

# Ionenstrahlinduzierte Synthese von Gruppe IV-Nanokristallen in Siliziumkarbid

## Dissertation

zur Erlangung des akademischen Grades  
doctor rerum naturalium (Dr. rer. nat.)

vorgelegt dem Rat der Physikalisch-Astronomischen Fakultät  
der Friedrich - Schiller - Universität Jena

von Dipl.-Phys. Christian Schubert  
geboren am 10. Februar 1974 in Gera

Gutachter:

1. Prof. Dr. rer. nat. Werner Wesch
2. Prof. Dr. rer. nat. Wolfgang Bolse
3. Prof. Dr. rer. nat. Herbert Stafast

Tag der letzten Rigorosumsprüfung: 24. September 2003

Tag der öffentlichen Verteidigung: 25. November 2003

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einleitung</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Stand der Forschung</b>	<b>4</b>
2.1	Siliziumkarbid . . . . .	4
2.1.1	Kristallstruktur . . . . .	4
2.1.2	Physikalische Parameter . . . . .	7
2.2	Ionenimplantation in SiC . . . . .	8
2.3	Lumineszenz aus Nanokristallen – ein Überblick . . . . .	10
2.3.1	Räumliche Beschränkung von Ladungsträgern . . . . .	10
2.3.2	Konsequenzen der Quantisierung . . . . .	12
2.4	Formierung von Nanokristallen . . . . .	14
<b>3</b>	<b>Physikalische Grundlagen</b>	<b>16</b>
3.1	Ion-Festkörper-Wechselwirkung . . . . .	16
3.1.1	Energieverlust und Ionenreichweite in Festkörpern . . . . .	16
3.1.2	Der Kanalisierungseffekt . . . . .	18
3.1.3	Defekterzeugung und Defektausheilung . . . . .	19
3.2	Rutherford-Weitwinkelstreuung (RBS) . . . . .	20
3.2.1	Meßprinzip . . . . .	21
3.2.2	Rückstreausbeute und Kristallqualität . . . . .	23
3.2.3	Untersuchung des Fremdatomeinbaus mittels RBS . . . . .	25
3.2.4	Grenzen der RBS . . . . .	25
3.3	Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) . . . . .	26
3.3.1	Grundlagen und Meßprinzip . . . . .	26
3.3.2	Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX) . . . . .	28
3.3.3	Z-Kontrast-Abbildung (HAADF, HACDF) . . . . .	29
3.3.4	Elektronenenergie-Verlustspektroskopie (EELS) . . . . .	30

---

3.4	Röntgenbeugung . . . . .	30
3.5	Photolumineszenz (PL) . . . . .	31
3.6	Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) . . . . .	32
<b>4</b>	<b>Experimentelle Bedingungen</b>	<b>33</b>
4.1	Verwendetes Substratmaterial . . . . .	33
4.2	Probenpräparation . . . . .	34
4.2.1	Ionenimplantation . . . . .	34
4.2.2	Thermische Nachbehandlung der Proben . . . . .	35
4.2.3	Wasserstoff-Passivierung . . . . .	36
4.3	Meß- und Analyseverfahren . . . . .	37
4.3.1	Rutherford-Weitwinkelstreuung (RBS) . . . . .	37
4.3.2	Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) . . . . .	38
4.3.3	Röntgenbeugung . . . . .	38
4.3.4	Photolumineszenzmessungen (PL) . . . . .	39
4.3.5	Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) . . . . .	39
<b>5</b>	<b>Ergebnisse und Diskussion</b>	<b>40</b>
5.1	Implantation bei Raumtemperatur . . . . .	40
5.1.1	Struktur der implantierten Schicht . . . . .	40
5.1.2	Einfluß der Proben-temperatur auf die implantierte Schicht . . . . .	43
5.2	Implantation bei erhöhten Temperaturen – ein Überblick . . . . .	45
5.2.1	Struktur der implantierten Schicht . . . . .	45
5.2.2	Einfluß der Proben-temperatur auf die implantierte Schicht . . . . .	46
5.3	Auswirkung der Implantationsparameter auf die strukturellen Eigenschaften der implantierten Schichten . . . . .	49
5.3.1	Schädigung der SiC-Matrix durch Hochtemperatur-Implantation . . . . .	49
5.3.2	Ge-Verteilung in Abhängigkeit von Implantationstemperatur und Dosis . . . . .	51
5.3.3	Ge-Einbau in das SiC-Gitter während der Implantation . . . . .	53
5.4	Auswirkung der Kurzzeit-Temperatur auf die Eigenschaften der implantierten Schichten . . . . .	56
5.4.1	Einfluß der Kurzzeit-Temperatur auf Kristallschädigung und Ge-Einbau . . . . .	56
5.4.2	Einfluß von Temperaturzeit und -temperatur auf die Ge-Umverteilung . . . . .	58
5.5	Nachweis und Analyse der Ge-Präzipitate mittels TEM . . . . .	63

---

5.5.1	Nachweis der Ge-Präzipitatbildung mittels HAADF . . . . .	64
5.5.2	Hochenergie-Nachbestrahlung zur Beeinflussung der Clustergröße .	66
5.5.3	Abschätzung der in den Präzipitaten lokalisierten Ge-Menge . . . .	68
5.5.4	Bestimmung der Struktur der Präzipitate mittels hochauflösender TEM . . . . .	70
5.5.5	EELS-Untersuchungen an Nanokristallen – Hinweise auf Quanten- confinement? . . . . .	73
5.6	Untersuchungen an den implantierten Schichten mittels Röntgenbeugung .	75
5.7	Optische Eigenschaften der präparierten Schichten . . . . .	78
5.7.1	Photolumineszenzmessungen . . . . .	78
5.7.2	Wasserstoff-Passivierung . . . . .	80
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung und Ausblick</b>	<b>83</b>

# Kapitel 1

## Einleitung

Es gibt wohl kaum einen Lebensbereich, in dem die Mikroelektronik nicht inzwischen auf breiter Front Einzug gehalten hätte. Forschung, Produktion, Kommunikation, aber auch das tägliche Leben sind in den Industrienationen ohne mikroelektronische Bauelemente heute undenkbar. Immer leistungsfähigere Prozessoren helfen bei der Bearbeitung datenintensiver numerischer Probleme, flächendeckende Mobilfunknetze ermöglichen Kommunikation jederzeit und überall. Doch auch in klassische Bereiche der Industrie dringt die Mikroelektronik immer weiter vor und hilft beispielsweise, bestimmte Anwendungen intelligenter und ressourcenschonender zu realisieren. So hat – als ein Beispiel – die Mikroelektronik auch vom Automobilbau längst Besitz ergriffen, sind elektronisch gesteuerte Verbrennungsmotoren kein Privileg der Luxusklasse mehr.

Je weiter die Mikroelektronik ihre Kinderstube verläßt, umso schwieriger wird es, mit den traditionell angewendeten Halbleitermaterialien die Anforderungen der neuen Anwendungsgebiete zu erfüllen. So verbietet sich beispielsweise der Einsatz von Silizium in bestimmten Bereichen des Motorenbaus, da die für die Funktion der Bauelemente wichtige Halbleitereigenschaft aufgrund der geringen Bandlücke bei hohen Umgebungstemperaturen verlorenght. Andere Anwendungen verlangen eine hohe Durchbruchfeldstärke, ein besonders günstiges Masse-Leistungs-Verhältnis oder weitere spezielle elektronische, mechanische und chemische Eigenschaften.

Siliziumkarbid (SiC) weist eine Vielzahl herausragender Materialeigenschaften auf und könnte deshalb gerade für Anwendungen unter widrigen Bedingungen oder besonderen elektronischen Anforderungen der Halbleiter der Zukunft sein. Besonders hervorzuheben ist hierbei die hohe Bandlücke  $E_g$  des SiC, die je nach Polytyp Werte zwischen 2.39 eV und 3.3 eV erreicht [1]. Eine hohe Wärmeleitfähigkeit ( $4.9 \text{ W cm}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ) [2] ermöglicht hohe Leistungsdichten, die Durchbruchfeldstärke von einigen  $10^6 \text{ V cm}^{-1}$  [3] schafft die Vor-

aussetzung für den Bau von Hochspannungsschaltelementen mit geringen Abmessungen. Hinzu kommt eine hohe Resistenz gegenüber chemischen Umwelteinflüssen und die mechanische Härte des Materials, die der von Diamant kaum nachsteht [4].

Von Nachteil für Anwendungen in der Optoelektronik ist allerdings eine der Haupteigenschaften von SiC: das Material gehört zur Gruppe der indirekten Halbleiter. Damit verbunden ist die nahezu vollständige Unterdrückung strahlender Übergänge angeregter Ladungsträger. Eine effektive Photo- oder Elektrolumineszenz ist in SiC deshalb nicht ohne weiteres möglich.

Um dennoch SiC auch an der Schnittstelle Optik-Elektronik einsetzen zu können, sind Modifikationen an der Bandstruktur des Materials erforderlich. Ein Weg, dies zu realisieren, könnte der Einbau von Halbleiter-Nanokristallen (NC) in eine SiC-Matrix sein. Solche Objekte mit Abmessungen im Bereich weniger Nanometer verändern – so sie aus einem geeigneten Material bestehen – lokal die Bandstruktur des Kristallgitters derart, daß es zur Ausbildung eines „Potentialtopfes“ im Valenz- und Leitungsband kommt. Ladungsträger, die in diesen Bereichen energetisch gebunden sind, können direkt unter Aussendung von Photonen rekombinieren. Dieser als Quantenconfinement bezeichnete Effekt wurde experimentell bereits an Nanokristallen in SiO<sub>2</sub> nachgewiesen. Wählt man als Wirtsgitter einen Halbleiter, ist es theoretisch auch möglich, die Ladungsträger nicht nur optisch, sondern auch über eine angelegte Spannung anzuregen. Dies würde nicht nur Photolumineszenz (PL), sondern auch Elektrolumineszenz an den Nanokristallen ermöglichen.

Im Rahmen des Sonderforschungsbereiches 196 wurde in den vergangenen Jahren an der Universität Jena umfangreiche Forschung zur Problematik der Nanokristalle in SiC betrieben. *Ab initio*-Rechnungen, die im Institut für Festkörpertheorie und theoretische Optik durchgeführt wurden, zeigen die prinzipielle Möglichkeit der Lumineszenz aus Si- oder Ge-Nanokristallen in SiC. Zwei Arbeitsgruppen beschäftigten sich mit der Herstellung dieser kristallinen Einschlüsse auf unterschiedlichen Wegen, unterstützt durch eine Vielzahl von Meß- und Analyseverfahren.

Die vorliegende Arbeit behandelt die Synthese von Gruppe IV-Nanokristallen in SiC mittels Ionenimplantation. Dieses Verfahren hat sich über Jahrzehnte in der Halbleiterindustrie als Standard zum Einbringen von Fremdatomen etabliert. Mittels Ionenimplantation ist es möglich, in definierter Tiefe im Halbleiter Fremdatom-Konzentrationsprofile auch mit steilen Gradienten und Konzentrationen oberhalb der Löslichkeitsgrenze zu erzeugen. Dabei überzeugt das Verfahren durch seine hohe Reproduzierbarkeit, die hohe Prozeßgeschwindigkeit, die exakte und einfache Kontrolle der implantierten Fremdatomdosis sowie die verhältnismäßig niedrigen apparativen Anforderungen beispielsweise an die

Güte des Vakuums in den Beschleunigeranlagen. Von Nachteil ist, daß durch die während der Ionenimplantation in den Halbleiter eingebrachte kinetische Energie der Fremdatome Defekte im Kristallgitter entstehen, die bei entsprechender Wahl der Prozeßparameter (Implantationstemperatur, Implantationsdosis, Masse und kinetische Energie der implantierten Ionen) bis hin zur Amorphisierung, also zur kompletten Zerstörung der Fernordnung im Kristallgitter, führen können. Der Vermeidung beziehungsweise weitgehenden Minimierung dieser Defekte wird in der vorliegenden Arbeit ebenso Augenmerk geschenkt wie der thermischen Nachbehandlung der implantierten SiC-Proben zum Zwecke der weiteren Defektreduzierung und Formierung der nanokristallinen Einschlüsse. Ausführlich behandelt werden auch Fragen zur bevorzugten geometrischen Form der Kristallite, zu deren Orientierung zur SiC-Matrix sowie zum zeitlichen und thermischen Verhalten während der Formierung der Nanokristalle.

Die dabei zur Anwendung gebrachten Meß- und Analyseverfahren entstammen den unterschiedlichsten Gebieten der Physik und demonstrieren somit den hohen Stellenwert von Kooperationen in der Naturwissenschaft.

# Kapitel 2

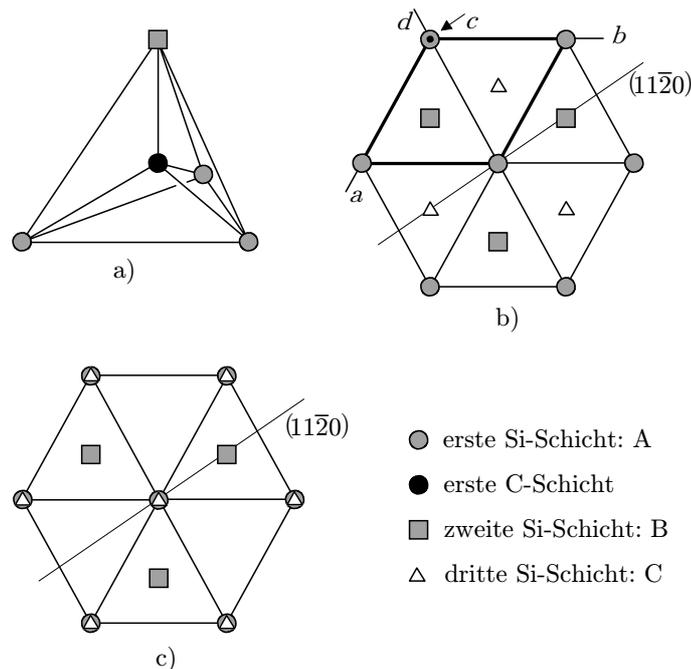
## Stand der Forschung

### 2.1 Siliziumkarbid

Siliziumkarbid (SiC) ist die einzige stabile Verbindung, die Silizium und Kohlenstoff miteinander eingehen. Bereits 1892 entwickelte Acheson ein Verfahren zur industriellen Herstellung von SiC [5]. Die erste Isolierung von natürlichem SiC gelang 1905, nach seinem Entdecker Moissan wurde das Mineral *Moissanite* genannt [6]. Seine erste Anwendung fand das Material schnell aufgrund seiner besonders hohen mechanischen Härte als Schleifmittel *Carborundum*.

