Appl. Phys. Lett. **74**, 2340 (1999)
- [194] F. Huet, M. Di Forte-Poisson, M. Calligaro, J. Olivier, F. Wyczisk, J. Di Persio, „*The Behavior of Ni/Au Contacts under Rapid Thermal Annealing in GaN Device Structures*“, J. Electr. Mater. **28**, 1440 (1999)
- [195] L. Reissmann, F. Schulze, A. Dadgar, J. Christen, A. Krost, „*Comparison of Scanning  $\mu$ -Electro- and  $\mu$ -Photo-Luminescence Spectroscopy of Blue InGaIn LEDs on Si(001) and Si(111)*“, ICNS 7, R6, Las Vegas, USA (2007)
- [196] „*GaN LEDs make leap to silicon (001) substrates*“, in Compd. Semicond. **12**, 28 (2006)
- [197] F. Schulze, A. Dadgar, A. Krtshil, C. Hums, L. Reissmann, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „*MOVPE growth of blue In<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>N/GaN LEDs on 150 mm Si(001)*“, phys. stat. sol. (c) **5**, 2238 (2008)
- [198] A. Dadgar, C. Hums, A. Diez, J. Bläsing, A. Krost, „*Growth of blue GaN LED structures on 150-mm Si(111)*“, J. Cryst. Growth **297**, 279 (2006)

## 6. Anhang

### 6.1. Ergänzende Berechnungen und Skizzen

#### 6.1.1. Verbotene Beugungsreflexe des Siliziums

Die Suszeptibilität ist eine Materialeigenschaft, die sich periodisch mit der Gitterstruktur eines Kristalls ändert. Da die Probe als unendlich groß im Vergleich zur Elementarzelle des Kristallgitters angenommen werden kann, lässt sich die Suszeptibilität als eine Fourierreihe darstellen. Die Fourierkoeffizienten berechnen sich dann durch Integration über das Einheitszellenvolumen.

$$\chi = \sum_G \chi_G \cdot e^{i\vec{G}\vec{r}} \quad , \quad \text{mit} \quad \chi_G = \frac{1}{V_Z} \cdot \int_{\text{Zelle}} \chi(\vec{r}) \cdot e^{-i\vec{G}\vec{r}} d\vec{r} \quad (6.1)$$

Zerlegt man das Integral über das Einheitszellenvolumen weiter in Einzelintegrale über jedes einzelne Atom der Elementarzelle, so erhält man mit  $\vec{r}_\alpha =$  Vektor vom Zellenursprung zum  $\alpha$ -ten Atom und  $\vec{r}_\rho =$  Vektor um den jeweiligen Atomkern, folgende Summe:

$$\chi_G = \frac{1}{V_Z} \cdot \sum_\alpha e^{-i\vec{G}\vec{r}_\alpha} \int_{\text{Atom}} \chi(\vec{r}_\rho) \cdot e^{-i\vec{G}\vec{r}_\rho} d\vec{r}_\rho = \frac{1}{V_Z} \cdot \sum_\alpha e^{-i\vec{G}\vec{r}_\alpha} \cdot f_\alpha \quad (6.2)$$

Der Vektor  $\vec{r}_\alpha$  wird definiert durch die Positionen der einzelnen Atome in der Elementarzelle und kann allgemein durch die Basisvektoren des realen Gitters ausgedrückt werden:

$$\vec{r}_\alpha = u_\alpha \vec{a}_1 + v_\alpha \vec{a}_2 + w_\alpha \vec{a}_3 \quad , \quad \text{mit} \quad 0 \leq u_\alpha, v_\alpha, w_\alpha < 1 \quad (6.3)$$

Der Summenwert in Gleichung (6.2) ist abhängig vom reziproken Gittervektor  $\vec{G}$  und direkt proportional zum Strukturfaktor und lässt sich schreiben als:

$$\hat{S}_{hkl} = \sum_\alpha f_\alpha \cdot e^{-2\pi i(hu_\alpha + kv_\alpha + lw_\alpha)} \quad h, k, l : \text{Millersche Indizes} \quad (6.4)$$

Da im elementaren Silizium alle Atome identisch sind, liefert das Integral in Gleichung (6.2) für

alle  $\alpha$  immer den selben Wert  $f_\alpha$ . In einem kubisch flächenzentrierten (kfz) Gitter befinden sich die Atome an den Positionen  $(0|0|0)$ ,  $(0|\frac{1}{2}|\frac{1}{2})$ ,  $(\frac{1}{2}|0|\frac{1}{2})$ ,  $(\frac{1}{2}|\frac{1}{2}|0)$ . Der Siliziumkristall besteht aus zwei um ein Viertel der Gitterkonstanten verschobene kfz-Gitter, so dass sich für den Strukturfaktor ergibt:

$$S_{hkl} \propto f_\alpha \cdot \left[ e^{2\pi i(0h+0k+0l)} + e^{2\pi i(\frac{1}{4}h+\frac{1}{4}k+\frac{1}{4}l)} \right] \cdot \left[ e^{2\pi i(0h+0k+0l)} + e^{2\pi i(0h+\frac{1}{2}k+\frac{1}{2}l)} + e^{2\pi i(\frac{1}{2}h+0k+\frac{1}{2}l)} + e^{2\pi i(\frac{1}{2}h+\frac{1}{2}k+0l)} \right]$$

$$S_{hkl} \propto f_\alpha \cdot \left[ 1 + i^{h+k+l} \right] \cdot \left[ 1 + (-1)^{k+l} + (-1)^{h+l} + (-1)^{h+k} \right] \quad (6.5)$$

Der Strukturfaktor ist demnach genau immer dann identisch Null, wenn mindestens einer der beiden eingeklammerten Terme zu Null wird. Dies ist der Fall wenn:

- gerade und ungerade  $h, k, l$  gemischt auftreten, oder
- $h+k+l = 2+4n$ , ( $n \in \mathbb{Z}$ ) ist.

### 6.1.2. UV-pyrometrisch gemessener, radialer Temperaturverlauf gekrümmter Wafer

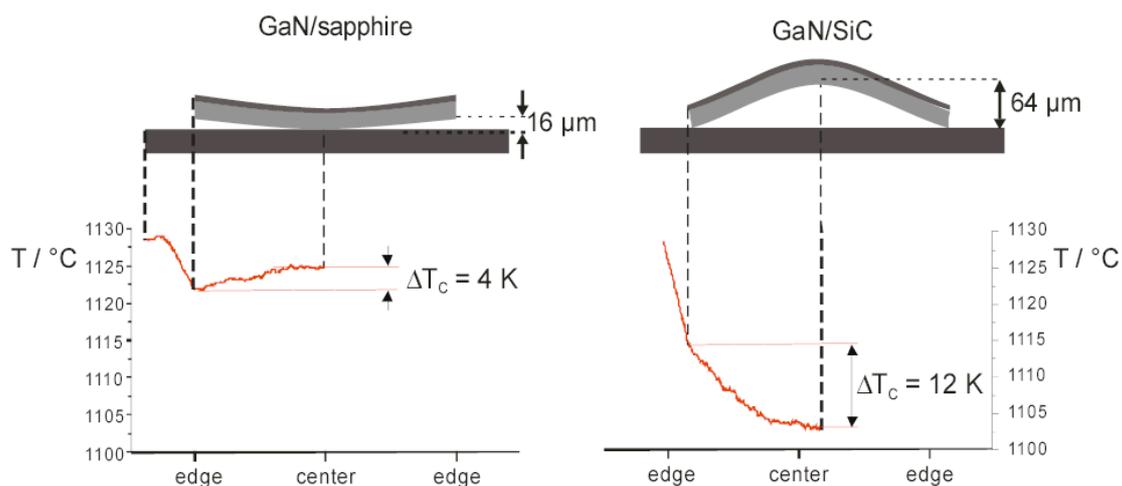


Abbildung 6.1: Radiale Temperaturverteilung der Probenoberfläche bei gekrümmten Wafern [123].

### 6.1.3. Berechnungen bei Annahme einer sphärischen Waferkrümmung

Nach Abbildung 6.2 gilt wegen  $\beta \ll 1$  :

$$\frac{d_0}{2} \approx \beta \cdot R$$

$$\frac{d_0 - d}{2} \approx 2\beta \cdot L$$

und somit folgt für einen Spotabstand  $d$  unter Annahme einer sphärischen Krümmung:

$$K = \frac{1}{R} \approx \frac{2\beta}{d_0} \approx \frac{d_0 - d}{2d_0 \cdot L}$$

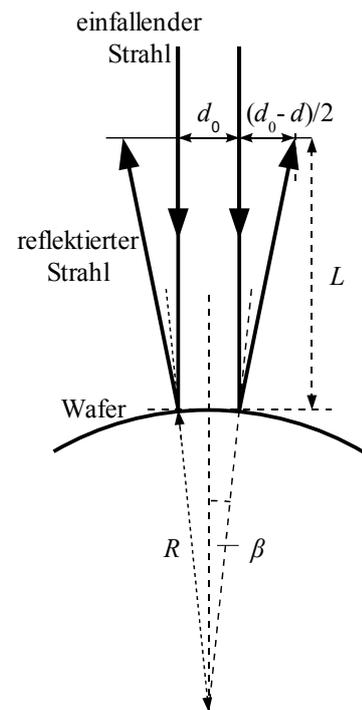


Abbildung 6.2: Reflexionsgeometrie der Krümmungsmessung.