#### 2.1.1 Kristallstruktur

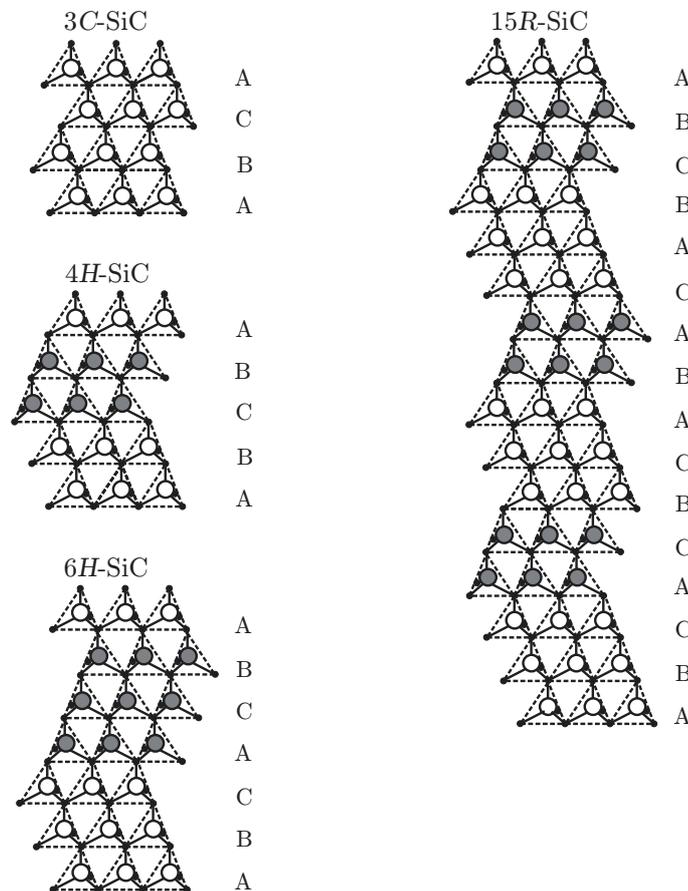
SiC kristallisiert in einer Vielzahl stöchiometrisch identischer, allerdings kristallographisch unterschiedlicher Modifikationen, Polytypen genannt. Derzeit sind über 250 solcher Strukturen bekannt, die alle einen Tetraeder als Grundbaustein aufweisen, in dem ein Atom des einen Elements von je 4 Atomen des anderen Elements umgeben ist (siehe Abb. 2.1a). Die Bindung zwischen Si und C ist nahezu kovalent mit einem ionischen Anteil von  $\approx 12\%$  [7], die Bindungslänge zwischen Si und C beträgt  $\approx 1.889 \text{ \AA}$  [8]. Die Elementartetraeder sind so angeordnet, daß alle Atome in zueinander parallelen Ebenen liegen. Einzig die Stapelfolge der Tetraeder entscheidet über den vorliegenden Polytyp. Die kubische Zinkblendestruktur ist daran zu erkennen, daß die Si-Atome in drei aufeinanderfolgenden Ebenen auf drei unterschiedlichen Plätzen lokalisiert sind (Stapelfolge ABC), während sich bei der hexagonalen Wurtzitstruktur die Si-Atome der dritten Ebene in der Projektion über denen der ersten Ebene befinden, woraus sich die Stapelfolge AB ergibt (Abb. 2.1b, c).



**Abbildung 2.1:** Elementare SiC-Einheitszelle (a), Projektion der Si-Atome in der Zinkblende-Struktur (b) und in der Wurtzitstruktur (c). In (b) sind zusätzlich die Achsen des hexagonalen Koordinatensystems und die Einheitszelle angegeben [4].

Zur Beschreibung der Lage einzelner Atome und Ebenen im SiC wird bevorzugt ein hexagonales Koordinatensystem verwendet, bei dem die drei Achsen  $a$ ,  $b$  und  $d$  in einer Ebene unter einem Winkel von jeweils  $120^\circ$  und die vierte Achse  $c$  senkrecht zu dieser Ebene angeordnet sind. Interessant ist dabei die in Abb. 2.1b und 2.1c eingezeichnete senkrecht auf der  $[11\bar{2}0]$ -Richtung stehende  $(11\bar{2}0)$ -Ebene, die alle zur Charakterisierung des Polytyps relevanten Atome enthält. In der Literatur wird zur Beschreibung des vorliegenden Polytyps häufig die Nomenklatur von Ramsdell [9] verwendet. Ramsdell gibt die Anzahl der in  $c$ -Richtung zur Komplettierung einer Einheitszelle des jeweiligen Polytyps nötigen Si-Atome in Verbindung mit einem die Kristallsymmetrie beschreibenden Großbuchstaben ( $C$ =kubisch,  $H$ =hexagonal,  $R$ =rhomboedrisch) an. Der ausschließlich kubische Polytyp wird demnach mit  $3C$ -SiC, die hexagonale Wurtzitstruktur mit  $2H$ -SiC bezeichnet. Alle anderen Polytypen stellen Mischformen aus kubischen und hexagonalen Strukturen dar. Aufgrund der möglichen quasi-kubischen oder quasi-hexagonalen Umgebung existieren in diesen Polytypen inäquivalente Gitterplätze, die als  $c$ -Plätze und  $h$ -Plätze bezeichnet werden. Jagodzinski [10] nutzt dies für eine weitere Nomenklatur, die die Abfolge der  $h$ - und  $c$ -Plätze in der jeweiligen Einheitszelle beschreibt. Daraus ergibt sich auch eine Möglichkeit zur Angabe der sogenannten „Hexagonalität“, also des Anteils

der Gitterplätze mit quasi-hexagonaler Umgebung. In Abb. 2.2 sind die Stapelfolgen einiger SiC-Polytypen in der Projektion auf die  $(11\bar{2}0)$ -Ebene dargestellt, Tab. 2.1 stellt Ramsdell- und Jagodzinski-Nomenklatur für die gebräuchlichsten Polytypen gegenüber.



**Abbildung 2.2:** Stapelfolgen der elementaren Tetraeder von 3C-, 4H-, 6H- und 15R-SiC in der Projektion auf die  $(11\bar{2}0)$ -Ebene. Die kleinen Punkte repräsentieren C-Atome, die großen Kreise Si-Atome.

**Tabelle 2.1:** Ramsdell- [9] und Jagodzinski-Nomenklatur [10] für die gebräuchlichsten SiC-Polytypen.

Stapelfolge	ABC	AB	ABC $\bar{B}$	ABCACB	ABCACBCABACBCB
Ramsdell	3C	2H	4H	6H	15R
Jagodzinski	c	h	hc	hcc	hcchc
Hexagonalität [%]	0	100	50	33	40

### 2.1.2 Physikalische Parameter

Siliziumkarbid ist ein indirekter Halbleiter, der erste Nachweis indirekter Übergänge gelang Choyke und Patrick im Jahre 1957 [11]. Die speziellen elektrischen Parameter variieren je nach Polytyp teils erheblich, während die mechanischen und thermischen Eigenschaften kaum eine Abhängigkeit vom Polytyp aufweisen. Besonders ausgeprägt ist die Abhängigkeit der Bandlücke von der vorliegenden SiC-Modifikation: sie reicht von  $E_g = 2.3$  eV beim 3C-SiC bis zu  $E_g = 3.3$  eV beim 4H-SiC [1]. Damit weist SiC im Vergleich zu allen anderen derzeit technologisch genutzten Halbleitern die mit Abstand größte Bandlücke auf, was das Material für Anwendungen bei hohen Temperaturen interessant macht. Eine im Vergleich zu Silizium um den Faktor 5-6 höhere Durchbruchfeldstärke ermöglicht deutlich kleinere Strukturen im Design von SiC-Halbleiterbauelementen, die hohe Spannungen schalten sollen. Ebenfalls hervorzuheben sind die hohe thermische Stabilität und Wärmeleitfähigkeit des Materials, seine mechanische Härte (Härte 8 auf der *Mohs*-Skala [4]) und die ausgeprägte Resistenz gegenüber chemischen Einflüssen. Einige grundlegende Parameter sind in Tab. 2.2 zusammengefasst.

**Tabelle 2.2:** Wesentliche Parameter der gebräuchlichsten SiC-Polytypen im Vergleich zu Si und GaAs (Werte aus [1, 2, 3, 12, 13, 14]).

	3C-SiC	4H-SiC	6H-SiC	Si	GaAs
Bandlücke bei $T = 0$ K [eV]	2.3	3.3	3.0	1.1	1.42
Elektronenbeweglichkeit $\perp c$ bei $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ [ $\text{cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ ]	750	800	370	1100	6000
Löcherbeweglichkeit $\perp c$ bei $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ [ $\text{cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ ]	40	115	90	420	320
Durchbruchfeldstärke bei $10^{17} \text{ cm}^{-3}$ [ $\text{MV cm}^{-1}$ ]	4	3	3.2	0.6	0.6
Schmelztemperatur [K]	Sublimation oberhalb 2075			1683	1513
Dichte [ $\text{g cm}^{-3}$ ]	3.21			2.33	5.32
atomare Dichte [ $10^{22} \text{ cm}^{-3}$ ]	9.642			4.95	4.36
Verlagerungsenergie [eV]	Si: 35, C: 25			14	Ga: 8.8, As: 10.1
Wärmeleitfähigkeit [ $\text{W cm}^{-1} \text{ K}^{-1}$ ]	4.9			1.5	0.5

## 2.2 Ionenimplantation in SiC

In dem Maße, in dem SiC als Halbleiter Verwendung findet, nimmt auch das Interesse an detailliertem Wissen über das Schädigungsverhalten von SiC bei Ionenimplantation zu. Dies ist der Tatsache geschuldet, daß die Ionenimplantation das einzige praktikable Verfahren zur selektiven Dotierung des Materials darstellt. Ein Einsatz von Diffusionsprozessen zum Einbringen von Fremdatomen in SiC scheidet aufgrund der äußerst niedrigen Diffusionskoeffizienten und der im Vergleich zu anderen Halbleitern wesentlich höheren notwendigen Temperaturen [2,15,16] aus. In [17] werden 14 Veröffentlichungen aufgeführt, die sich mit der Strahlenschädigung in SiC durch Ionenimplantation und deren Ausheilung durch nachfolgende Temperprozesse beschäftigen. Dabei traten teilweise Widersprüche zwischen den einzelnen Arbeiten auf, ein systematisches Bild konnte nicht gewonnen werden. Deshalb wurden Mitte der 90er Jahre am Institut für Festkörperphysik der Friedrich-Schiller-Universität Jena umfangreiche Untersuchungen zur Strahlenschädenerzeugung in 6H-SiC und zum Ausheilverhalten der Defekte durchgeführt [17]. Dabei fanden Ga<sup>+</sup>-Ionen Verwendung, deren Schädigungsverhalten aufgrund der nahezu identischen Masse mit dem der in der vorliegenden Arbeit genutzten Ge<sup>+</sup>-Ionen vergleichbar ist.

Es zeigt sich bei Raumtemperatur-Implantation ( $T_I = 296$  K) eine starke Abhängigkeit der Kristallschädigung von der implantierten Ionendosis und eine generell leichte Amorphisierbarkeit des Materials. Bereits Dosiswerte von  $N_I = 3 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ Ga}^+$ , implantiert mit einer Energie von  $E_0 = 230$  keV, sind für die Amorphisierung eines oberflächennahen Bereiches mit einer Dicke von etwa 60 nm ausreichend. Für 200 keV Ge<sup>+</sup> wird in [18] als kritische Dosis für Amorphisierung bei  $T_I = 296$  K ebenfalls ein Wert von  $N_I = 3 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  angegeben. Ermittelt man die zur Amorphisierung des Substrates nötige Anzahl an Deplazierungen je SiC-Gitteratom  $n_{dpa}$  (**d**isplacements **p**er **a**tom<sup>1</sup>), so zeigt sich, daß bereits ein Wert von  $n_{dpa} = 0.3$  dpa zur Zerstörung der Fernordnung im Kristallgitter ausreicht [17]. Für die Praxis bedeutet dies, daß Implantationsdosen im Bereich von  $N_I = 1 \times 10^{16} \dots 1 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$ , die für die Ausbildung einer genügend hohen Anzahl nanokristalliner Einschlüsse in der SiC-Matrix erforderlich sind, unweigerlich zur Amorphisierung des SiC führen. Schon allein aus diesem Grund sind nachfolgende Temperprozesse unvermeidlich. In [17] wird die zur kompletten Rekristallisation der amorphen Schicht notwendige Temperatur mit  $T_A = 1273$  K angegeben, die erforderliche Temperzeit liegt unterhalb einer Minute. Die beobachtete Rekristallisation erfolgt aller-

---

<sup>1</sup> $n_{dpa}$  berechnet sich aus dem Wert der nuklearen Energiedeposition ( $dE/ds$ )<sub>n</sub>, angegeben als Deplazierungen je Ion und Weglänge, der Implantationsdosis  $N_I$  sowie der atomaren Dichte  $N$  der Matrix zu  $n_{dpa} = \frac{N_I \times (dE/ds)_n}{N}$ .

dings keinesfalls perfekt; die rekristallisierten Schichten weisen starke Störungen durch Versetzungen und Defektagglomerate auf, es kommt zur Ausbildung polykristalliner Bereiche. Höhere Temperaturen (bis  $T_A = 1875$  K) bewirken die Ausbildung stabiler Defektkomplexe. Auch das mögliche Auftreten von Polytyptransformationen während der Temperung wird erwähnt [17, 19, 20, 21, 22]. Hierbei rekristallisieren Teile des vor der Implantation hexagonalen SiC während des Temperns im kubischen Polytyp. In [22] wird vermutet, daß dafür ein Effekt verantwortlich ist, der auch im Falle des Wachstums epitaktischer Schichten auftritt: diese wachsen auf  $6H$ -SiC-Substrat bei Temperaturen oberhalb  $1975$  K als  $6H$ -SiC, unterhalb als  $3C$ -SiC.

Bei Implantationstemperaturen unterhalb  $T_I = 296$  K findet sich kaum eine Temperaturabhängigkeit der Strahlenschädenbildung. Für  $T_I = 83$  K und  $T_I = 296$  K wird in [17] eine nahezu identische Dosisabhängigkeit der Kristallschädigung angegeben. Im anschließenden Bereich bis  $T_I = 473$  K ist zwar eine Verschiebung zu höheren Dosiswerten für einen bestimmten Schädigungsgrad zu erkennen, die Amorphisierung setzt allerdings auch dann noch rasch ab einer bestimmten Implantationsdosis ein.

Dieses Verhalten ändert sich bei Implantationstemperaturen oberhalb  $T_I = 575$  K. Die Schädigung wächst dann mit der Implantationsdosis nur langsam an, eine Amorphisierung wird selbst bei  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  nicht erreicht. Eine detaillierte Begründung dafür wird in [17] gegeben, hierbei spielt die Diffusion von Defekten aus den durch die implantierten Ionen geschädigten Bereichen heraus eine wesentliche Rolle. Im Temperaturbereich um  $T_I = 1073$  K erreicht die Kristallschädigung ein Minimum, bei höheren Implantationstemperaturen steigt sie wieder leicht an. Hierfür wird die Bildung ausgedehnter und sehr stabiler Defektstrukturen bereits während der Implantation verantwortlich gemacht.

Für die hier durchgeführten Arbeiten bedeutet dies, daß zur Vermeidung einer Amorphisierung des SiC die Ionenimplantation bei erhöhten Temperaturen durchgeführt werden muß. Für die systematischen Untersuchungen zur Formierung der nanokristallinen Einschlüsse wurde deshalb ein Temperaturbereich von  $T_I = 875 \dots 975$  K gewählt.

Über das Einbauverhalten der implantierten Fremdatome lagen kaum Ergebnisse vor. Für niedrige Implantationstemperaturen, die zur Amorphisierung des SiC führen, sind Aussagen zum Einbau der Fremdatome weder möglich noch sinnvoll. Im Bereich höherer Implantationstemperaturen zeigt sich, daß ein Großteil der Fremdatome entweder – wie in [17] dargestellt – substitutionell auf Gitterplätzen eingebaut ist oder, was aus dieser Veröffentlichung nicht hervorgeht, sich auf Plätzen innerhalb des SiC-Gitters befindet, die mit dem gewählten Meßverfahren (RBS, siehe Kap. 3.2) ein zum substitutionellen Einbau analoges Meßergebnis zur Folge haben. Hierfür kommen beispielsweise Zwischengitter-

plätze entlang der  $\langle 0001 \rangle$ -Achse des SiC in Frage. Die Kristallstruktur bietet entlang dieser Achse viel Platz für Zwischengitteratome, die sich dann „im Schatten“ der Atome des Wirtsgitters befinden und deshalb nicht mittels RBS detektiert werden können.

Die strukturellen Veränderungen des SiC während der Ionenimplantation haben eine Veränderung der Dichte des Materials zur Folge. Besonders ausgeprägt ist dieser Effekt im Falle der Ausbildung amorpher Schichten. In [17] wird für durch unterschiedliche Implantationsparameter amorphisiertes 6H-SiC eine Dichte von  $\rho_a = 2.82 \text{ g cm}^{-3}$  angegeben, andere Quellen liefern Werte von  $\rho_a = 2.73 \text{ g cm}^{-3}$  [23] bzw.  $\rho_a = 2.9 \text{ g cm}^{-3}$  [18]. Diese im Vergleich zu anderen Halbleitermaterialien wie Si ( $\rho_a/\rho_c = 0.98$ ) oder GaAs ( $\rho_a/\rho_c = 0.95$ ) wesentlich stärker ausgeprägte Verringerung der Dichte auf etwa 91–85 % des Wertes von kristallinem, ungeschädigten SiC muß bei der Implantation hoher Dosiswerte bei niedriger Temperatur beachtet werden, da auch die durch nachfolgende Temperung initiierte Rekristallisation durch die Volumenänderung negativ beeinflusst werden kann.

## 2.3 Lumineszenz aus Nanokristallen – ein Überblick

### 2.3.1 Räumliche Beschränkung von Ladungsträgern

Schichtungen von Halbleitern, *Heterostrukturen* genannt, nehmen aufgrund ihrer räumlich unterschiedlichen elektronischen Eigenschaften Einfluß auf die Bewegung der Ladungsträger. Existiert bei einem einzelnen Halbleiter großer Ausdehnung eine definierte Bandlücke<sup>2</sup>  $E_g$ , so kommt es bei der Schichtung zweier Halbleiter mit unterschiedlicher Bandlücke an der Grenzfläche zu einer Banddiskontinuität, die für Ladungsträger (Elektronen und/oder Löcher) eine energetische Barriere (Potentialsprung) darstellt und deren Bewegung einschränkt (Abb. 2.3).

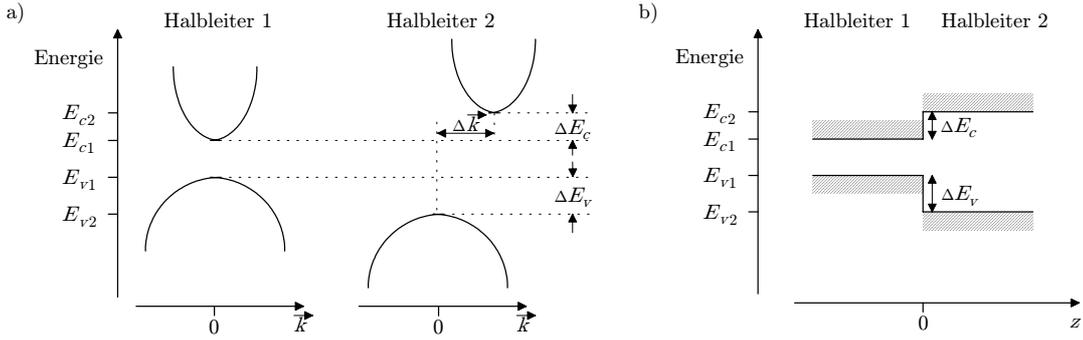
Eine Doppel-Heterostruktur mit dünner Zwischenschicht (Quantenwall<sup>3</sup>) ermöglicht somit, die freie Bewegung der Ladungsträger in einer Dimension auf wenige Atomlagen zu begrenzen. Dadurch kommt es zu Quantisierungseffekten der Energiewerte:

$$E_n(\vec{k}_{\parallel}) = \frac{\hbar^2}{2m_x^*} k_x^2 + \frac{\hbar^2}{2m_y^*} k_y^2 + \varepsilon_n \quad n = 0, 1, \dots \quad (2.1)$$

Die Größen  $m_x^*$  und  $m_y^*$  stellen die effektiven Massen der Ladungsträger in der Ebene der freien Bewegung ( $x$ - $y$ -Ebene) mit Wellenzahlvektor  $\vec{k}_{\parallel} = \vec{k}_x + \vec{k}_y$  dar. Senkrecht zu dieser Ebene ist die freie Bewegung aufgrund der Potentialbarrieren nicht möglich. Stattdessen

<sup>2</sup>Bandlücke: engl. *band gap*, deshalb auch  $E_g$  als Symbol der Bandlückenenergie

<sup>3</sup>Quantenwall: engl. *quantum well*



**Abbildung 2.3:** Schematische Darstellung der Banddiskontinuität an der Grenze zweier Halbleiter (Heterostruktur) im Impulsraum (a) und im Ortsraum (b). Halbleiter 1 weist eine direkte, Halbleiter 2 eine indirekte Bandlücke auf.

tritt hier eine Quantisierung der Energiewerte auf. Die  $\varepsilon_n$  können bei Annahme eines unendlich hohen rechteckigen Potentialtopfes der Breite  $d_z$  mit

$$\varepsilon_n \simeq \frac{\hbar^2}{2m_z^*} k_{z,n}^2 = \frac{\hbar^2}{2m_z^*} \left( \frac{\pi}{d_z} \right)^2 (n+1)^2 \quad n = 0, 1, \dots \quad (2.2)$$

exakt angegeben werden [24]. Für die zugehörigen Wellenfunktionen ergibt sich

$$\varphi_n(z) = \sqrt{\frac{2}{d_z}} \sin\left(\frac{\pi(n+1)z}{d_z}\right) \quad . \quad (2.3)$$

Es ist ersichtlich, daß bei endlich hoher Potentialbarriere einige Energieniveaus  $\varepsilon_n$  im Potentialtopf lokalisiert sein können. Die elektronische Zustandsdichte ist hierbei im Intervall  $(\varepsilon_n \dots \varepsilon_{n+1})$  wegen des konstanten Beitrages der  $x$ - $y$ -Ebene konstant, es tritt eine Stufenfunktion auf.

Erfolgt eine weitere Einschränkung der freien Bewegung der Ladungsträger auf eine Dimension (Quantendraht<sup>4</sup>) und schließlich auf quasi-nulldimensionale Quantenpunkte<sup>5</sup>, so finden sich für letztere gebundene Zustände für einzelne Elektronen bzw. Löcher mit von der Größe des Quantenpunktes abhängigen Energieeigenwerten  $\varepsilon_n$ . Die elektronische Zustandsdichte der Ladungsträger ist allein durch diese diskreten Energiewerte gegeben:

$$\frac{dN}{dE} \propto \sum_{\varepsilon_n} \delta(E - \varepsilon_n) \quad . \quad (2.4)$$

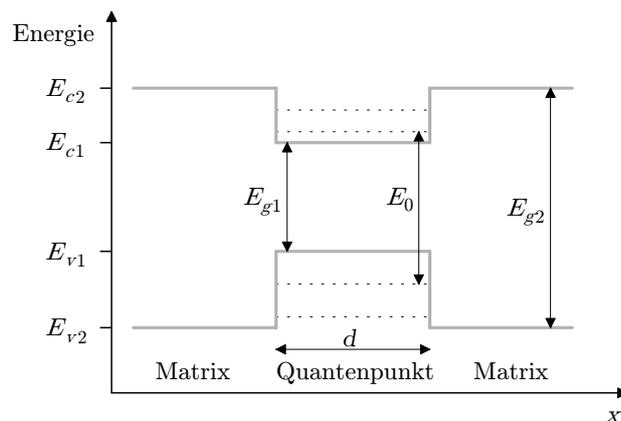
Nanokristalle (NC), also kristalline Einschlüsse in einem Halbleiter mit Abmessungen im Nanometerbereich, können als Quantenpunkte aufgefaßt werden, wenn die dafür nötigen Anforderungen an die Bandstruktur erfüllt werden. Die Energieeigenwerte (insbesondere  $\varepsilon_0$ ) müssen für optische Anwendungen im Größenbereich um 1 eV liegen.

<sup>4</sup>Quantendraht: engl. *quantum wire*

<sup>5</sup>Quantenpunkt: engl. *quantum dot*, Abkürzung QD

### 2.3.2 Konsequenzen der Quantisierung

Gelingt es nun, durch Kombination zweier geeigneter Halbleiter Elektronen und Löcher gleichzeitig in Potentialmulden zu binden, werden auch im Falle indirekter Halbleiter strahlende Elektron-Loch-Rekombinationen möglich (Abb. 2.4), deren Energie von der räumlichen Ausdehnung  $d$  der Quantenpunkte abhängig ist. Damit bestimmt die Größe der Nanokristalle die Wellenlänge  $\lambda$  der emittierten Photonen. Diese Eigenschaft („blue shift“, Verschiebung der Wellenlänge in den blauen Spektralbereich mit abnehmender Kristallitgröße) wird als ein Kriterium für das tatsächliche Auftreten von Quantisierungseffekten bei experimentellen Untersuchungen genutzt. Die einfachste Erklärung für diese exzitonische Rekombination<sup>6</sup> liefert die *Heisenbergsche* Unschärferelation: da der Ort der Ladungsträger in den Quantenpunkten stark lokalisiert ist ( $\Delta x, \Delta y, \Delta z \rightarrow 0$ ), ergibt sich eine Impulsunschärfe  $\Delta p$ , die vergleichbar ist mit der Verschiebung  $\Delta k$  zwischen dem Maximum des Valenzbandes und dem Minimum des Leitungsbandes im Impulsraum (siehe Abb. 2.3 a, Halbleiter 2) und damit die Wahrscheinlichkeit strahlender Rekombinationen erhöht, ohne daß Phononen in den Prozeß einbezogen werden müssen.

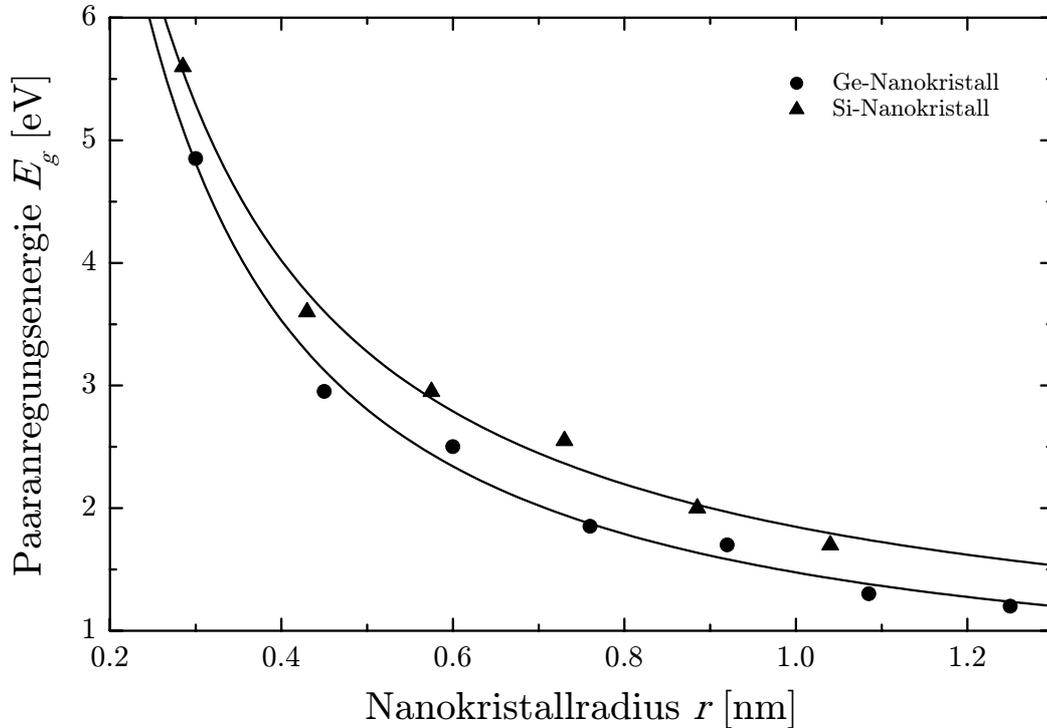


**Abbildung 2.4:** Schematische Darstellung eines Quantenpunktes mit diskretisierten Energieeigenwerten für die gebundenen Elektronen und Löcher im Ortsraum. Die Bandabstände  $E_{g1}$  und  $E_{g2}$  der beteiligten Halbleiter sowie die Energie des niedrigsten Übergangs  $E_0$  im Quantenpunkt sind eingezeichnet. Zur Veranschaulichung sind die Zusammenhänge nur eindimensional dargestellt.

Am Institut für Festkörperphysik und Theoretische Optik der Universität Jena erfolgten *ab initio*-Rechnungen an freien Nanokristallen unter strengen Annahmen: so waren alle offenen Bindungen an den NC-Oberflächen mittels Wasserstoffatomen abgesättigt, auch wurde von mechanisch spannungsfreien Kristalliten (Atomabstände entsprechend denen

<sup>6</sup>Exziton: durch *Coulomb*-Wechselwirkung gebundenes Elektron-Loch-Paar

des kristallinen Bulk-Materials) ausgegangen [25]. Die Anregungsenergie der Elektron-Loch-Paare für freie abgesättigte Ge- und Si-Nanokristalle in Abhängigkeit des Nanokristallradius' ist in Abb. 2.5 dargestellt.



**Abbildung 2.5:** Anregungsenergie der Elektron-Loch-Paare für freie, mit Wasserstoff abgesättigte Ge- bzw. Si-Nanokristalle. Dargestellt ist der niedrigste energetische Übergang in Abhängigkeit vom Radius der Nanokristalle (nach [25]).

Aufgrund der geringeren reduzierten Masse  $m_{\text{ex}}^*$  eines Exzitons und der größeren statischen Dielektrizitätskonstante  $\epsilon$  ist der effektive Bohr-Radius für Ge ( $\tilde{a}_{\text{Ge}} \sim 17.7$  nm) deutlich größer als für Si ( $\tilde{a}_{\text{Si}} \sim 4.9$  nm) [26], wonach bei Ge-NC deutlicher ausgeprägte Quanteneffekte zu erwarten sind. Die Tatsache, daß sich bei Ge die direkte exzitonische Rekombination energetisch nur gering von der indirekten unterscheidet ( $E_{g,\text{dir}}^{\Gamma-\Gamma} \sim 0.805$  eV,  $E_{g,\text{ind}}^{\text{L}-\Gamma} \sim 0.664$  eV) [1] und die nach *ab initio*-Rechnungen deutlich höhere Oszillatorstärke für Nanokristalle aus Ge im Vergleich zu Si [25] sprechen darüber hinaus ebenfalls für das System Ge-NC in SiC. Eine Einbettung erscheint jedoch nur in hexagonalem SiC sinnvoll, da sich dann eine Typ-I-Heterostruktur wie in Abb. 2.4 ausbildet. Im Falle von 3C-SiC als Matrix liegt eine Typ-II-Heterostruktur vor, die Elektronen sind in der Matrix, die Löcher jedoch im Nanokristall lokalisiert.

## 2.4 Formierung von Nanokristallen

Bedingt durch die vorhergesagten Eigenschaften nanokristalliner Strukturen und deren Anwendbarkeit für optische Zwecke [27, 28, 29] aufgrund Erhöhung der Strahlungseffizienz indirekter Übergänge erhielt die Forschung auf diesem Gebiet in den vergangenen Jahren einen zunehmend höheren Stellenwert. Von besonderem Interesse sind Nanokristalle in vergrabenen Schichten des umgebenden Grundmaterials, da sie nicht nur Photolumineszenz (PL), sondern bei Einbettung in einen Halbleiter auch Elektrolumineszenz (EL) ermöglichen können und darüber hinaus gut gegen Umwelteinflüsse geschützt sind. Publikationen liegen vor allem zu in  $\text{SiO}_2$  und  $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$  eingebetteten Si- und Ge-Nanokristallen vor. Die Herstellung dieser Strukturen erfolgte dabei sowohl über den Weg der Ionenimplantation [30, 31] als auch über den Einbau der Fremdatome bereits während der Herstellung der die Nanokristalle aufnehmenden Matrix mittels Sputtern [32], Co-sputtern [33] oder auch durch chemische Umwandlungen wie beispielsweise die Oxidation von SiGe oder chemische Gasphasenabscheidung [34]. In allen Fällen war zur Formierung von Nanokristallen eine anschließende Temperbehandlung nötig.