Nach Abbildung 6.3 folgt mit  $D_w < R$ :

$$\frac{D_w}{2} = \beta \cdot R \quad , \quad \text{mit } D_w \text{ als Waferdurchmesser}$$

und somit für den Waferabstand zum Suszeptor:

$$\Delta z = R - R \cdot \cos(\beta)$$

$$\Delta z = R \left( 1 - \cos\left(\frac{D_w}{2\beta}\right) \right)$$

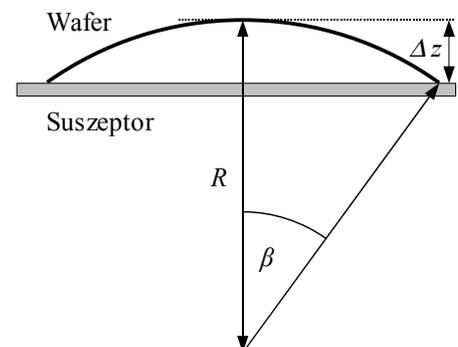


Abbildung 6.3: Abstand der Waferunterseite zum Suszeptor.

#### 6.1.4. Wachstumsdomänen des ELO-GaN auf SiN-maskierten Pufferschichten

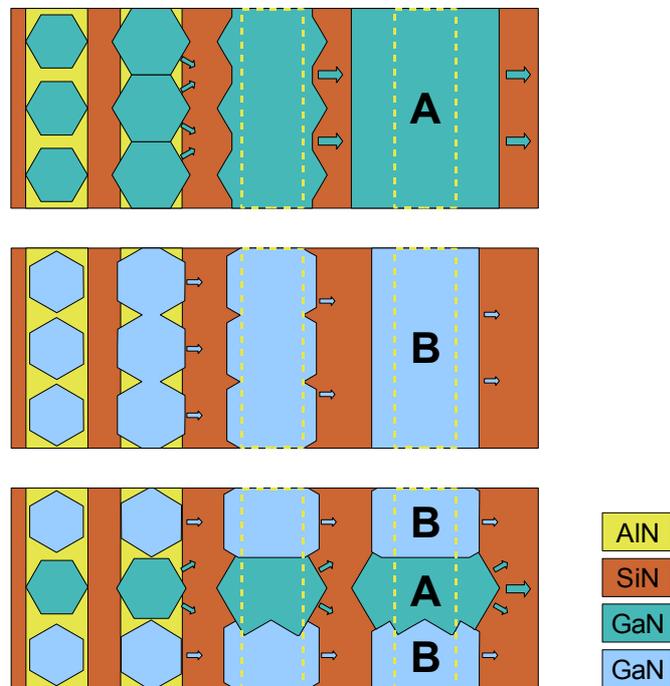


Abbildung 6.4: Ausrichtung der Wachstumsdomänen des GaN auf einer in  $\text{Si}[110]$ -Richtung orientierten SiN-Streifenmaske auf  $\text{Si}(001)$ -Substrat. Die azimuthale Ausrichtung vom Typ A, mit der  $\text{GaN}[11\bar{2}0]$ -Richtung senkrecht zu den Streifen, sollte demnach über der SiN-Maske einen größeren Flächenanteil belegen.

### 6.2. Zitierte und ergänzende Messungen

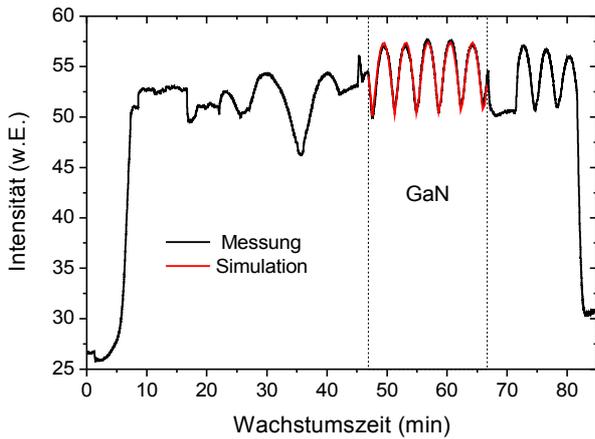


Abbildung 6.5: In-situ Laserreflektivitätstransienten einer AlGaIn/GaN-Teststruktur auf Si(001) mit angepasster Simulation der Fabry-Pérot-Oszillationen der GaN-Schicht.

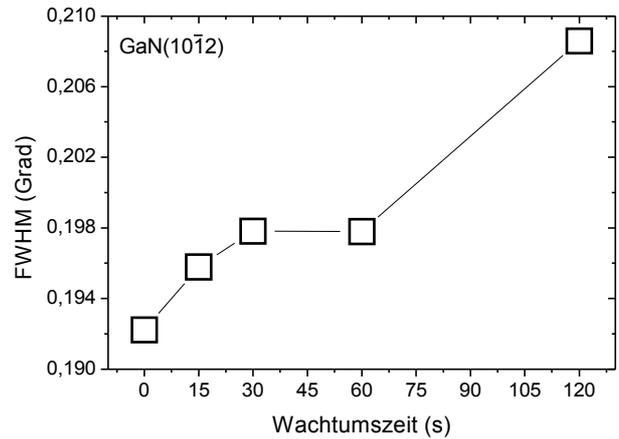


Abbildung 6.6: Entwicklung der Peakhalbwertsbreite des GaN(10 $\bar{1}$ 2)-Reflexes einer GaN-Schicht auf Si(001) in Abhängigkeit der Wachstumszeit einer LT-AlN-Zwischenschicht (630°C) im GaN-Puffer.

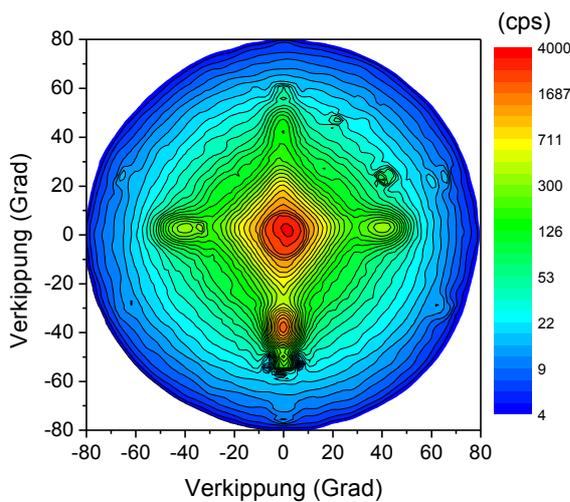


Abbildung 6.7: Röntgenbeugung-Polfigur des GaN(0002)-Reflexes einer GaN-Probe auf 4° fehl-geschnittenem Si(001)-Substrat mit einem 60-fach (AlN/GaN)-Übergitter in der Pufferschicht.

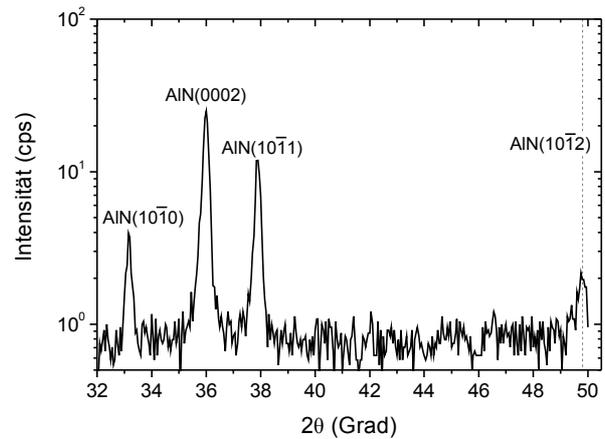


Abbildung 6.8: Röntgenbeugungsspektrum einer HT-AlN-Schicht (1145°C) auf einer AlN-Keimschicht (680°C) auf Si(001)-Substrat.

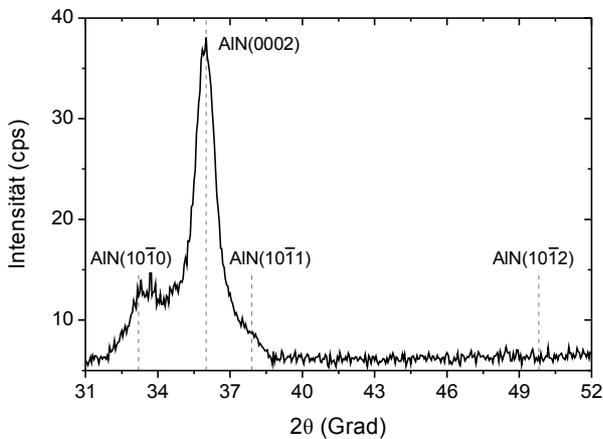


Abbildung 6.9: Röntgenbeugungsspektrum einer Hochtemperatur-AlN-Keimschicht auf Si(001).