In Abhängigkeit von den Prozeßparametern bildeten sich während der Temperung Kristallite mit einem Radius im Bereich weniger Nanometer. Neben der strukturellen Untersuchung dieser Einschlüsse mittels bildgebender Verfahren wie der Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) oder Röntgenbeugung, die die Bestimmung von Größe und Kristallstruktur der NC zum Ziel haben, wurden durch zahlreiche Gruppen auch Photolumineszenzmessungen durchgeführt. Die dabei gefundenen Photolumineszenzbanden im sichtbaren und infraroten Spektralbereich konnten überwiegend auf Defektzentren zurückgeführt werden. Zum einen kommt als Ursprung der Photolumineszenz die  $\text{SiO}_2$ -Matrix selbst in Frage [30, 31, 35], andererseits wurden auch PL-Banden gefunden, die eindeutig mit der Existenz von Nanokristallen in der Matrix in Verbindung stehen. Diese mit den Nanokristallen korrelierte PL sollte – wenn sie tatsächlich auf räumliche Quantisierungseffekte in den NC zurückzuführen wäre – eine signifikante Abhängigkeit der PL-Energie von der NC-Größe aufweisen (siehe Abschnitt 2.3). In einer Vielzahl von Veröffentlichungen konnte dies aber nicht gezeigt werden. Vielmehr werden die während der NC-Formierung an der Oberfläche derselben entstehenden gestörten Bindungen („dangling bonds“) sowie nicht durch Quantisierungseffekte hervorgerufene Übergänge in den Nanokristallen selbst als Ursprung der Lumineszenz angesehen [31, 36, 37]. Nur in einer kleinen Anzahl an Veröffentlichungen wird von einer ausgeprägten Abhängigkeit der Lumineszenzenergie von der NC-Größe berichtet [32, 33, 38]. In [38] wird ein Modell dis-

kutiert, nachdem die für die Lumineszenz aus Nanokristallen verantwortlichen Exzitonen nahe der Oberfläche der NC lokalisiert sind. Dies belegt zusätzlich die Notwendigkeit kleiner Nanokristalle mit hohem Oberflächen-Volumen-Verhältnis.

Publikationen zur Formierung von Gruppe IV-Nanokristallen in SiC waren zum Zeitpunkt des Beginns unserer Arbeiten nicht bekannt. Ob sich in SiC durch Ionenimplantation und nachfolgende Temperung nanokristalline Einschlüsse herstellen lassen, konnte deshalb nur aus den verfügbaren Materialparametern gemutmaßt werden. Aus [39] wurden Werte entnommen, aus denen gefolgert werden kann, daß zwischen Ge und SiC nur geringe Wechselwirkungen bestehen. Dies wird aus dem Vergleich des Benetzungsverhaltens von Ge auf SiC mit dem von Si auf SiC deutlich (siehe Tab. 2.3). Begründet wird dieses Verhalten mit der Tatsache, daß Ge bezüglich C inert und bezüglich Si nur schwach wechselwirkend ist.

**Tabelle 2.3:** Benetzungsverhalten zwischen Ge bzw. Si und SiC (Werte aus [39]).

	Ge auf SiC	Si auf SiC
Benetzungswinkel	100...113°	30...38°
Adhäsionsenergie	365 erg cm <sup>-2</sup>	1320 erg cm <sup>-2</sup>

Erhebliche Unterschiede bestehen auch zwischen den kristallographischen Eigenschaften von Ge und SiC, die den substitutionellen Einbau hoher Ge-Konzentrationen in das SiC-Gitter unwahrscheinlich erscheinen lassen. So steht einem mittleren Atomabstand in [111]-Richtung von 5.63 Å bei Ge ein Wert von 3.08 Å in [0001]-Richtung bei hexagonalem SiC gegenüber, die Raumgruppen sind mit P6<sub>3</sub>mc bei hexagonalem SiC und A4 bei Ge ebenfalls unterschiedlich [39]. Die Bildung von GeC ist bis zu Temperaturen von 3443 K nicht beobachtet worden [40, 41]. Es konnte also davon ausgegangen werden, daß sich implantiertes Germanium zu einem großen Teil nicht in das SiC-Gitter einbaut, sondern energetisch günstigere Strukturen in der SiC-Matrix bildet.

# Kapitel 3

## Physikalische Grundlagen

### 3.1 Ion-Festkörper-Wechselwirkung

Die Ionenimplantation stellt ein apparativ leicht beherrschbares, schnelles und großtechnisch ausgereiftes Verfahren zur Einbringung von Fremdatomen in Festkörper dar. Die beschleunigten Ionen treten dabei in den Festkörper ein und geben ihre kinetische Energie über Stoß- und Streuprozesse an den Kernen und Elektronenhüllen der Festkörperatome ab. Dies kann zur Veränderung der ursprünglichen Struktur des Festkörpers führen, die sowohl erwünscht (bewußte Modifikation des Festkörpers, Änderung optischer, elektrischer oder mechanischer Parameter) als auch unerwünscht (Schädigung der kristallinen Struktur) sein kann. Schon deshalb ist eine genaue Kenntnis der Wechselwirkungsmechanismen bei Ionenimplantation unerlässlich. Auch für die Bestimmung der Tiefenverteilung implantierter Ionen ist die Kenntnis dieser Mechanismen nötig.

#### 3.1.1 Energieverlust und Ionenreichweite in Festkörpern

Bereits um 1900 wurden durch Lenard und Rutherford erste Untersuchungen zur Reichweite geladener Teilchen in Festkörpern durchgeführt. Bohr berechnete aufbauend auf den Stoßgesetzen der klassischen Mechanik den Energieverlust schwerer Ionen bei Stößen mit Atomen des Targetmaterials [42]. Durch quantenmechanische Betrachtungen gelang es Bethe und Bloch später, exaktere Ausdrücke für den Energieverlust der Ionen im Bereich hoher kinetischer Energien anzugeben [43, 44, 45]. Für den Bereich niedriger Energien existieren Theorien von Firsov [46] und Lindhard [47].

Allgemein kann die Vielzahl an Wechselwirkungen, die beim Einschuß geladener Teilchen in Festkörper auftritt, grob nach den Stoßpartnern klassifiziert werden [42]:

1. unelastische Stöße der Ionen mit Atomen des Festkörpers  
⇒ elektronischer Energieverlust,
2. elastische Stöße der Ionen mit Kernen des Festkörpers  
⇒ nuklearer Energieverlust,
3. unelastische Stöße der Ionen mit Kernen des Festkörpers,
4. elastische Stöße der Ionen mit Atomen des Festkörpers,
5. *Cerenkov*-Strahlung.

Der Anteil der einzelnen Wechselwirkungsmechanismen an der Abbremsung der eingeschossenen Ionen wird durch die Ionenenergie  $E_0$ , die Ionenmasse  $M_1$ , die Ordnungszahl  $Z_2$  des Targetmaterials sowie dessen atomare Dichte  $N_0$  bestimmt. Im für Implantationen im Rahmen dieser Arbeit genutzten Massen- und Energiebereich sind nur die Effekte des elektronischen und nuklearen Energieverlustes von Relevanz.

Zur quantitativen Beschreibung der Abbremsprozesse der Ionen werden elementspezifische Bremsquerschnitte für elektronische ( $S_e$ ) und nukleare ( $S_n$ ) Abbremsung eingeführt:

$$S_{e,n}(E) = -\frac{1}{N_0} \left( \frac{dE}{ds} \right)_{e,n} . \quad (3.1)$$

Unter der Voraussetzung, daß elektronischer und nuklearer Energieverlust voneinander statistisch unabhängig sind, gilt für den Energieverlust pro Wegeinheit  $dE/ds$  der in einen Festkörper eingeschossenen Ionen [42]:

$$-\frac{dE}{ds} = N_0 [S_n(E) + S_e(E)] . \quad (3.2)$$

Das Maximum des elektronischen Bremsquerschnittes liegt für leichte Ionen ( $\text{He}^+$ ) im Bereich einiger MeV, für schwere Ionen im Bereich einiger 100...1000 MeV Ionenenergie. Bei niedrigen Energien und hohen Ionenmassen dominiert der nukleare Beitrag deutlich die Abbremsung. Dieser Bereich wurde zuerst von Lindhard, Scharff und Schiøtt theoretisch untersucht [48, 49], wobei sich auf amorphe Medien beschränkt wurde.

Besteht das Targetmaterial aus mehreren Elementen, so kann der resultierende Gesamtbremsquerschnitt nach der *Braggschen* Regel [50] anteilig aus den Bremsquerschnitten bezogen auf die einzelnen Targetelemente berechnet werden.

Sind die Bremsquerschnitte bekannt, kann Gl. 3.2 integriert werden und man erhält die mittlere Weglänge  $R$  eines mit der Energie  $E_0$  in das amorphe Medium eingeschossenen Teilchens:

$$R = \frac{1}{N_0} \int_0^{E_0} \frac{dE}{S_n(E) + S_e(E)} . \quad (3.3)$$

Aufgrund der auftretenden Stoßprozesse ist der Weg der Ionen im Festkörper nicht geradlinig. Die sogenannte projizierte Reichweite, die angibt, in welcher Tiefe entlang der Einschußrichtung die maximale Anzahl an Ionen einer bestimmten Masse und Anfangsenergie  $E_0$  zur Ruhe kommt, ist von wesentlich größerem praktischen Interesse als die mittlere Weglänge. Die statistische Natur der zum Energieverlust beitragenden Prozesse in einem amorphen Target bewirkt eine Schwankung der projizierten Reichweite um einen Mittelwert  $R_p$  mit einer Standardabweichung  $\Delta R_p$ . Ausgehend von diesen Größen läßt sich eine gaußförmige Reichweiteverteilung  $N(z)$  der implantierten Ionen angeben [42]:

$$N(z) = \frac{N_I}{\sqrt{2\pi}\Delta R_p} \exp\left[-\frac{(z - R_p)^2}{2\Delta R_p^2}\right] \quad (3.4)$$

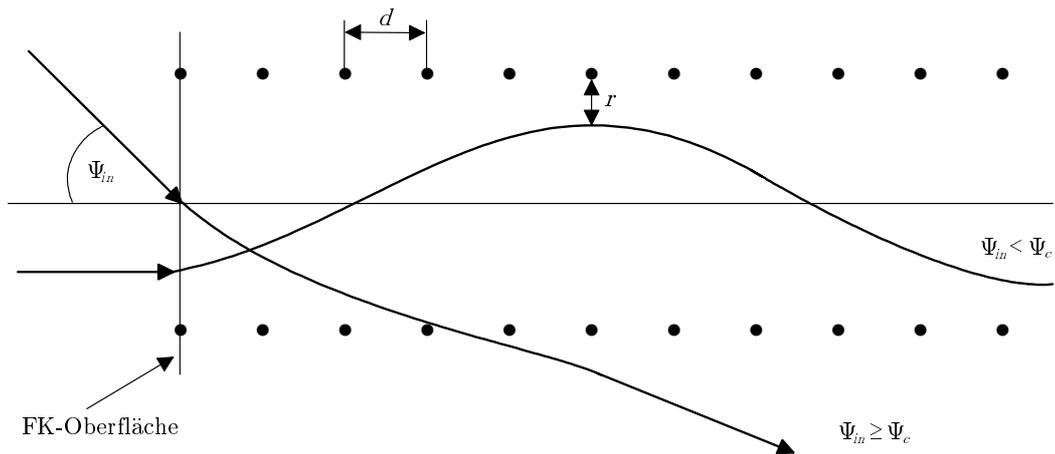
In der Praxis haben sich zur Kalkulation von projizierter Reichweite und Abbremsung in amorphen Medien Monte-Carlo-Simulationsrechnungen durchgesetzt. Das Programmpaket TRIM [51] hat dabei international eine hohe Popularität erreicht. Es wurde in der Version 97.06 auch für Berechnungen in vorliegender Arbeit verwendet.

### 3.1.2 Der Kanalisierungseffekt

Erfolgt der Einschuß geladener Teilchen nicht in amorphe, sondern in einkristalline Targets, sind im Vergleich zu den im vorangegangenen Kapitel beschriebenen Vorgängen deutlich andere Effekte zu erwarten.

Aufgrund der periodischen Anordnung der Gitteratome in einem Kristall können eingeschossene Ionen bei entsprechender Orientierung der Einschußachse zum Kristallgitter ( $\Psi_{in} < \Psi_c$ , siehe Abb. 3.1) „Kanäle“ vorfinden, in denen sie sich mit stark verringerter Wahrscheinlichkeit von Kernstößen bewegen können. Die Führung erfolgt dabei durch das periodische Gitterpotential der regelmäßig angeordneten Atome des Targetmaterials. Eine Annäherung auf weniger als  $10^{-2} \dots 10^{-3}$  nm an die Gitteratome kommt nicht zustande [50], Weitwinkelstreuung tritt nicht auf. Dieser Effekt wird als Kanalisierungseffekt bezeichnet.

Die Abbremsung der Ionen erfolgt nun vorwiegend über unelastische Stöße mit Elektronen der Gitteratome, so daß kein nennenswerter Impulsübertrag stattfindet. Die Reichweite kanalisierter Ionen erhöht sich somit gegenüber der Reichweite bei Einschuß in ein amorphes Medium beträchtlich. Für Kernstöße, die ein Ion aus dem Kanal auslenken können, zeichnen vor allem Atome auf Zwischengitterplätzen verantwortlich. Dadurch eignet sich der Kanalisierungseffekt zum Nachweis deplazierter Atome und damit zur Untersuchung der Kristallqualität (siehe Kap. 3.2). Bei der Ionenimplantation ist der Kanalisierungseffekt unerwünscht, da die projizierte Reichweite der eingeschossenen Ionen in Abhängigkeit



**Abbildung 3.1:** Schematische Darstellung des Kanalisierungseffektes [42]. Dargestellt ist die Bahn eines senkrecht in den Kanal eintretenden Ions ( $\Psi_{in} < \Psi_c$ ). Aufgrund des periodischen Gitterpotentials erfolgt eine Führung des Ions, so daß es ohne Kernstöße in den Kristall eindringen kann. Der minimale Abstand zu den Atomreihen beträgt  $r$ , der Atomabstand in den Reihen  $d$ . Erfolgt der Einschub unter einem großen Winkel ( $\Psi_{in} \geq \Psi_c$ ), kann das Gitterpotential die Komponente der kinetischen Energie des Ions senkrecht zur Kanalachse nicht kompensieren. Das Ion bricht aus dem Kanal aus („Dekanalisation“).

von der Orientierung des Ionenstrahls zu den Kristallachsen erheblich schwanken kann. Aus diesem Grunde erfolgt die Implantation unter einem Winkel von  $8^\circ$  zur  $c$ -Achse der Probe.

### 3.1.3 Defekterzeugung und Defektausheilung

Die bei der Abbremsung eingeschossener Ionen auf den Festkörper übertragene Energie kann vielfältige Veränderungen in Nah- und Fernordnung der Gitteratome hervorrufen. In Abhängigkeit von Masse und Energie der Ionen, der Implantationstemperatur sowie Masse der Festkörperatome und deren Bindungsverhältnis kommt es zur Verlagerung (Displacement) einzelner Atome von ihren Gitterplätzen und damit zur Ausbildung von Frenkelpaaren bestehend aus Gitterleerstellen (Vakanzen) und Zwischengitteratomen. Ist die übertragene Energie ausreichend hoch, kann das gestoßene und in Bewegung befindliche Festkörperatom seinerseits weitere Atome stoßen und von ihren Gitterplätzen verlagern, es kommt zur Ausbildung von Stoßkaskaden. Ist eine hohe Anzahl an Atomen in einem kleinen räumlichen Bereich gleichzeitig in Bewegung, kann von einer lokalen Aufheizung des Gitters („thermal spike“) gesprochen werden. Dabei werden für einen Zeitraum von

$10^{-12}$  s Temperaturen von einigen 100 K bis 1000 K erreicht [52]. Anschließend erfolgt in der Phase der Abkühlung eine partielle Neuordnung des Kristallgitters, verbunden mit teilweiser Defektausheilung und Defektdiffusion. Wird eine kritische Energiedichte in den Stoßkaskaden überschritten, kann es zur Amorphisierung des Festkörpers, also zur Aufhebung der Fernordnung im Kristallgitter, kommen.

Für die Beschreibung der Defektbildungsmechanismen wurden in der Vergangenheit mehrere Modelle entwickelt [53, 54, 55]. Diese Modelle berücksichtigen in unterschiedlichem Maße auch bereits während der Implantation stattfindende Ausheilprozesse (*in situ*-Ausheilung), die besonders bei erhöhten Implantationstemperaturen auftreten können. Zusätzlich zu diesen Ausheilprozessen kann eine geeignete Nachbehandlung implantierter Proben Defektstruktur und -verteilung maßgeblich beeinflussen. So können Punktdefekte diffundieren und somit Zwischengitteratome mit Gitterleerstellen rekombinieren. Auch die Bildung ausgedehnter Defektkomplexe durch Zusammenlagerung einzelner Defekte ist möglich. Amorphe Schichten können ausgehend von benachbartem kristallinen (ungeschädigtem) Material rekristallisieren, oder es bilden sich kristalline Einschlüsse innerhalb amorphisierter Schichten. Auch der Einbau implantierter Fremdatome erfolgt zu einem Großteil erst nach zusätzlicher Energiezufuhr. Als geeignete Verfahren für die Aktivierung dieser Prozesse kommen neben der konventionellen Ofentemperatur [22, 56, 57] auch Ionenstrahlprozesse selbst (Ionenstrahlrekristallisation, siehe [18]), Laserbestrahlung der implantierten Schichten [58] oder Blitzlampenausheilung [56, 59] infrage.

In [17] wird die Strahlenschädenerzeugung und -ausheilung bei Ionenimplantation in SiC ausführlich dargestellt.

### 3.2 Rutherford-Weitwinkelstreuung (RBS)

Die *Rutherford*-Weitwinkelstreuung (**R**utherford **B**ackscattering **S**pectrometry) ermöglicht die Untersuchung oberflächennaher Bereiche von Festkörpern im Hinblick auf stöchiometrische Zusammensetzung, Dicke von Schichten bekannter Stöchiometrie, Grenzflächenrauigkeiten sowie kristalline Qualität und damit beispielsweise Aussagen zur Schädigung von Einkristallen nach Ionenimplantation. Die analysierbare Tiefe liegt im Bereich bis einige  $\mu\text{m}$ . Eine ausführliche Beschreibung dieses Ionenstrahl-Meßverfahrens wird beispielsweise in [50] gegeben.

### 3.2.1 Meßprinzip

Bei der *Rutherford*-Weitwinkelstreuung wird ein auf einen Durchmesser von etwa 1 mm abgeblendeter Strahl aus leichten Ionen (üblicherweise  $H^+$  oder  $He^+$ ) mit einer Energie  $E_0$  auf den zu untersuchenden Festkörper gerichtet. Ein Teil der in das Material eintretenden Ionen wird an Atomen des Festkörpers gestreut und kann wieder aus der Probe austreten. Mittels eines unter festem Winkel  $\Theta$  installierten und einen Raumwinkel  $\Omega$  erfassenden Detektors wird die Energie der rückgestreuten Ionen aufgenommen und von der Meßelektronik als Histogramm über der Rückstreue Energie  $E_2$  aufgetragen.

Die Energie eines direkt an der Festkörperoberfläche rückgestreuten Ions ergibt sich zu

$$E_2 = kE_0 \quad . \quad (3.5)$$

Der sogenannte kinematische Faktor  $k$  wird aus den Stoßgesetzen der klassischen Mechanik berechnet [50]:

$$k = \left( \frac{\cos \Theta + \sqrt{\left(\frac{M_2}{M_1}\right)^2 - \sin^2 \Theta}}{1 + \frac{M_2}{M_1}} \right)^2 \quad . \quad (3.6)$$

Dabei stellt  $M_1$  die Masse des rückgestreuten Ions sowie  $M_2$  die Masse des am Stoß beteiligten Festkörperatoms dar. Im Falle von mit Ge implantiertem SiC ergeben sich drei kinematische Faktoren ( $k_{Si}$ ,  $k_C$ ,  $k_{Ge}$ ) und somit drei elementspezifische Rückstreueenergien für Stöße an der Festkörperoberfläche. Eine hohe Massenaufösung ergibt sich für große Rückstreuwinkel  $\Theta$ , große Ionenmasse  $M_1$  und kleine Masse  $M_2$  der Festkörperatome [50]. Ionen, die in einer Tiefe  $z$  im Festkörper rückgestreut werden, haben auf dem Weg zum Stoßpartner über den in Kap. 3.1 beschriebenen Prozess des elektronischen Energieverlustes bereits kinetische Energie abgegeben. Nach dem Kernstoß verlieren sie weitere Energie auf dem Weg zurück zur Festkörperoberfläche. Für die im Detektor registrierte kinetische Energie der wieder aus dem Festkörper ausgetretenen Ionen gilt somit

$$E_2 = kE_0 - k \int_0^{\frac{z}{\cos \phi_1}} \left( \frac{dE}{ds} \right)_{in} dx - \int_0^{\frac{z}{\cos \phi_2}} \left( \frac{dE}{ds} \right)_{out} dx \quad , \quad (3.7)$$

wobei  $\phi_1$  und  $\phi_2$  Eintritts- sowie Austrittswinkel der Ionen relativ zur Oberflächennormale und  $(dE/ds)_{in/out}$  den energieabhängigen Energieverlust im Targetmaterial angeben.

Für Targets, die nur aus einem chemischen Element bestehen, ergibt sich so ein recht einfaches Energiespektrum. Es existiert eine von  $M_1$ ,  $M_2$ ,  $E_0$  und  $\Theta$  abhängige maximale Energie  $E_2^{max}$ , oberhalb der keine rückgestreuten Ionen registriert werden. Diese Energie

besitzen Ionen, die direkt an der Festkörperoberfläche reflektiert werden. Erfolgt der Kernstoß in einer Tiefe  $z$ , so weist das rückgestreute Ion eine niedrigere Energie auf. Mittels Gl. 3.6 und 3.7 kann eine Energie-Tiefenkonvertierung vorgenommen werden, aus der die Tiefe des Kernstoßes ermittelt werden kann.

Im Falle mehrkomponentiger Targets (mehrere Elemente, Schichtsysteme) überlagern sich die Spektren der einzelnen Komponenten entsprechend der jeweiligen Atommasse und der Tiefe im Festkörper, wodurch sich die Auswertung des Energiespektrums der rückgestreuten Ionen erschwert oder unter bestimmten Bedingungen eine eindeutige Zuordnung zum Stoßpartner nicht mehr gegeben sein kann. Unter Verwendung von Gl. 3.7 und der in [50] tabellierten Werte des elektronischen Bremsquerschnitts kann die Tiefe abgeschätzt werden, in der es zur Überlagerung der Energiespektren von beispielsweise Si und C kommt. Dabei findet sich unter den gewählten Meßbedingungen ( $\text{He}^+$ ,  $E_0 = 1.4 \text{ MeV}$ ,  $\Theta = 170^\circ$ ,  $\phi_1 = 0^\circ$ ) ein Wert von etwa  $z = 500 \text{ nm}$ . Die oberflächennahen Ge-Konzentrationsprofile (Tiefenbereich um  $z = 100 \text{ nm}$ ), die im Rahmen dieser Arbeit untersucht wurden, erzeugen aufgrund der im Vergleich zu Si und C deutlich höheren atomaren Masse von Ge ein in Richtung höherer Energien absepariertes Spektrum, das eine einfache Auswertung des Einbauverhaltens der implantierten Ge-Atome ermöglicht. Auch die Rückstreausbeute  $dY_i$ , also die Anzahl der aus einem Tiefenbereich  $dz$  in einen bestimmten Raumwinkel  $\Delta\Omega$  rückgestreuten Ionen, ist elementspezifisch und von der Kernladungszahl  $Z_i$  des entsprechenden Targetatoms abhängig [50]:

$$dY_i = n \cdot \left( \frac{d\sigma}{d\Omega_i} \right) \cdot \Delta\Omega \cdot N_i \cdot dz \quad , \quad (3.8)$$

wobei  $n$  die Zahl der eingeschossenen Ionen,  $N_i$  die atomare Dichte der Targetkomponente  $i$  und  $(d\sigma/d\Omega)_i$  deren *Rutherford*-Streuquerschnitt darstellen. Letzterer ist ebenfalls tabelliert, die Werte sind in [50] zu finden. Unter der Annahme eines unabgeschirmten *Coulomb*potentials für die Wechselwirkung der Ionen mit den Atomkernen des Targets läßt sich der *Rutherford*-Streuquerschnitt angeben [50]:

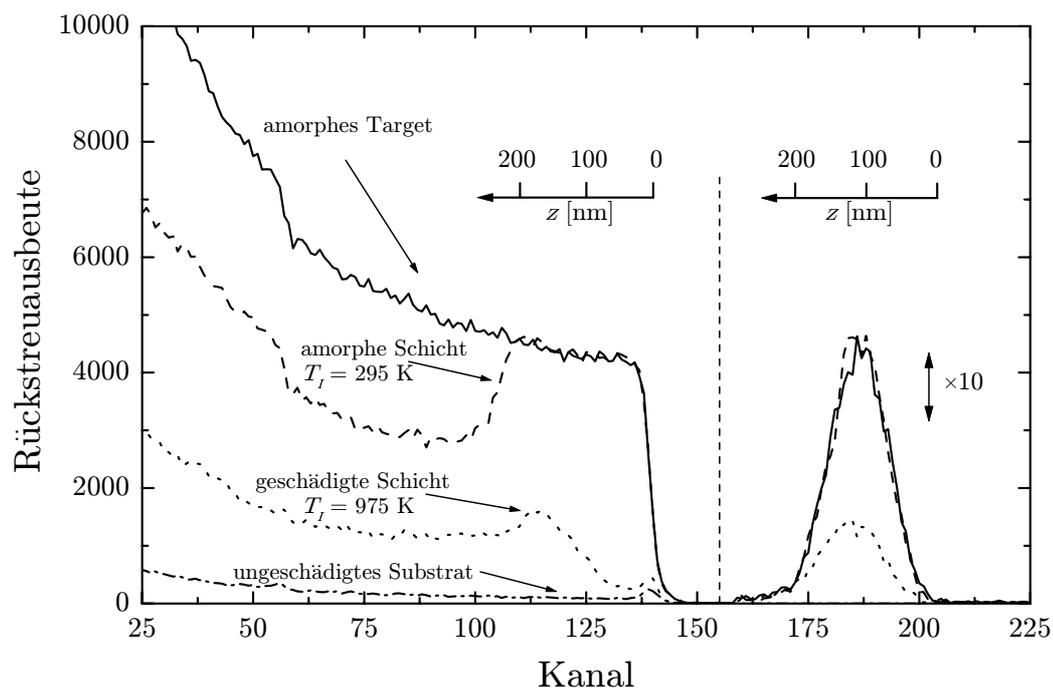
$$\left( \frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_i \simeq \left( \frac{Z_1 Z_i e^2}{16\pi\epsilon_0 E} \right)^2 \cdot \left( \sin \frac{\Theta}{2} \right)^{-4} \quad . \quad (3.9)$$

Dabei verkörpert  $E$  die Energie der Ionen unmittelbar vor dem Stoß. Es ist ersichtlich, daß der *Rutherford*-Streuquerschnitt und damit die Rückstreausbeute mit dem Quadrat der Kernladungszahl  $Z_i$  des Stoßpartners skaliert. Die Rückstreuung an schweren Elementen führt somit zu einer deutlich höheren Ausbeute im RBS-Spektrum.

### 3.2.2 Rückstreuerausbeute und Kristallqualität

Erfolgt der Einschub der Ionen in kristallines Material in Richtung einer niedrig indizierten Kristallachse, sinkt die Wahrscheinlichkeit für Kernstöße aufgrund des Kanalisierungseffektes. Kernstöße treten beim perfekten Kristall dann nur noch bevorzugt an der Festkörperoberfläche auf. Im Energiespektrum der rückgestreuten Ionen findet sich ein sogenannter Oberflächenpeak für jede Atommasse der Oberflächenschicht des zu untersuchenden Materials. Aus größeren Tiefen werden kaum Rückstreueignisse registriert, so daß die Rückstreuerausbeute merklich geringer ist als bei einem nicht kanalisierten Ionenstrahl. Die Ursache für Rückstreueignisse an einem perfekt kristallinen Target liegt in der Dekanalisierung des Ionenstrahls an thermisch schwingenden Gitteratomen sowie der Wechselwirkung mit Elektronen des Targetmaterials.

Ist das Kristallgitter des zu untersuchenden Materials geschädigt, treten bevorzugt Stöße mit deplazierten Gitteratomen auf. Aus den RBS-Spektren können somit Rückschlüsse auf Konzentration, Art und Verteilung der Defekte im Kristallgitter gewonnen werden.



**Abbildung 3.2:** Energiespektren nach Rückstreuung an mit Ge implantiertem  $4H$ -SiC. Neben einer in Zufallsrichtung orientierten Probe zur Simulation eines amorphen Targets und einem unimplantierten Substrat sind die Energiespektren für je eine bei Raumtemperatur sowie  $T_I = 975$  K implantierte Probe dargestellt. Implantationsenergie  $E_0 = 250$  keV, Implantationsdosis  $N_I = 1 \times 10^{16}$  cm $^{-2}$ , Messung mit 1.4 MeV He $^{+}$ -Ionen unter einem Rückstreuwinkel von  $\Theta = 170^\circ$ .

Abbildung 3.2 zeigt die Energiespektren rückgestreuter Ionen, im folgenden kurz Rückstreuenspektren genannt, am Beispiel von mit Ge implantiertem 4H-SiC. Die deutlich verringerte Rückstreausbeute bei Messung in Kanalisierungsrichtung an einem ungeschädigten kristallinen Substrat ist ebenso zu erkennen wie die teilweise Schädigung des Kristallgitters im Tiefenbereich 80...230 nm nach Implantation bei  $T_I = 975$  K. Erfolgt die Implantation bei Raumtemperatur, erreicht die Rückstreausbeute im Bereich der Kristallschädigung den Wert einer amorphen Probe. Aus Sicht der RBS hat sich somit eine amorphe Schicht ausgebildet. Ebenfalls deutlich zu erkennen ist die Abhängigkeit der Rückstreuenergie von der atomaren Masse des Stoßpartners. Obwohl die implantierten Ge-Atome in einer Tiefe um  $z = 100$  nm lokalisiert sind, erscheint aufgrund der höheren Atommasse von Ge das Rückstreusignal bei einer im Vergleich zur Rückstreuung an den Si-Atomen der SiC-Matrix deutlich höheren Energie (höhere Kanalnummern) und ermöglicht so eine saubere Trennung der einzelnen Komponenten des Spektrums. Die Tiefenskalierungen für Rückstreuung an Ge bzw. Si sind eingezeichnet. Die Rückstreuenspektren sind diskret, sie repräsentieren Häufigkeiten in Energieintervallen. Zu besserer Visualisierung sind in dieser Arbeit jedoch alle Spektren als durchgezogene Linien dargestellt.

Um eine von der zur Messung verwendeten Ionendosis unabhängige Größe zu erhalten, werden die Rückstreuenspektren normiert:

$$\chi_{min} = \frac{Y_{al}}{Y_{ran}} \quad . \quad (3.10)$$

Dabei stellt  $Y_{al}$  den Wert der Rückstreausbeute bei kanalisiertem Einschuss (*aligned*-Richtung) und  $Y_{ran}$  den Wert bei Einschuss in ein amorphes Target oder in Zufallsrichtung (*random*-Richtung) dar.  $\chi_{min}$  selbst wird als Minimalausbeute bezeichnet.