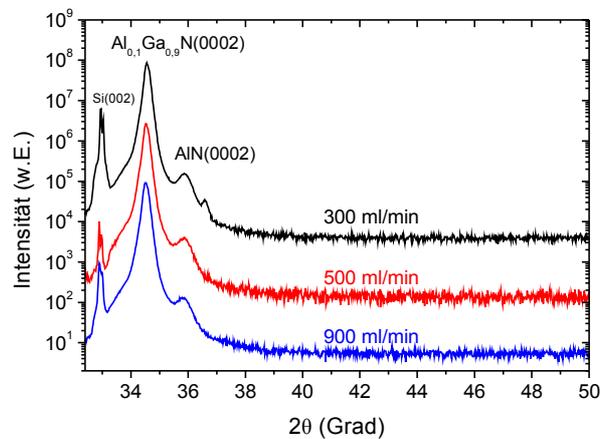


Abbildung 6.10: Röntgenbeugungsspektren einer  $Al_{0,1}Ga_{0,9}N$ -Probenserie auf Si(001) Substraten in Abhängigkeit des  $NH_3$ -Flusses während des Wachstums der 10-fach (Al/AlN)-Keimschicht.

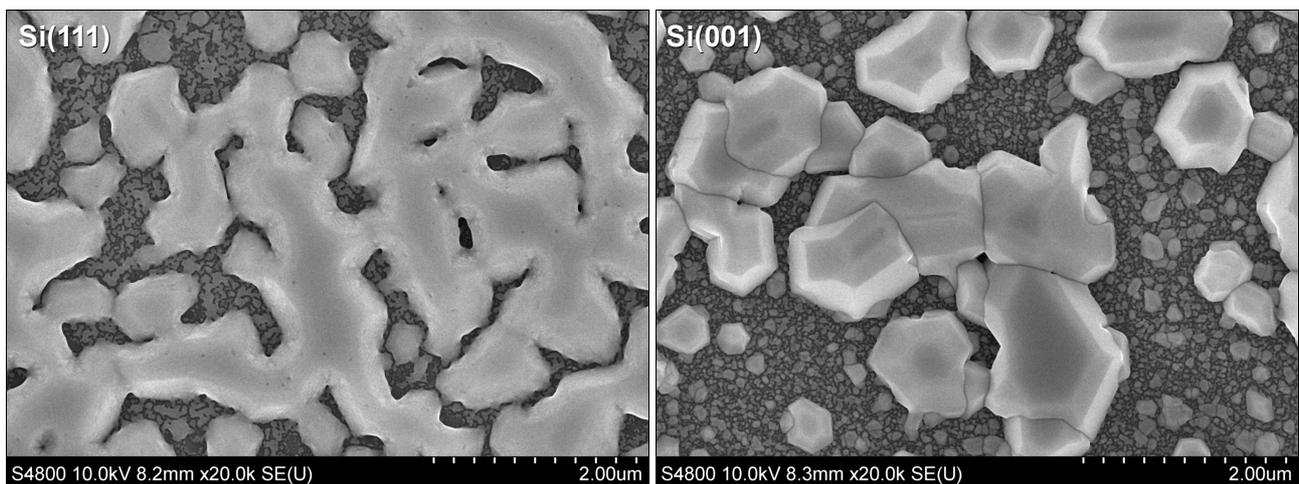


Abbildung 6.11: FE-REM-Aufnahme der Oberfläche einer Probe auf Si(001)-Substrat mit einer bei  $1145^\circ C$  gewachsenen AlN-Keimschicht. Durch einen abrupten Wechsel der Gruppe-III-Quelle von TMAI nach TMGa ohne weitere Änderung der Reaktorparameter wurde anschließend eine nominell 400 nm dicke GaN-Schicht gewachsen (rechts). Vergleichend dazu die identische Schichtstruktur auf Si(111) (links).

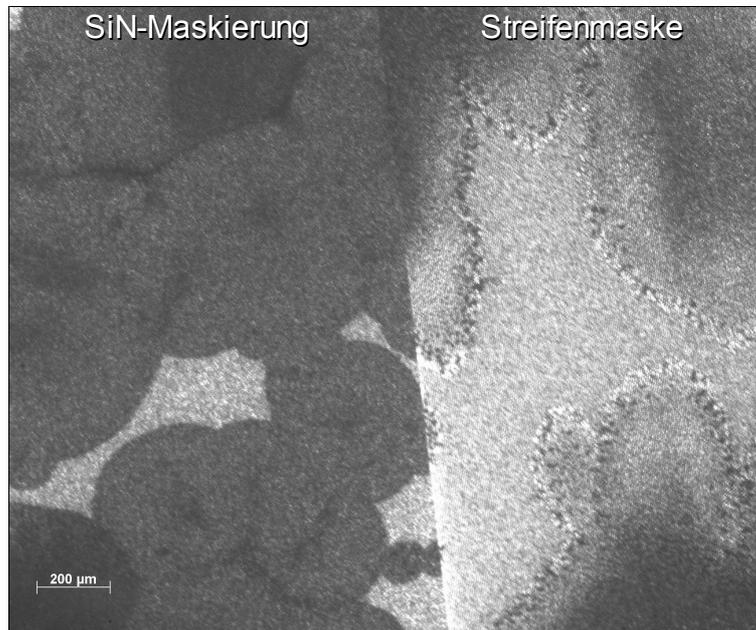


Abbildung 6.12: Nomarski-Aufnahme der Oberfläche einer SiN-maskierten Probe mit einer nominell 4  $\mu\text{m}$  dicken GaN-Schicht auf Si(001). Die Ätzreaktionen mit dem Substrat breiten sich unabhängig von der SiN-Maskierung aus.

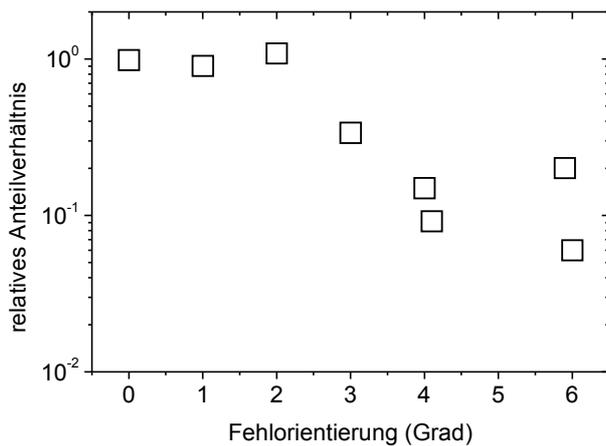


Abbildung 6.13: Relatives Anteilverhältnis zwischen den integrierten Intensitäten der jeweils 6 zugehörigen Beugungsmaxima der GaN(10 $\bar{1}$ 5)-Reflexionen der beiden azimuthalen Texturkomponenten in Röntgenbeugungs- $\phi$ -scans von GaN-Schichten auf Si(001)-Substraten mit zunehmender Fehlorientierung.

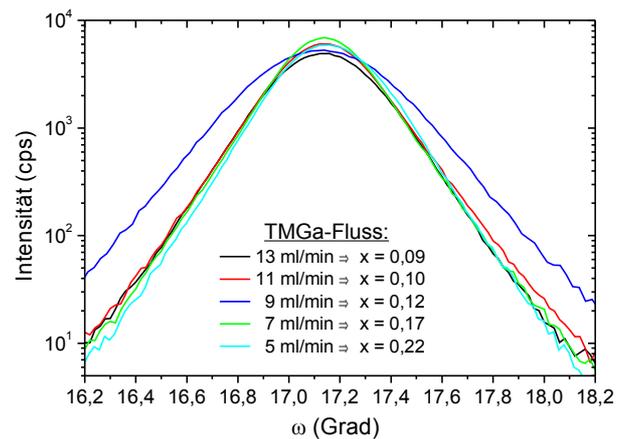


Abbildung 6.14: Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans an der GaN(0002)-Reflexion in Abhängigkeit des TMGa-Flusses während der  $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}$ -Pufferschichtdeposition.