Um aus den gewonnenen RBS-Spektren Aussagen zur Tiefenverteilung der Defekte ableiten zu können, ist eine Energie-Tiefen-Konvertierung nötig. Dazu wird mit den zur Messung an den Proben verwendeten Parametern zuerst ein Eichtarget bekannter Stöchiometrie vermessen. Aus den dabei gewonnenen Werten der Oberflächenenergien  $E_2^{max}$  der Elemente des Eichtargets (angegeben als Kanal-Nummer der Meßelektronik) kann eine Zuordnung der Atommassen zur Energieskala vorgenommen werden. Über Gl. 3.6 und 3.7 wird dann die Zuordnung der Rückstreuenergie zur Tiefe im Festkörper vorgenommen. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit wurde hierfür das FORTRAN-Programm ETODEC (Energy-To-Depth-Conversion) genutzt, das mit den tabellierten Werten von  $S_e(E)$  aus Gl. 3.1 eine iterative numerische Integration durchführt. Anschließend kann aus der Minimalausbeute und den bekannten Materialparametern des Festkörpers mittels des Programms DICADA 2 (Dechanneling In Crystals and Defect Analysis) die Verteilung der

deplazierten Gitteratome über der Tiefe berechnet werden. DICADA 2 nutzt hierfür ein Modell zur Beschreibung der axialen Dekanalisation der Ionen [60, 61, 62]. Der Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit liegt nicht auf der Untersuchung der Kristallschädigung durch die Ionenimplantation, so daß für weitergehende Aussagen auf [17] verwiesen wird.

### 3.2.3 Untersuchung des Fremdatomeinbaus mittels RBS

Der Kanalisierungseffekt des Ionenstrahls ermöglicht auch Aussagen über den Einbau der implantierten Atome in das Kristallgitter. Erfolgt dieser Einbau nicht vollständig, verbleiben also implantierte Atome auf Zwischengitterplätzen, kann eine erhöhte Rückstreuerausbeute an diesen Atomen auftreten. Dies ist immer dann der Fall, wenn die Atome in den „Kanälen“ liegen, die durch das Potential der Atome des Wirtsgitters gebildet werden. Implantierte Atome, die auf Zwischengitterplätzen innerhalb der Atomreihen **entlang** der Kristallachse, die für die Kanalisierungsmessung verwendet wird, liegen, sind durch die Atome des Kristallgitters abgeschirmt und tragen nicht zur Rückstreuerausbeute bei. Um eine Unterscheidung zwischen solchen und tatsächlich auf Gitterplätzen eingebauten Fremdatomen zu ermöglichen, müssen Kanalisierungsmessungen entlang mehrerer unterschiedlicher Achsen und Ebenen durchgeführt werden, deren Gesamtheit ein umfassendes Bild von der Lage der implantierten Atome gibt.

### 3.2.4 Grenzen der RBS

Die *Rutherford*-Weitwinkelstreuung vermag nicht alleine, ein umfassendes Bild von Defektstruktur und Fremdatomeinbau nach Ionenimplantation zu geben. Dies wird schon dadurch verdeutlicht, daß der zur RBS-Messung verwendete Ionenstrahl einen Durchmesser von etwa 1 mm aufweist. Es ist somit nicht möglich, lokale Strukturen z.B. abweichender Stöchiometrie mit lateralen Abmessungen im Mikro- oder gar Nanometerbereich aufzulösen. RBS-Messungen liefern stets ein Signal, das Struktur und Stöchiometrie eines makroskopischen Volumens der zu untersuchenden Probe widerspiegelt. Stellt sich beispielsweise heraus, daß das *aligned*-Spektrum einer implantierten Probe im Tiefenbereich der Kristallschädigung den Wert des *random*-Spektrums erreicht, kann nur von einer Amorphisierung des Materials aus Sicht der RBS gesprochen werden. Eine weitergehende Aussage ist nicht möglich. So bedeutet dieser amorphe Zustand keinesfalls, daß nicht nur die Fern-, sondern auch die Nahordnung im Kristallgitter aufgehoben ist. Die Nahordnung, im Falle von SiC also die Anordnung der Si- und C-Atome in Form von Tetraedern, kann weiterhin großteils erhalten sein.

Auch die genaue Struktur einzelner Defekte kann mittels RBS nur bedingt analysiert werden. Aus Messungen der Minimalausbeute  $\chi_{min}$  bei unterschiedlichen Ionenenergien  $E_0$  kann eine Klassifizierung der vorliegenden Defektstruktur gewonnen werden [50], da sich für Punktdefekte, Punktdefektcluster und amorphe Bereiche (unkorreliert deplazierte Atome) eine andere energetische Abhängigkeit von  $\chi_{min}$  ergibt als für ausgedehnte Defekte wie Stapelfehler und Versetzungen (korreliert deplazierte Atome). Ein „Einblick“ in die Defektstruktur auf atomarer Ebene bleibt aber verwehrt.

Ebenfalls nicht möglich sind detaillierte Aussagen zur Fremdatomverteilung nach Implantation und Temperung. Ob sich die im Rahmen dieser Arbeit gewünschten Fremdatomcluster bilden und ob diese eine kristalline Struktur aufweisen, kann mittels RBS nicht geklärt werden.

Ergänzend zur RBS wurden deshalb weitere Meßverfahren genutzt, um weitergehende Aussagen zur Struktur der implantierten SiC-Proben zu erhalten.

### 3.3 Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM)

#### 3.3.1 Grundlagen und Meßprinzip

Louis de Broglie erkannte im Jahre 1925, daß Elektronen Welleneigenschaften zugeordnet werden können. Für die Wellenlänge von in einem elektrischen Feld mit der Potentialdifferenz  $U$  beschleunigten Elektronen ergibt sich

$$\lambda = \frac{h}{\sqrt{2m_0eU \left(1 + \frac{eU}{2m_0c^2}\right)}} \quad , \quad (3.11)$$

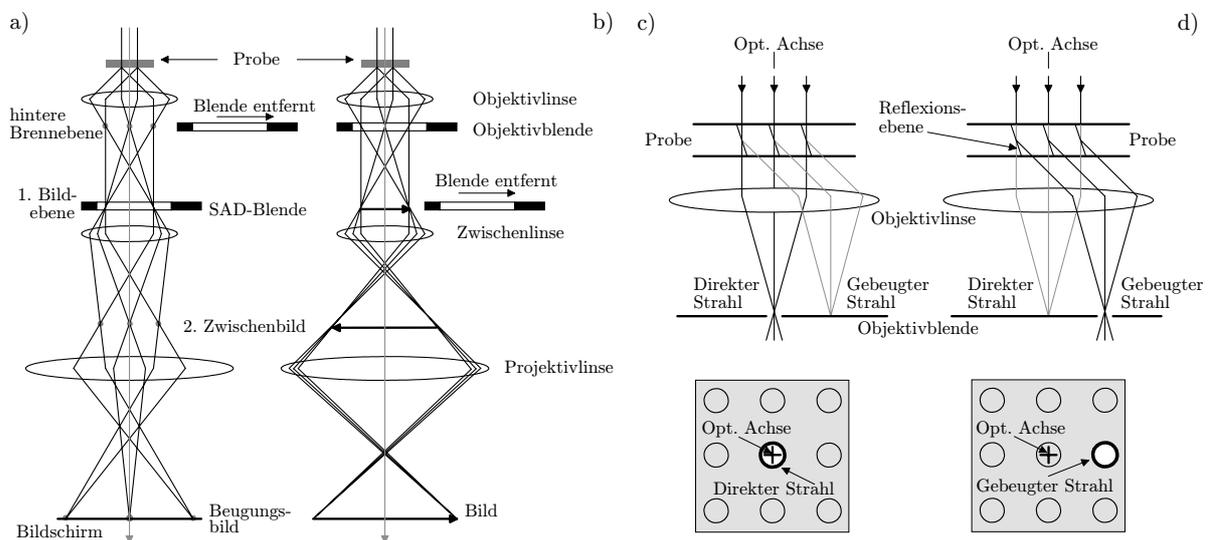
wobei  $h$  das *Plancksche* Wirkungsquantum,  $m_0$  die Ruhemasse des Elektrons,  $e$  die Elementarladung und  $c$  die Vakuum-Lichtgeschwindigkeit verkörpern. Die mit üblichen Beschleunigungsspannungen von 100...300 kV erreichten Wellenlängen liegen im Bereich von 0.002...0.004 nm und damit um Größenordnungen unterhalb der Wellenlänge des sichtbaren Lichtes ( $\lambda = 550$  nm im grünen Spektralbereich). Mit der Nutzung von Elektronenwellen zur Abbildung unter Verwendung von elektromagnetischen Linsen sind somit wesentlich höhere Auflösungen erreichbar. Dies wird deutlich, wenn man die klassische *Abbesche* Beziehung betrachtet. Die geringste auflösbare Distanz  $\sigma$  ergibt sich demnach zu

$$\sigma = \frac{0.61\lambda}{n \sin \beta} \quad . \quad (3.12)$$

Dabei stellt  $n$  die Brechzahl des umgebenden Mediums und  $n \sin \beta$  die numerische Apertur dar. Es ist leicht ersichtlich, daß mit den theoretisch erreichbaren Auflösungen subatomare

Abstände dargestellt werden können.

Im Transmissions-Elektronenmikroskop (TEM<sup>1</sup>) wechselwirken die beschleunigten Elektronen mit der zu untersuchende Probe. Dabei entsteht in der hinteren Brennebene des Objektivs das Elektronenbeugungsmuster (indirektes Bild), welches nach Einbringen einer Blende in der 1. Bildebene (siehe Abb. 3.3a) Aussagen über die kristalline Struktur eines definierten Probenbereiches erlaubt (SAD, selected area diffraction). Unmittelbar in der 1. Bildebene entsteht das direkte Bild. Dieses oder das Beugungsbild können durch entsprechende Anregung der nachfolgenden Zwischenlinsen wahlweise in die Bildschirmebene abgebildet werden (siehe Abb. 3.3a, b). Aus dem direkten Bild können Details zu Kristallbau, Kristallschädigung sowie Struktur und Einbettung von Nanokristallen gewonnen werden.



**Abbildung 3.3:** Grundbetriebsarten eines Transmissions-Elektronenmikroskops: a) zeigt die Darstellung des Beugungsbildes, b) die Projektion des direkten Bildes. In c) ist der prinzipielle Strahlengang bei der Hellfeld-, in d) bei der Dunkelfeld-Methode zu sehen (nach [63]).

Das Beugungsbild entsteht durch Beugung der an den Gitteratomen des Untersuchungsobjektes abgelenkten Elektronenwellen. Im Falle einer kristallinen Probe treten Beugungsmaxima bei Erfüllung der *Braggschen* Gleichung [63]

$$2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \Theta_{hkl} = n\lambda \quad , \quad n = 1, 2, \dots \quad (3.13)$$

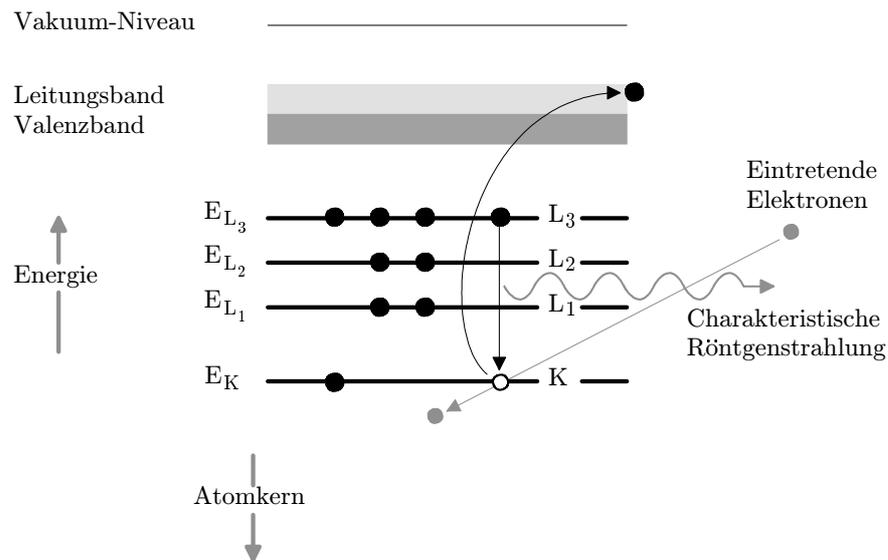
<sup>1</sup>Die Abkürzung TEM wird im Rahmen dieser Arbeit sowohl für das Meßverfahren der Transmissions-Elektronenmikroskopie, als auch für das dazu notwendige Meßgerät, das Transmissions-Elektronenmikroskop, verwendet.

auf. Der Winkel, unter dem die Elektronen gegen die Gitternetzebene  $\langle hkl \rangle$  einfallen, wird mit  $\Theta_{hkl}$  bezeichnet, der Abstand der Netzebenen mit  $d_{hkl}$ . Perfekte Einkristalle zeigen scharfe Intensitätsmaxima im Beugungsbild, aus deren Anordnung auf den Typ und die charakteristischen Abstände im Kristallgitter geschlossen werden kann. Amorphe Proben liefern nur noch ein diffuses Ringsystem als Beugungsbild.

Direkte Bilder können in 3 grundsätzlich verschiedenen Abbildungsmodi erhalten werden: im Hochauflösungsmodus (Abb. 3.3b), im Hellfeld-Modus (Abb. 3.3c) und im Dunkelfeld-Modus (Abb. 3.3d). Im Falle der Hochauflösung entsteht das Bild als Ergebnis der Interferenz mehrerer Strahlen. Dabei wird eine Objektivblende genutzt (siehe Abb. 3.3b), um den Kontrast zu erhöhen. Im Falle einer Hellfeld- (**B**right **F**ield image, BF) oder Dunkelfeldabbildung (**D**ark **F**ield image, DF) wird die Objektivblende so gesetzt, daß entweder der Primärstrahl oder einer der abgebeugten Strahlen zur Bildentstehung ausgewählt werden. Die Wahl des entsprechenden Abbildungsmodus' erfolgt entsprechend dem gewünschten Untersuchungsziel. Zur Identifizierung von Nanoobjekten ist der Hochauflösungsmodus geeignet. Das fouriertransformierte Bild erlaubt dabei die Bestimmung der in den Kristalliten auftretenden Netzebenenabstände.

### 3.3.2 Energiedispersive Röntgenanalyse (EDX)

Neben bisher erwähnten elastischen Streuprozessen treten inelastische Wechselwirkungsprozesse zwischen den beschleunigten Elektronen und den Atomen der zu untersuchenden Probe auf, die ebenfalls das Untersuchungsobjekt charakterisieren. Dringt ein hochenergetisches Elektron weit genug in die Hülle eines Atoms ein, kann ein Elektron der inneren Elektronenschalen freigesetzt werden. Das ionisierte Atom relaxiert auf eine Energie nahe der des Grundzustandes, indem ein Elektron aus den äußeren Elektronenschalen den freigewordenen Platz einnimmt. Damit verbunden sind die Freisetzung eines *Auger*-Elektrons und/oder die Emission von Röntgenstrahlung. Die Energie der emittierten Röntgenstrahlung ist für die Struktur der Elektronenhülle des betroffenen Atoms charakteristisch (Abb. 3.4). Das Verfahren der energiedispersiven Röntgenanalyse (**E**nergy **D**ispersive **X**-Ray Analysis, EDX) nutzt die charakteristische Röntgenstrahlung und kann so beispielsweise zur Bestimmung der Konzentration implantierter Fremdatome oder der Identifikation kristalliner Einschlüsse eingesetzt werden. Sollen Probenbereiche mit wenigen nm Ausdehnung analysiert werden, muß der Elektronenstrahl auf einen Durchmesser von ca. 1 nm bei gleichzeitig hoher Intensität fokussiert werden. Ein Mikroskop mit Feldemissionskathode genügt diesen Anforderungen.