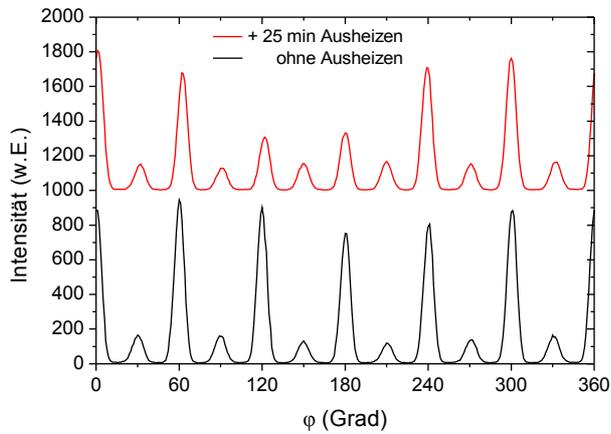


Abbildung 6.15: Röntgenbeugungs- $\varphi$ -scans der  $\text{GaN}(10\bar{1}5)$ -Reflexionen einer  $\text{GaN}$ -Schicht auf  $4^\circ$  vizinalem  $\text{Si}(001)$  mit und ohne zusätzliches 25-minütiges Ausheizen des Substrates bei  $1145^\circ\text{C}$  vor der Keimschichtdeposition.

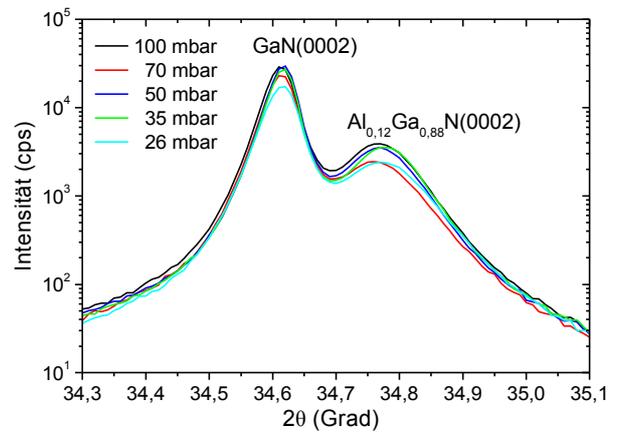


Abbildung 6.16: Röntgenbeugungs- $\theta/2\theta$ -scans um die  $\text{GaN}(0002)$ -Reflexion einer Probenserie mit steigendem Reaktordruck während des Keimschichtwachstums.

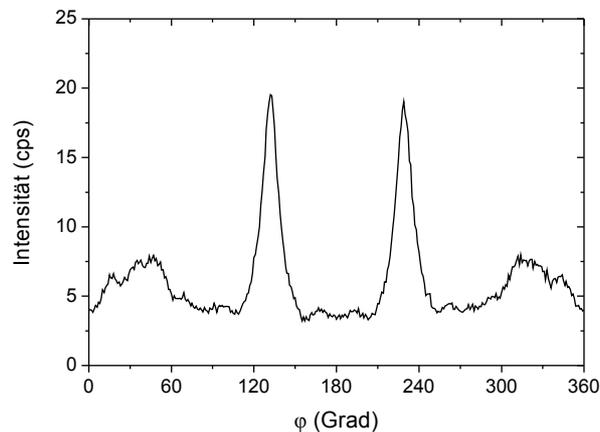


Abbildung 6.17: Röntgenbeugungs- $\varphi$ -scan eines unbehandelten und unbewachsenen  $\text{Si}(100)$ -Substrates mit  $4^\circ$  Fehlorientierung bei einer Detektor- und Probenorientierung entsprechend der Messung der  $\text{GaN}(10\bar{1}4)$ -Reflexion.

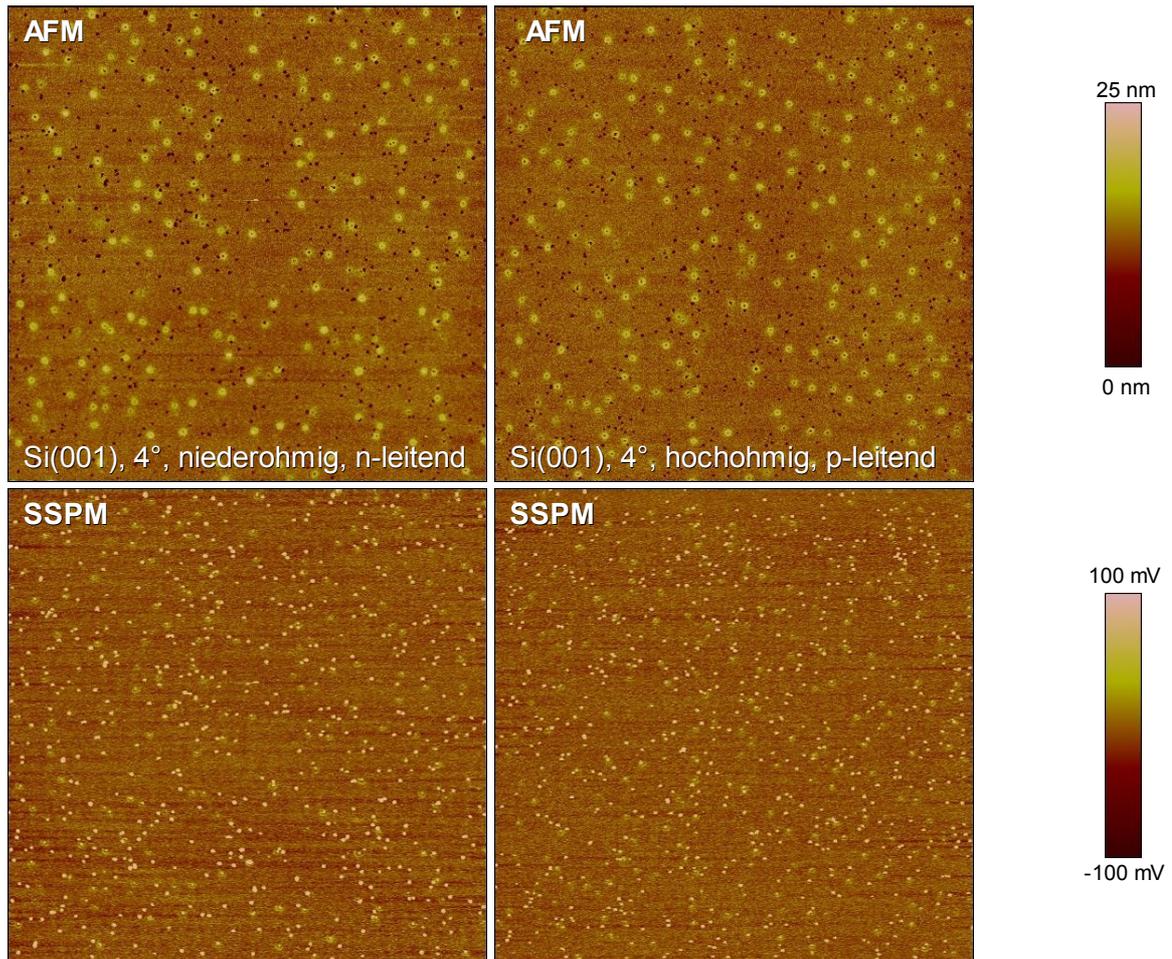


Abbildung 6.18: AFM-Messungen (oben) und zugehörige SSPM-Messungen (unten) einer GaN-Teststruktur auf niederohmigem, n-leitendem Si(001) und auf hochohmigem, p-leitendem Si(001).

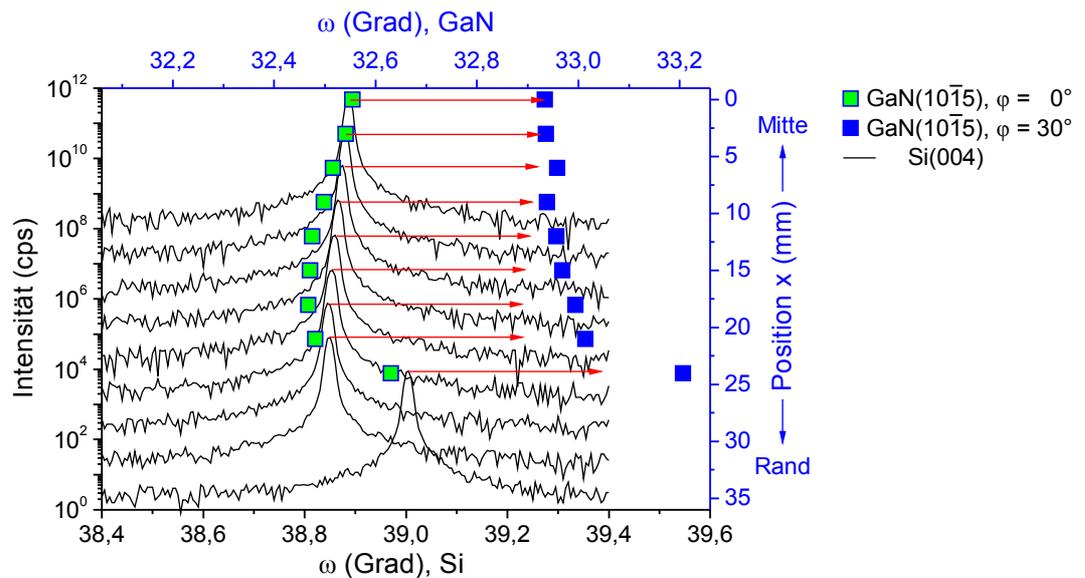


Abbildung 6.19: Winkellagen der Beugungsmaxima in Röntgenbeugungs- $\omega$ -scans der GaN(10 $\bar{1}$ 5)-Reflexionen einer GaN-Schicht auf 4° vizinalen Si(001) an verschiedenen Positionen entlang des Probendurchmessers bei jeweils 2 um 30° verdrehten Azimuten (Quadrate). Vergleichend dazu die  $\omega$ -scans an der Si(004)-Reflexion derselben Probe an denselben Positionen.

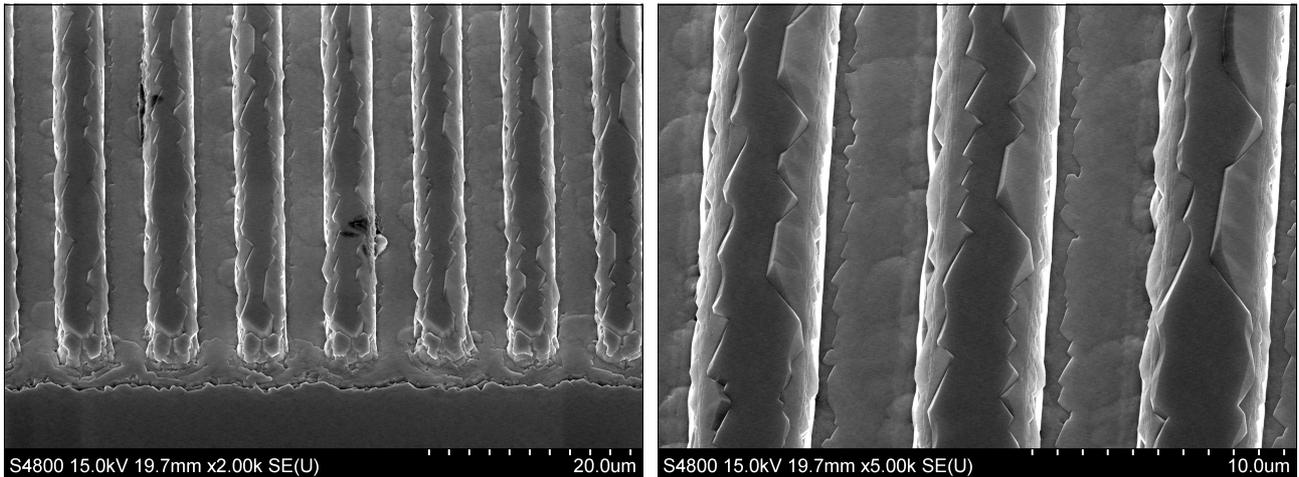


Abbildung 6.20: FE-REM-Aufnahmen der Seitenkante einer GaN-Probe auf  $4^\circ$  fehlgeschnittenem, strukturiertem Si(001)-Substrat. Die Orientierung der geätzten Siliziumstege ist in Si[100]-Richtung.

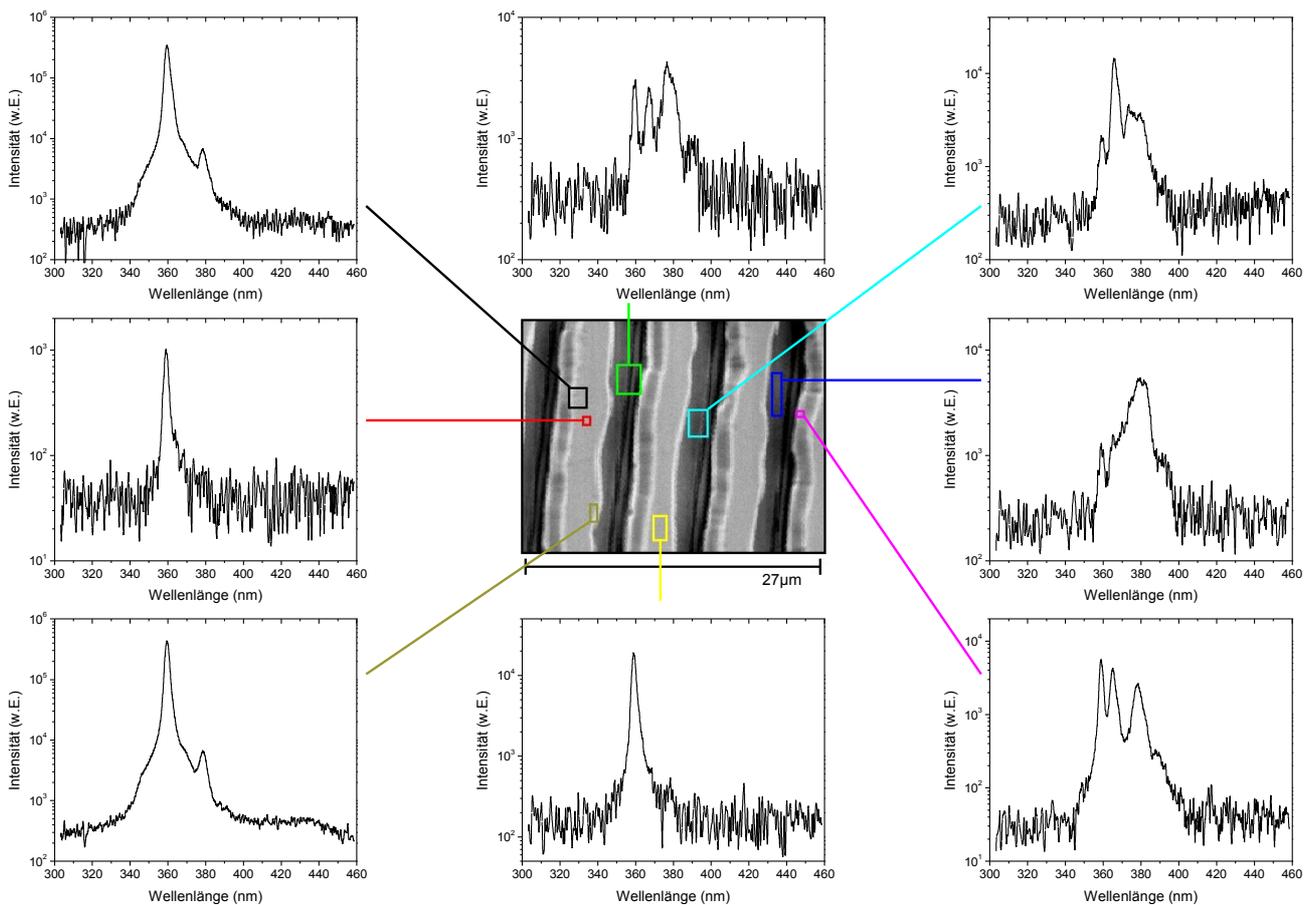


Abbildung 6.21: Lokale KL-Spektren einer GaN-Schicht auf strukturiertem,  $4^\circ$  vizinalem Si(001) und die örtliche Zuweisung der Einzelspektren zu den Probenpositionen mittels der SEM-Aufnahme.

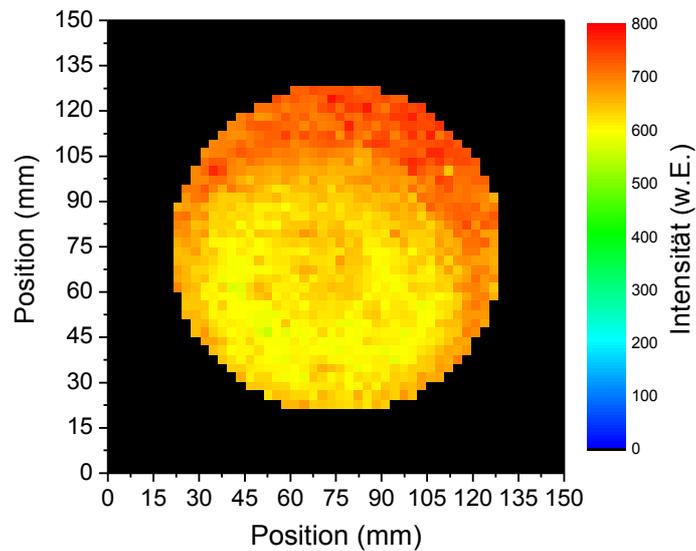


Abbildung 6.22: Laterale Verteilung auf der Waferfläche der spektral integrierten Intensität des Photolumineszenzspektrums bei Raumtemperatur einer  $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN}$ -LED auf  $\text{Si}(001)$ -Substrat.