**Abbildung 3.4:** Ionisierungsprozeß durch Auslösung eines Elektrons der inneren (K)-Schale aufgrund inelastischer Streuung eines energiereichen Elektrons. Der freiwerdende Platz wird durch ein Elektron der L-Schale besetzt, wodurch es zur Freisetzung charakteristischer  $K_\alpha$ -Röntgenstrahlung kommt (nach [63]).

### 3.3.3 Z-Kontrast-Abbildung (HAADF, HACDF)

Die Analyse von Ge-Einschlüssen in SiC kann beträchtlich vereinfacht werden, wenn man sich den signifikanten Kernladungszahlunterschied zwischen Si und C einerseits und Ge andererseits zu Nutze macht. Bei einer elektronenoptischen Abbildung mit kernladungszahlabhängigem Kontrast können Fremdatomcluster und Ausscheidungen in der Matrix nachgewiesen werden. Experimentell wird für das im Raster-TEM (STEM, scanning TEM) realisierte HAADF- (**H**igh **A**nge **A**nnular **D**ark **F**ield) Verfahren ein Dunkelfeld-detektor verwendet, der ausschließlich unter großem Winkel inkohärent gestreute Elektronen registriert [63]. Dadurch wird die in diesem Fall unerwünschte Registrierung von *Bragg*-Elektronen bei kristallinen Proben vermieden und die Abbildung hochgradig sensitiv für Z-Kontrast-Unterschiede. Entsprechend der Kernladung des Streupartners treten unterschiedlich große Ablenkwinkel der Elektronen auf, der Kontrast ist direkt der Kernladungszahl  $Z$  proportional ( $\propto Z^{2/3}$ ). Um Z-Kontrast-Aufnahmen auch an konventionellen Transmissions-Elektronenmikroskopen anfertigen zu können, wurde in Jena das HACDF- (**H**igh **A**nge **C**entered **D**ark **F**ield) Verfahren entwickelt [64]. Dabei ist es nicht erforderlich, das Mikroskop im Scanning-Modus zu betreiben.

### 3.3.4 Elektronenenergie-Verlustspektroskopie (EELS)

Die zur Abbildung im Mikroskop genutzten Strahlelektronen verlieren beim Durchdringen dünner Proben über inelastische Streuprozesse an Elektronen der Probenatome Energie. Zu diesen Prozessen zählen die Anregung von Phononen, Inter- und Intraband-Übergänge, die Anregung von Plasmonen sowie die Ionisation innerer Elektronenschalen [63]. So ist beispielsweise die Aussendung charakteristischer Röntgenstrahlung (Abs. 3.3.2) zwingend an einen Energieverlust des das Atom ionisierenden Elektrons gekoppelt. Bei EELS (**E**lectron **E**nergy **L**oss **S**pectrometry)-Messungen wird das Energieverlustspektrum der transmittierten Elektronen ausgewertet, woraus sich beispielsweise Rückschlüsse auf chemische Elemente in der Probe ziehen lassen. Der Wertebereich des Energieverlustes variiert dabei je nach zugrundeliegender Anregung in der Probe zwischen einigen eV und einigen 100 eV.

## 3.4 Röntgenbeugung

Bei Bestrahlung einer kristallinen Probe mit Röntgenstrahlung treten durch Beugung an den regelmäßig angeordneten Atomen des Kristallgitters die typischen *Braggreflexe* auf (siehe auch Gl. 3.13). Zur Charakterisierung in der SiC-Matrix eingebetteter Nanokristalle anhand dieser Reflexe ist ein monochromatischer, kollimierter und intensitätsreicher Röntgenstrahl erforderlich. Letztere Forderung ergibt sich aus den kleinen Volumina der zu untersuchenden Kristallite und ist nur durch den Einsatz einer leistungsstarken Synchrotronquelle zu befriedigen. Zur Erzeugung eines monochromatischen Meßstrahls an einer solchen nahezu „weißen“ Quelle ist der Einsatz eines aufwendigen Monochromatorsystems, bestehend aus Spiegeln und Kristallmonochromatoren, notwendig.

Die Auswertung von Position und Struktur der Beugungsreflexe ermöglicht detaillierte Aussagen über die kristalline Struktur der Probe, die Erkennung kristalliner Einschlüsse, die Bestimmung ihrer Kristallitgröße und stöchiometrischen Zusammensetzung, Aussagen zur Symmetrie (Gestalt) der Einschlüsse sowie zur Orientierung ihres eigenen Kristallgitters zum Wirtsgitter. Die Bestimmung der Stöchiometrie kristalliner Einschlüsse erfolgt über die Vermessung der Netzebenenabstände  $d_{hkl}$  und Anwendung der *Vegardschen Regel* [65], nach der sich die Gitterparameter von Mischkristallen stetig mit der chemischen Zusammensetzung ändern und näherungsweise durch lineare Interpolation der Gitterparameter der reinen 1-elementigen Kristalle beschrieben werden können. Dabei tritt das Problem auf, daß nicht nur eine Änderung der Stöchiometrie des Mischkristalls, sondern auch eine mögliche mechanische Verspannung der Kristallite zur Variation der

Gitterkonstante führen kann. Um in diesem Falle zu einer eindeutigen Aussage bezüglich der Stöchiometrie der Kristallite zu gelangen, sind Diffraktionsexperimente mit je einer Wellenlänge fernab sowie in unmittelbarer Nähe der Absorptionskante des gesuchten Elements (hier: Ge,  $E = 11.103$  keV) durchzuführen. Für eine weitergehende Abhandlung der angewandten Meßverfahren wird auf [66] verwiesen.

### 3.5 Photolumineszenz (PL)

Erfolgt eine Bestrahlung der Proben mittels einer intensiven Lichtquelle, können Ladungsträger auf energetisch höherliegende, normalerweise unbesetzte Niveaus angehoben werden. Die Rückkehr in den Grundzustand erfolgt entweder strahlungslos (Anregung von Gitterschwingungen) oder unter Lichtaussendung mit der Frequenz  $\nu$ , die der Energiedifferenz der beiden Niveaus entspricht ( $\Delta E = h\nu$ ). Optische Übergänge werden mittels Photolumineszenzmessungen nachgewiesen. Die Anregung erfolgt üblicherweise mittels intensiver Laserstrahlung. Je nach experimentellen Erfordernissen erfolgt der Einbau der Proben in einen Helium-Kryostaten, so daß temperaturabhängige PL-Messungen bis hinab zu  $T = 4.2$  K möglich werden. Die emittierte Strahlung wird mittels eines Spektrometers (üblicherweise Gitterspektrometer) und eines empfindlichen Strahlungsempfängers analysiert. Erschwerend für die Detektion schwacher PL-Signale ist die Überdeckung durch parasitäre Photolumineszenz der zu untersuchenden Proben. Diese PL tritt bereits an unimplantierten Proben auf und wird von charakteristischen Linien dominiert, die bestimmten Defekten oder Fremdatomen zugeordnet werden können [67]. Fremdatom- und Defektkonzentration der zu untersuchenden SiC-Substrate haben dabei maßgeblichen Einfluß auf die Intensität der parasitären PL. Deshalb werden für PL-Untersuchungen bevorzugt epitaktisch abgeschiedene SiC-Schichten hoher Reinheit und niedriger Ladungsträgerkonzentration verwendet. Um die Eindringtiefe der anregenden Strahlung in das Substratmaterial zu verringern, kann mit streifendem Lichteinfall gearbeitet werden. Im Falle von SiC-Proben verringert sich aufgrund der hohen Brechzahl von SiC ( $n_{SiC} = 2.65$ ) dabei die  $1/e$ -Eindringtiefe jedoch nur unwesentlich und beträgt im Falle einer Anregung mit  $\lambda_{ex} = 325$  nm bereits  $10 \mu\text{m}$ , so daß ein großes Probenvolumen zur Photolumineszenz beiträgt [67]. Dies ist von Nachteil, falls die zu untersuchenden Effekte nur in einem vergleichsweise kleinen Teilbereich der Probe auftreten, so daß die Intensität der interessierenden PL deutlich geringer ist als die der parasitären PL.

### 3.6 Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS)

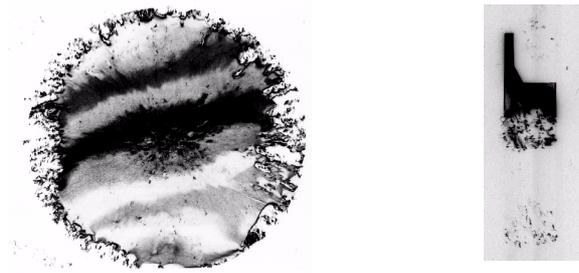
Die SIMS ermöglicht den tiefenaufgelösten Nachweis bestimmter Isotope in Festkörpern. Dazu wird mittels eines niedrigenergetischen Ionenstrahls (üblicherweise  $\text{Cs}^+$ ) die Probe beginnend von der Oberfläche kontinuierlich abgetragen (gesputtert). Die dabei aus dem Sputterkrater freigesetzten Ionen des Probenmaterials werden mittels eines Massenspektrometers analysiert. Über den Weg einer nachträglichen Sputterzeit-Kratertiefen-Konvertierung kann ein Konzentrationsprofil des gesuchten Isotops gewonnen werden. Eine SIMS-Analyse an Widegap-Halbleitern wie SiC setzt die vorherige Beschichtung der Probe mit einem leitfähigen Element voraus, um elektrostatische Aufladungen durch den Ionenstrahl zu vermeiden. Üblicherweise wird hierzu eine dünne Goldschicht auf die Probe aufgedampft.

# Kapitel 4

## Experimentelle Bedingungen

### 4.1 Verwendetes Substratmaterial

Sämtliche Implantationen wurden in  $4H$ - und  $6H$ -SiC Substrate durchgeführt, die von den Firmen Cree Research und Sterling Semiconductor bezogen wurden. Für die Untersuchung der nicht-elektronischen Eigenschaften (Implantationsschädenverteilung, Nanokristallbildung, Tempverhalten) fanden nach dem modifizierten *Lely*-Verfahren [14] hergestellte, einseitig polierte n-leitende Bulk-Substrate mit einer Ladungsträgerkonzentration von  $N = 10^{16} \dots 10^{19} \text{ cm}^{-3}$  Verwendung. Für Photolumineszenzmessungen sind Substrate höherer Reinheit und niedrigerer Grunddotierung erforderlich, um parasitäre Effekte und Defektlumineszenz zu vermeiden. Epitaktisch auf  $4H$ -SiC abgeschiedene SiC-Schichten mit einer Grunddotierung im Bereich um  $N = 10^{15} \text{ cm}^{-3}$  erfüllen diese Anforderung. Aufgrund der Wachstumsbedingungen auf dem Grundsubstrat ist die  $c$ -Achse dieser Epi-Schichten um etwa  $8^\circ$  gegenüber der Oberflächennormale verkippt (*off-axis*-Substrat). Während der ersten Untersuchung implantierter Substrate mittels RBS (siehe Kap. 3.2) zeigte sich, daß die Ausbeute rückgestreuter Ionen bei Messung in Kanalisierungsrichtung eine laterale Abhängigkeit vom Meßpunkt aufwies, obwohl der untersuchte Bereich zuvor homogen implantiert wurde. Von den betroffenen Proben angefertigte Röntgen-Topogramme offenbarten eine sehr schlechte Kristallqualität der verwendeten Wafer des Herstellers Sterling Semiconductor. Obwohl als „einkristallin“ verkauft, bestanden die Wafer vielmehr aus kleineren einkristallinen Regionen, die gegeneinander zum Teil stark verkippt waren. Im Topogramm (Abb. 4.1) sind diese Regionen durch unterschiedliche Helligkeiten gekennzeichnet. Als weitgehend einkristallin kann der Wafer nur in lokal begrenzten Bereichen angesehen werden. Diese qualitativen Probleme führten anschließend zu bevorzugtem Einsatz von Substraten der Firma Cree Research.



**Abbildung 4.1:** Röntgen-Topogramme eines 6H-SiC - Wafers des Herstellers Sterling Semiconductor: links der komplette 2"-Wafer, rechts ein etwa  $1.2 \times 0.6$  cm großes Teilstück.

In Tabelle 4.1 sind die Parameter der verwendeten Substrate zusammengestellt.

**Tabelle 4.1:** Eigenschaften der verwendeten SiC-Substratscheiben

Nr.	Material	Dicke [ $\mu\text{m}$ ]	Orientierung	Dotierung	Widerstand [ $\Omega \text{ cm}^{-1}$ ]	Politur
D-9004	6H bulk		on axis	n-Typ		einseitig
D-8116-03	6H bulk		on axis	n-Typ		beidseitig
AE0595-18	4H bulk	264	on axis	n-Typ	0.031	einseitig
AE0595-19	4H bulk	262	on axis	n-Typ	0.031	einseitig
AE0595-20	4H bulk	262	on axis	n-Typ	0.032	einseitig
UO496-4	4H epi	10	$8^\circ$ off-axis	n-Typ	0.017	einseitig
				$4.4 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$		
UO496-5	4H epi	10	$8^\circ$ off-axis	n-Typ	0.017	einseitig
				$5.6 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$		
AF0195-04	4H epi	5	$8^\circ$ off-axis	p-Typ	0.017	einseitig
				$3.6 \times 10^{15} \text{ cm}^{-3}$		

## 4.2 Probenpräparation

### 4.2.1 Ionenimplantation

Die Ionenimplantationen erfolgten am 400 kV-Implanter ROMEO der Universität Jena. Dieser Linearbeschleuniger eignet sich für nahezu alle Elemente, von denen sich positiv geladene Ionen erzeugen lassen. Neben den in dieser Arbeit behandelten Ge-Implantationen und einigen vergleichenden Untersuchungen an durch Inertgas-Implantation geschädigten

Proben wurden auch Si-Implantationen durchgeführt, die ebenfalls die Bildung nanokristalliner Einschlüsse zum Ziel hatten. Die für die Implantationen genutzte Stromdichte am Target lag im Bereich  $j < 1 \mu\text{A cm}^{-2}$ . Der Ionenstrahl wurde zur Erzielung einer homogenen Bestrahlung weiträumig über die Probe gewobbelt. Gemessen wurde die Implantationsdosis  $N_I$  durch Integration des Ionenstroms mittels 4 in einem Quadrat angeordneten Faraday-Bechern. Die ersten sondierenden Untersuchungen erfolgten mit einer Implantationsdosis von  $N_I = 10^{12} \dots 10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$ , um die Kristallschädigung durch die Ionenimplantation möglichst gering zu halten. Für den Nachweis der Ge-Nanokristallbildung mittels TEM erwies sich aber eine deutlich höhere Ge-Konzentration (ca. 1 at% im Maximum der Verteilung) und damit eine Ionendosis von  $N_I = 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  für erforderlich.

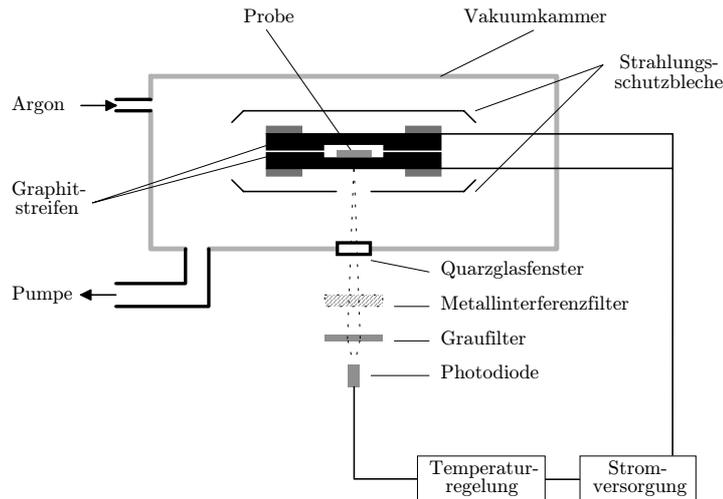
In Abstimmung mit den Erfordernissen der Probenpräparation für die Transmissions-Elektronenmikroskopie erfolgten die Implantationen in einen oberflächennahen Bereich um  $z = 105 \text{ nm}$ . Dazu ist im Falle von Ge-Ionen eine Energie von  $E_0 = 250 \text{ keV}$  nötig. Computersimulationen mittels TRIM97 [51] ergaben, daß das Maximum der in nukleare Prozesse deponierten Energie dabei in einer Tiefe um  $z = 75 \text{ nm}$  liegt.