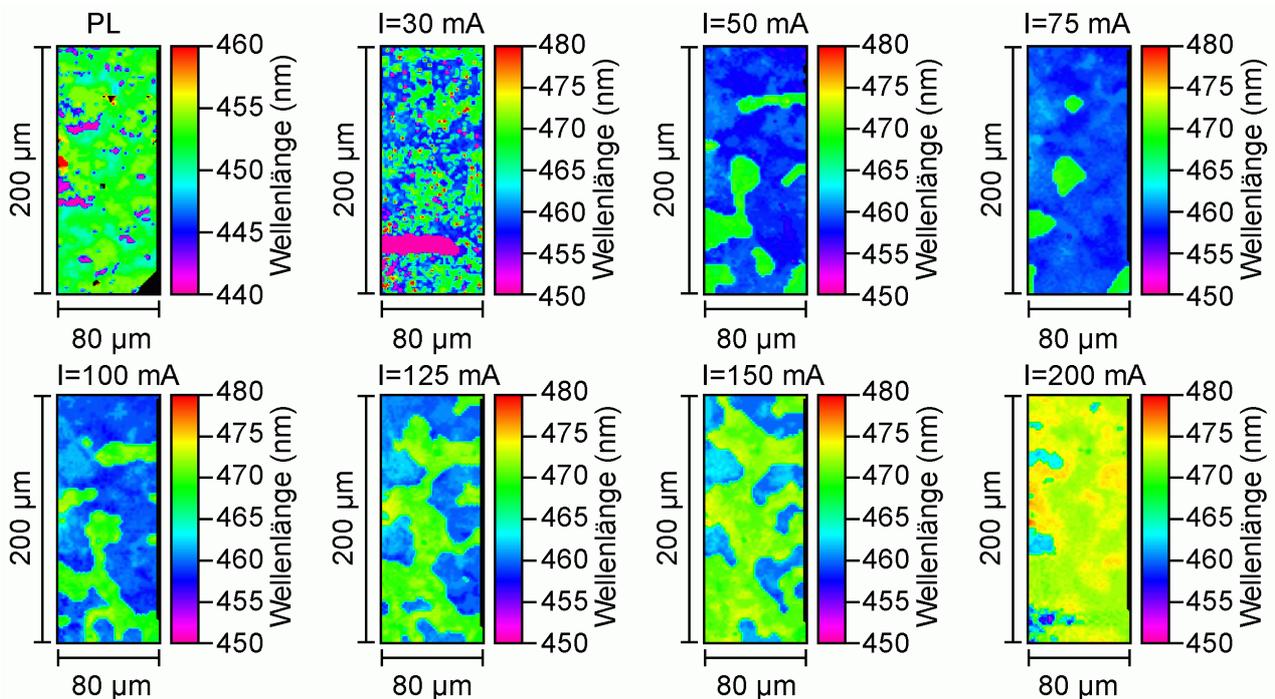


Abbildung 6.23: Lateral aufgelöste Peakwellenlängenverteilung des EL-Spektrums einer LED auf  $\text{Si}(001)$  für steigende Anregungsstromstärken. Im Vergleich dazu das PL-Signal (oben links).

### 6.3. Programmschema der in-situ Krümmungsmessung

Programmiert mit dem Softwarepaket *WIT*

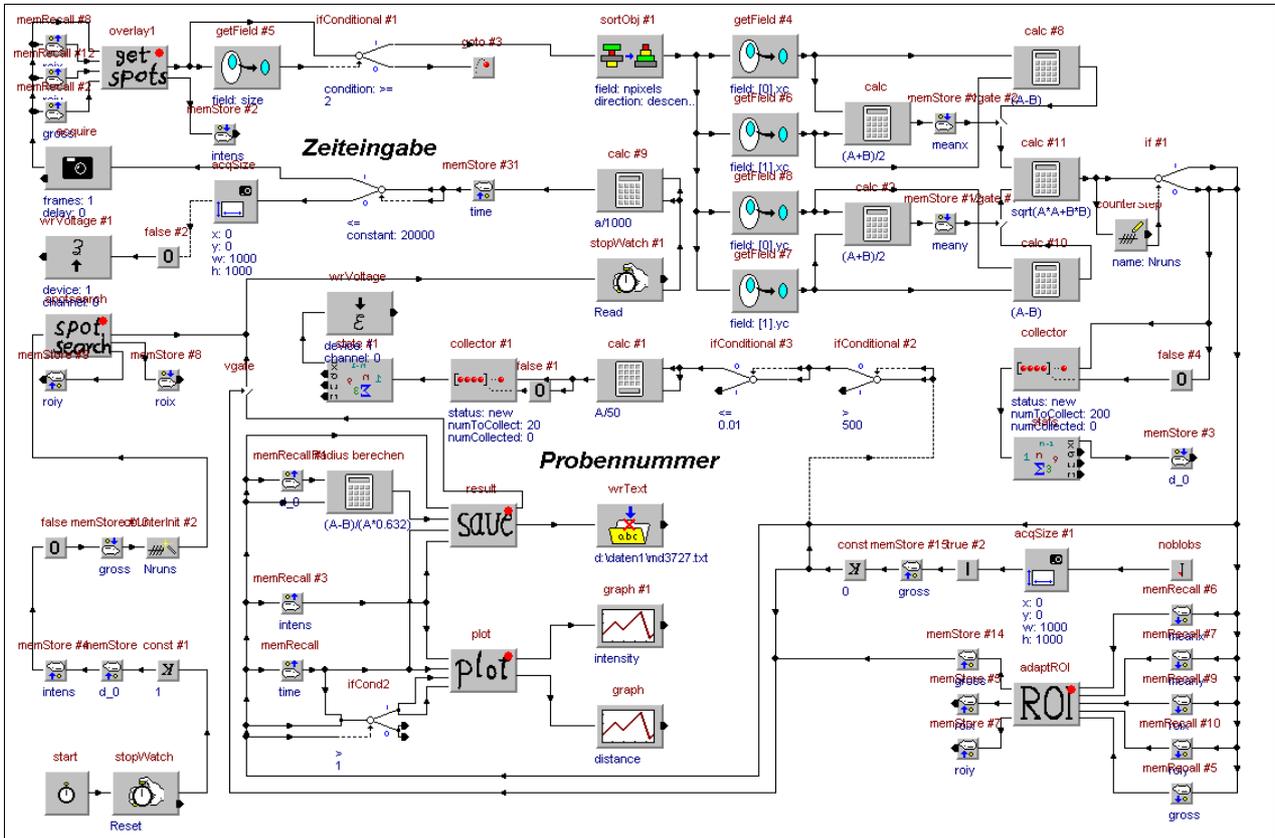


Abbildung 6.24: Haupt-Routine → allgemeine Auswerteschleife der Krümmungsmessung.

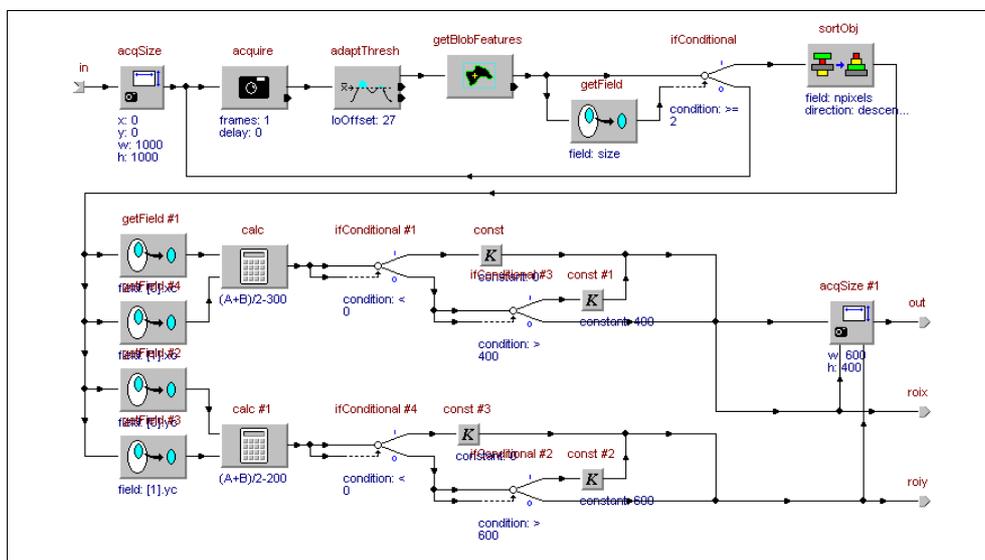


Abbildung 6.25: Sub-Routine: „spot search“ → Initialisierung des auszuwertenden Detektorbereiches.

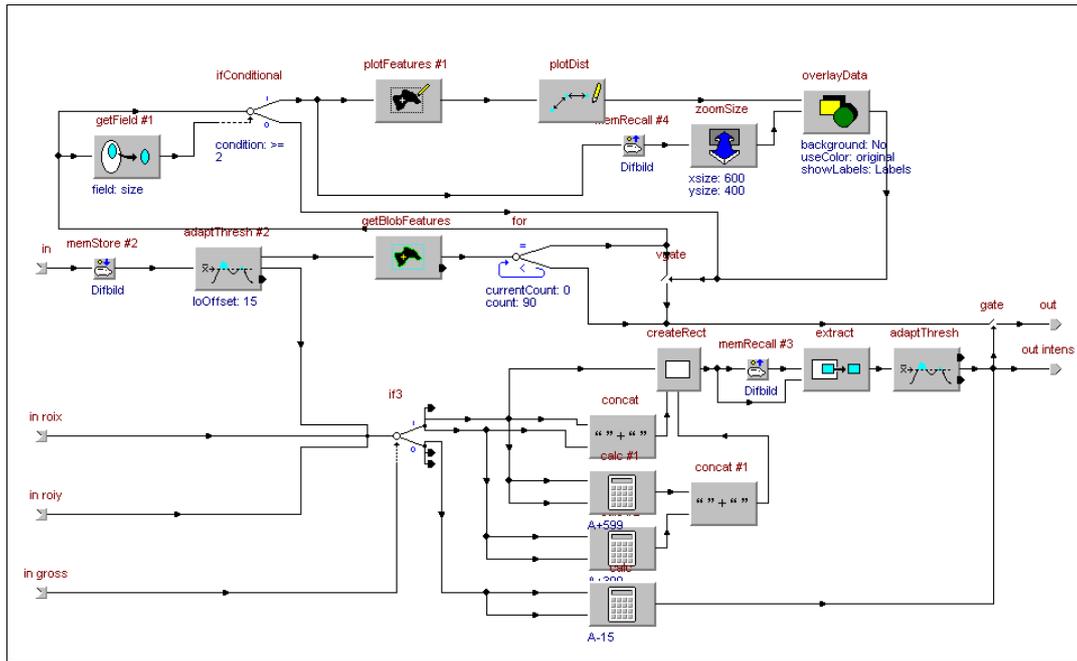


Abbildung 6.26: Sub-Routine: „get spots“ → Bildererkennung und in-situ Darstellung des Kamerabildes.

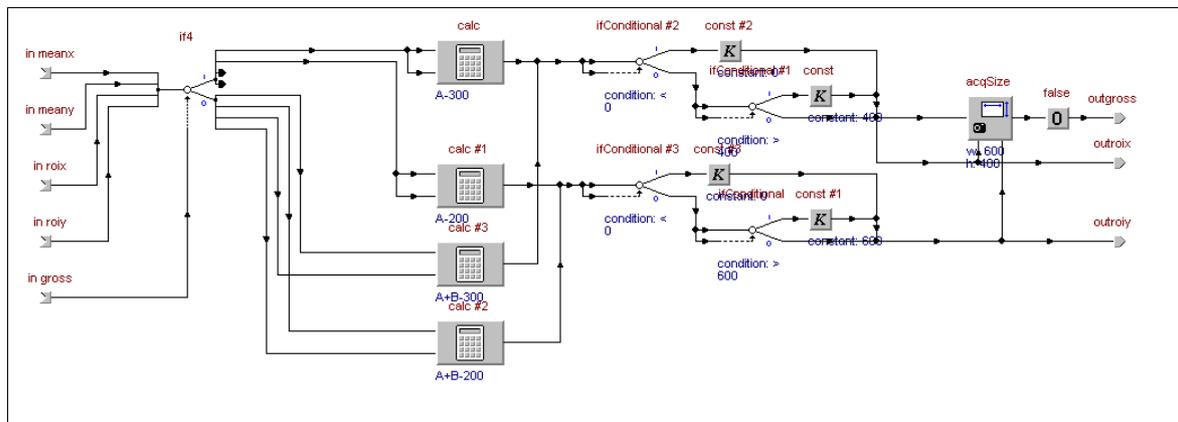


Abbildung 6.27: Sub-Routine: „ROI“ → Neudefinition des auszulesenden Detektorbereiches durch Zentrierung der Laserpunkte.

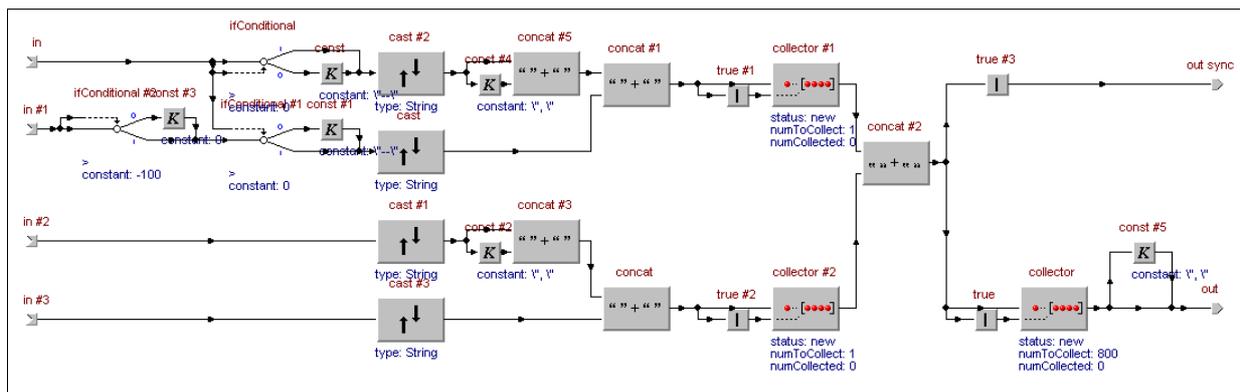


Abbildung 6.28: Sub-Routine: „save“ → periodisches Abspeichern der Messdaten in Tabellenform

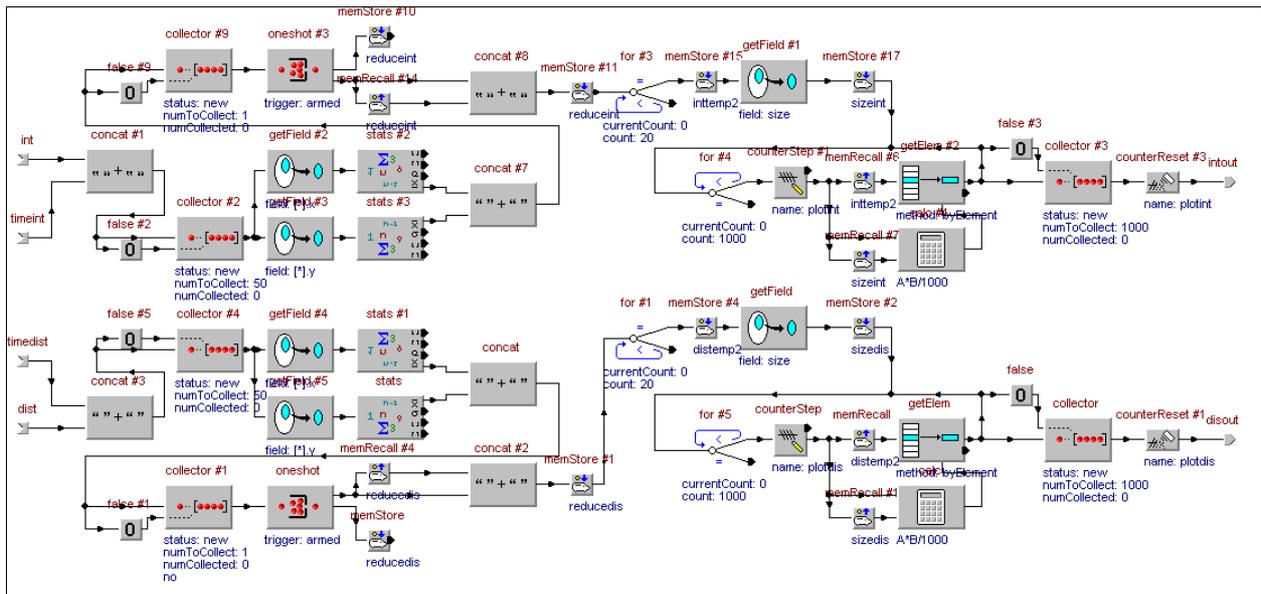


Abbildung 6.29: Sub-Routine: „plot“ → Interpolation und Glättung der Messdaten und Darstellung auf dem Bildschirm

## **6.4. Lebenslauf**

### **Persönliche Daten:**

Name; Vorname: Reiher, geb. Schulze; Fabian  
Geburtsdaten: 30.07.1975, in Gardelegen

verheiratet seit: 04.07.2008

### **Schulbildung:**

1982 – 1990 Polytechnische Oberschule „K. Römling“, Letzlingen  
1990 – 1991 Förderklasse, Erweiterte Oberschule „K.F.W. Wander“, Gardelegen  
1991 – 1994 Gymnasium „Geschw. Scholl“, Gardelegen  
Leistungskurse: Mathematik, Physik  
1994 Abschluss: Abitur

### **Wehrdienst:**

1994 – 1996 2./32 PzGrenBtl. Nienburg/Weser, Ausbildung zum  
Zugführeroffizier

### **Studium:**

1996 – 2002 Studium an der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg  
Diplomstudiengang: Physik  
Abschluss: November 2002 , Note: „sehr gut“  
2003 Promotionsstudent an der Otto-von-Guericke-Universität Magdeburg  
2003 – 2008 wissenschaftl. Mitarbeiter in der Abteilung Halbleiterepitaxie, Otto-  
von-Guericke-Universität Magdeburg

## 6.5. Publikationen

### Teile der vorliegenden Dissertation wurden bereits veröffentlicht:

- F. Schulze, A. Dadgar, A. Krtschil, C. Hums, L. Reissmann, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „MOVPE growth of blue  $In_xGa_{1-x}N/GaN$  LEDs on 150 mm Si(001)“, phys. stat. sol. (c) **5**, 2238 (2008)
- F. Schulze, A. Dadgar, A. Krost, „Epitaxial Group III Nitride Layer on (001)-Oriented Group IV Semiconductors“, Patent US 2008/0157123 A1 (2008)
- A. Dadgar, F. Schulze, M Wieneke, A. Gadanez, J. Bläsing, P. Veit, T. Hempel, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „Epitaxy of GaN on silicon – impact of symmetry and surface reconstruction“, New J. Phys. **9**, 389 (2007)
- F. Schulze, O. Kisel, A. Dadgar, A. Krtschil, J. Bläsing, M. Kunze, I. Daumiller, T. Hempel, A. Diez, R. Clos, J. Christen, A. Krost, „Crystallographic and electric properties of MOVPE grown AlGaIn/GaN-based FETs on Si(001) substrates“, J. Cryst. Growth **299**, 399 (2007)
- F. Schulze, A. Dadgar, F. Bertram, J. Bläsing, A. Diez, P. Veit, R. Clos, J. Christen, A. Krost, „Blue light emitting diodes on Si(001) grown by MOVPE“, phys. stat. sol. (c) **4**, 41 (2007)
- F. Schulze, A. Dadgar, A. Krost, „Epitaktische Gruppe-III-Nitrid-Schicht auf (001)-orientiertem Gruppe-IV-Halbleiter“, Patent DE 102006057064.2 (2006)
- A. Dadgar, P. Veit, F. Schulze, J. Bläsing, A. Krtschil, H. Witte, A. Diez, T. Hempel, J. Christen, R. Clos, A. Krost, „MOVPE growth of GaN on Si – Substrates and strain“, Thin Solid Films **515**, 4356 (2006)
- F. Schulze, A. Dadgar, J. Bläsing, A. Diez, A. Krost, „Metalorganic vapor phase epitaxy grown InGaIn/GaN light-emitting diodes on Si(001) substrate“, Appl. Phys. Lett. **88**, 121114 (2006)
- F. Schulze, A. Dadgar, J. Bläsing, T. Hempel, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „Growth of single-domain GaN layers on Si(001) by metalorganic vapor-phase epitaxy“, J. Cryst. Growth **289**, 485 (2006)

- A. Krost, A. Dadgar, F. Schulze, J. Bläsing, G. Strassburger, R. Clos, A. Diez, P. Veit, T. Hempel, J. Christen, „*In situ monitoring of the stress evolution in growing group-III-nitride layers*“, J. Cryst. Growth **275**, 209 (2005)
- A. Krost, F. Schulze, A. Dadgar, G. Strassburger, K. Haberland, T. Zettler, „*Simultaneous measurement of wafer curvature and true temperature during metalorganic growth of group-III nitrides on silicon and sapphire*“, phys. stat. sol. (b) **242**, 2570 (2005)
- A. Krost, A. Dadgar, F. Schulze, R. Clos, K. Haberland, T. Zettler, „*Heteroepitaxy of GaN on Silicon: In Situ Measurements*“, Materials Science Forum **483-485**, 1051 (2005)
- F. Schulze, A. Dadgar, J. Bläsing, A. Krost, „*GaN heteroepitaxy on Si(001)*“, J. Cryst. Growth **272**, 496 (2004)
- F. Schulze, J. Bläsing, A. Dadgar, A. Krost, „*Influence of buffer layers on MOVPE grown GaN on Si(001)*“, Appl. Phys. Lett. **84**, 4747 (2004)
- A. Dadgar, F. Schulze, T. Zettler, K. Haberland, R. Clos, G. Straßburger, J. Bläsing, A. Diez, A. Krost, „*In situ measurements of strains and stresses in GaN heteroepitaxy and its impact on growth temperature*“, J. Cryst. Growth **272**, 72 (2004)
- A. Dadgar, R. Clos, G. Strassburger, F. Schulze, P. Veit, T. Hempel, J. Bläsing, A. Krtschil, I. Daumiller, M. Kunze, A. Kaluza, A. Modlich, M. Kamp, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „*Strains and Stresses in GaN Heteroepitaxy - Sources and Control*“, in Advances in Solid State Physics **44**, B. Kramer Hrsg., ISBN: 3-540-21148-9, Springer (2004)

#### **sonstige Publikationen in referierten Zeitschriften:**

- A. Dadgar, M. Neuburger, F. Schulze, J. Bläsing, A. Krtschil, I. Daumiller, M. Kunze, K.-M. Günther, H. Witte, A. Diez, E. Kohn, A. Krost, „*High-current AlInN/GaN field effect transistors*“, phys. stat. sol. (a) **202**, 832 (2005)
- M. Neuburger, T. Zimmermann, E. Kohn, A. Dadgar, F. Schulze, A. Krtschil, M. Günther, H. Witte, J. Bläsing, A. Krost, I. Daumiller, M. Kunze, „*Unstrained InAlN/GaN HEMT structure*“, Intern. J. of High Speed Electr. and Systems **14**, 785 (2004)

- A. Dadgar, F. Schulze, J. Bläsing, A. Diez, A. Krost, M. Neuburger, E. Kohn, I. Daumiller, M. Kunze, „*High-Sheet-Charge-Carrier Density AlInN/GaN Field-Effect Transistors on Si(111)*“, Appl. Phys. Lett. **85**, 5400 (2004)
- F. Schulze, J. Bläsing, A. Dadgar, A. Krost, „*Exact determination of indium incorporation in  $(\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN})$ -multiple quantum well structures by X-ray diffraction and -reflectivity and its impact on optical properties*“, Zeitschrift f. Kristallographie **219**, 191 (2004)
- A. Dadgar, M. Poschenrieder, I. Daumiller, M. Kunze, A. Strittmatter, T. Riemann, F. Bertram, J. Bläsing, F. Schulze, A. Reiher, A. Krtschil, O. Contreras, A. Kaluza, A. Modlich, M. Kamp, L. Reißmann, A. Diez, J. Christen, F.A. Ponce, D. Bimberg, E. Kohn, A. Krost, „*Gallium-nitride-based devices on silicon*“, phys. stat. sol. (c) **0**, 1940 (2003)
- F. Schulze, J. Bläsing, A. Dadgar, A. Krost, „*Time-delayed indium incorporation in ultra thin  $(\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{N}/\text{GaN})$  multiple quantum wells grown by metalorganic vapor phase epitaxy*“, Appl. Phys. Lett. **82**, 4558 (2003)
- M. Poschenrieder, K. Fehse, F. Schulze, J. Bläsing, H. Witte, A. Krtschil, A. Dadgar, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „*MOCVD-Grown InGaN/GaN MQW LEDs on Si(111)*“, phys. stat. sol. (c) **0**, 267 (2002)
- M. Poschenrieder, F. Schulze, J. Bläsing, A. Dadgar, A. Diez, J. Christen, A. Krost, „*Bright blue to orange photoluminescence emission from high-quality InGaN/GaN multiple-quantum-wells on Si(111) substrates*“, Appl. Phys. Lett. **81**, 1591 (2002)
- A. Dadgar, M. Poschenrieder, O. Contreras, J. Christen, K. Fehse, J. Bläsing, A. Diez, F. Schulze, T. Riemann, F.A. Ponce, „*Bright, crack-free InGaN/GaN light emitters on Si(111)*“, phys. stat. sol. (a) **192**, 308 (2002)
- A. Krost, J. Bläsing, F. Schulze, O. Schön, A. Alam, M. Heuken, „*X-ray measurements and a new crystallographic growth model*“, J. Cryst. Growth **221**, 251 (2000)

**Eidesstattliche Erklärung**

Hiermit erkläre ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig verfasst und keine anderen als die aufgeführten Hilfsmittel und Quellen verwendet habe.

Magdeburg, den 30.07.2008

Dipl.-Phys. Fabian Reiher