Für die Hochtemperatur-Implantationen ( $T_I = 575 \dots 975 \text{ K}$ ) wurde eine spezielle heizbare Targethalterung genutzt, die in [17] näher beschrieben wird. Hierbei wird die Probe um einen Winkel von  $8^\circ$  gegen den Ionenstrahl verkippt auf einen mit Bornitrid gekapselten Graphitstreifenheizer geklemmt. Die Temperatur am Target kann über einen weiten Bereich bis zu  $1475 \text{ K}$  eingestellt und auf wenige Kelvin genau über einen Zeitraum von mehreren Stunden gehalten werden. Die bei Raumtemperatur durchgeführten Implantationen erfolgten auf einem Probenhalter, der ebenfalls zur Vermeidung von Kanalisierungseffekten um  $8^\circ$  gegen den Ionenstrahl verkippt war.

#### 4.2.2 Thermische Nachbehandlung der Proben

Um die während der Ionenimplantation hervorgerufenen Strahlenschäden reduzieren und die Formierung der Nanokristalle energetisch stimulieren zu können, wurden ausgewählte Proben einer thermischen Nachbehandlung unterzogen. Dazu wurde ein Kurzzeit-Temperofen<sup>1</sup> genutzt [68], dessen Konstruktion schematisch in Abb. 4.2 dargestellt ist. Die Probe befindet sich während der Temperung in einem Hohlraum zwischen 2 elektrisch geheizten Graphitstreifen und damit im Strahlungsgleichgewicht mit dem nahezu idealen schwarzen Strahler. Zur Temperaturmessung wird die Strahlungsintensität mittels eines photoelektrischen Detektors ausgewertet. Die Regelung der Temperatur erfolgt in 2 Meßbereichen zwischen  $T_A = 1075 \dots 1975 \text{ K}$  mit einer Toleranz von  $\approx 10 \text{ K}$ .

<sup>1</sup>Kurzzeit-Temperung: engl. **R**apid **T**hermal **A**nnealing, RTA



**Abbildung 4.2:** Schematischer Aufbau des Kurzzeit-Temperofens.

Eine maximale Aufheizrate von  $dT/dt = 150 \text{ K s}^{-1}$  ermöglicht das definierte Tempern in Zeitspannen bis hinab zu etwa  $t_A = 30 \text{ s}$ . Die thermische Belastbarkeit der Vakuumkammer, insbesondere der Dichtungen, begrenzt die maximale Temperzeit auf etwa  $t_A = 300 \text{ s}$ . Die polierte Seite der Proben wurde zur Vermeidung von Oberflächenerosion während des Temperns mit einem unimplantierten Stück SiC abgedeckt, das Tempern selbst erfolgte unter nicht fließender Ar-Atmosphäre mit einem Gasdruck von  $p_{\text{Ar}} = 20 \text{ kPa}$ .

Zur Untersuchung der Dynamik der Nanokristallformierung wurden ausgewählte Proben auch über einen Zeitraum von  $t_A = 1 \dots 2 \text{ h}$  getempert. Hierfür wurde ein spezieller Hochtemperatur-Rohröfen genutzt, der allerdings nur Aufheizraten von maximal  $dT/dt = 250 \text{ K h}^{-1}$  ermöglichte. Eine auf einer Schiebedurchführung montierte Probenhalterung gestattete das Aufheizen des Ofens bis auf seine Maximaltemperatur von  $1875 \text{ K}$ , während die Probe außerhalb der Heizerzone einer maximalen Temperatur von etwa  $1275 \text{ K}$  ausgesetzt war. Anschließend erfolgte binnen  $t = 10 \text{ min}$  ein Anheben der Probe und damit eine Temperaturerhöhung auf den Maximalwert. Der Rohröfen ermöglichte aufgrund seiner Konstruktion nicht die Reinheit der Restgasatmosphäre, die in der RTA-Anlage möglich war. Getempert wurde deshalb unter fließender Ar-Atmosphäre, die Proben lagen beidseitig mit SiC abgedeckt auf einer Keramikscheibe.

### 4.2.3 Wasserstoff-Passivierung

Die Effektivität der Photolumineszenz aus Nanokristallen hängt sehr empfindlich vom Bindungszustand an der Oberfläche der Kristallite ab. In Abschnitt 2.3 wurde ausgeführt, daß zur Berechnung der Oszillatorstärke von mit Wasserstoff abgesättigten Bin-

dungen ausgegangen wurde. Nicht abgesättigte Bindungen führen zu energetisch mit der Photolumineszenz konkurrierenden Prozessen, die eine intensive PL unterbinden können. Um diese Prozesse zu vermeiden, erfolgte an ausgewählten Proben eine nachträgliche Niedrigenergie-Wasserstoffimplantation bei Temperaturen von  $T_I = 500 \dots 950$  K. Um eine Vermessung des Konzentrationsprofils nach der Implantation mittels Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) zu ermöglichen, wurde zur Implantation das Isotop  $^2\text{H}$  (Deuterium) genutzt. Die Implantationsenergie betrug in Anlehnung an die Experimente in [69] zuerst  $E_0 = 600$  eV pro  $^2\text{H}_2^+$ -Molekülion. Die daraus resultierende projizierte Ionenreichweite von  $R_p = 5.5$  nm verdeutlicht, daß ohne Diffusionsprozesse das Deuterium die nanokristallhaltige Schicht nicht erreichen kann. In [69] wurde gezeigt, daß in hochreine, niedrigdotierte p-Typ 4H-SiC-Schichten bei erhöhten Temperaturen eingebrachter Wasserstoff hochbeweglich ist, allerdings leicht an jeglicher Art von Defekten eingefangen wird. Da bei den bereits mit Ge implantierten Schichten von einer hohen Defektkonzentration ausgegangen werden mußte, wurden auch Proben mit einer Energie von  $E_0 = 6 \dots 8$  keV pro  $^2\text{H}_2^+$ -Molekülion implantiert. Dabei gelangt das Deuterium direkt in die Tiefe der nanokristallhaltigen Schicht, ohne daß eine langreichweitige Diffusion nötig ist.

## 4.3 Meß- und Analyseverfahren

### 4.3.1 Rutherford-Weitwinkelstreuung (RBS)

Die RBS-Messungen erfolgten am 3 MV-Tandetronbeschleuniger JULIA der Universität Jena. Dabei fanden soweit nicht anders angegeben  $\text{He}^+$ -Ionen mit einer Energie von  $E_0 = 1.4$  MeV Verwendung. Sämtliche Messungen erfolgten bei Raumtemperatur. Der Ionenstrahl trat bei Standardmessungen an *on axis* orientierten Proben senkrecht in die Probenoberfläche ein, der Rückstreuwinkel betrug  $\Theta = 170^\circ$ . Zur Aufnahme des *random*-Spektrums (siehe Kap. 3.2) wurden die Proben um etwa  $4^\circ$  gegen den Ionenstrahl verkippt und während der Messung zusätzlich um die Oberflächennormale rotiert. Vor der Aufnahme der *aligned*-Spektren an  $8^\circ$  *off-axis* orientierten Proben wurde der Probenhalter um  $8^\circ$  gegen den Ionenstrahl verkippt und ausgehend von dieser Einstellung durch schrittweises Rotieren der Probe der Ort der geringsten Rückstreausbeute und damit die [0001]-Achse aufgesucht.

Zur Klärung des Einbauverhaltens der implantierten Ge-Atome erfolgten zusätzliche RBS-Messungen entlang anderer niedrigindizierter Achsen und Ebenen, auf deren Details in den Abschnitten 5.3.3 und 5.4.1 eingegangen wird.

Die Energie-Tiefen-Konvertierungen wurden mittels des Programms ETODEC anhand der Stöchiometrie von SiC durchgeführt. ETODEC vermag nur stöchiometrisch homogene Substrate zu berechnen. Der durch die Vernachlässigung des implantierten Ge-Konzentrationsprofils auftretende Fehler in der Tiefenskalierung ist jedoch minimal, wie eine Vergleichsrechnung unter Annahme einer konstanten (und damit nicht den realen Verhältnisse entsprechenden) Ge-Konzentration im Substrat zeigte.

Die Bestimmung der absoluten Konzentrationswerte implantierter Fremdatomverteilungen erfolgte mittels des Programms WiNDF aus den gemessenen Rückstreuerausbeuten [70]. Die relative Schädenskonzentration der implantierten Schichten wurde aus den RBS-Messungen mittels des Programms DICADA2 berechnet [60].

### 4.3.2 Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM)

Zur Präparation der TEM-Proben wurden Standardtechniken verwendet: zuerst wurden durch Sägen kleine Probenabschnitte hergestellt, die dann durch Schleifen (von Hand und mittels eines *Gatan*-Dimplers), Polieren und abschließendes Ionendünnen (*Baltec RES100*) eine für Querschnittspräparate geeignete Dicke erhielten. Die Untersuchung der Proben in konventioneller und hochauflösender TEM sowie mittels EDX und HACDF erfolgte am 300 kV-Elektronenmikroskop *JEOL JEM 3010* der Universität Jena. Zur weitergehenden Analyse mittels EDX, EELS und HAADF wurden weitere Mikroskope genutzt: das JEM 3010FEG mit EDX und EELS (Kooperation mit Prof. D. Cockayne, Universität Oxford), das JEM 2010FEB mit HAADF und EDX (Kooperation mit Dr. M. Kawasaki, *JEOL* Tokio) sowie das JEM 2010FEG mit HAADF und EELS (Kooperation mit Dr. D. Muller, Bell Labs, Lucent Technologies, Newark).

### 4.3.3 Röntgenbeugung

Die Untersuchung ausgewählter Proben mittels hochintensiver Röntgenstrahlung erfolgte im Rahmen einer Kooperation an der CRG Beamline BM 20 des Forschungszentrums Rossendorf an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) in Grenoble [71]. Für die Messungen wurde ein hochauflösendes 6-Kreis-Röntgen-Diffraktometer genutzt, als Wellenlänge wurde  $\lambda = 0.15468$  nm (8.015 keV) gewählt. Die Strahlformung erfolgte mittels einer Spiegel-Doppelkristall-Monochromator-Spiegel-Anordnung. Die Beamline ist für einen Energiebereich zwischen 5 keV und 35 keV konstruiert und erreicht mit dem eingesetzten Si(111)-Doppelkristallmonochromator eine Energieauflösung von  $1.5 \times 10^{-4} \dots 2.5 \times 10^{-4}$ . Das Diffraktometer ermöglicht Experimente in 2 Beugungs-

ebenen. Die Translation des Probentisches erfolgt mit einer Schrittweite von  $1\ \mu\text{m}$  in z-Richtung und  $10\ \mu\text{m}$  in x- und y-Richtung. Die Rotationsachsen erlauben eine minimale Schrittweite von  $0.0001^\circ$ .

#### 4.3.4 Photolumineszenzmessungen (PL)

PL-Messungen erfolgten an ausgewählten Proben sowohl am Institut für Festkörperphysik der Universität Jena als auch in Kooperation mit Arbeitsgruppen in Pittsburgh (USA), Aveiro (Portugal) sowie der TU Ilmenau. Je nach experimentellem Aufbau erfolgte die Anregung im Wellenlängenbereich  $\lambda_{ex} = 244 \dots 476\ \text{nm}$  bei Temperaturen zwischen 2 K und 295 K. Für die PL-Untersuchungen fanden epitaktisch auf 4H-SiC abgeschiedene 4H-SiC-Schichten mit einer Dicke von  $10\ \mu\text{m}$  (n-Typ) bzw.  $5\ \mu\text{m}$  (p-Typ) Verwendung.

#### 4.3.5 Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS)

SIMS-Untersuchungen zur Profilierung des in ausgewählte Proben implantierten Deuteriums erfolgten durch die Firma RTG Mikroanalyse GmbH, Berlin. Die zu analysierenden SiC-Proben wurden zuvor mit einer  $40\ \text{nm}$  dicken Goldschicht bedampft. Für die Analyse wurde ein  $\text{Cs}^+$ -Ionenstrahl mit einer effektiven Energie von  $E_0 = 14.5\ \text{keV}$  unter einem Einschubwinkel von  $30^\circ$  zur Oberflächennormale genutzt. Die Eichung der Konzentration erfolgte mittels eines H/Si-Implantationsstandards, die Tiefeninformation wurde aus einer Vermessung der Kraterendtiefe und anschließender linearer zeitlicher Interpolation gewonnen, wobei die in Au im Vergleich zu SiC etwa 2–3-fach höhere Sputterrate berücksichtigt wurde <sup>2</sup>.

---

<sup>2</sup>Information der ausführenden Firma RTG Mikroanalyse, Berlin

# Kapitel 5

## Ergebnisse und Diskussion

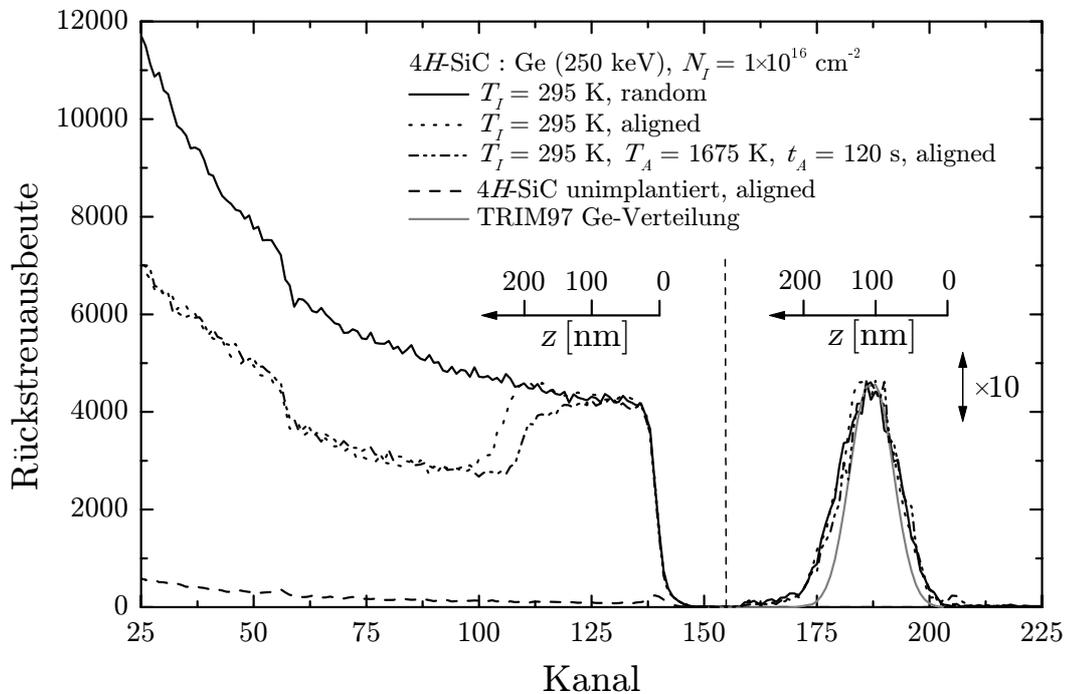
### 5.1 Implantation bei Raumtemperatur

Die Implantation von Ge-Ionen mit hoher Dosis ( $N_I = 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ ) bei Raumtemperatur führt – wie aus Abschnitt 2.2 ersichtlich – zur Amorphisierung einer oberflächennahen Schicht des SiC und einer nicht perfekten Rekristallisation während der sich der Implantation anschließenden Temperprozesse. Trotz dieser für die Zielstellung der vorliegenden Arbeit ungünstigen Effekte erfolgten Hochdosis-Implantationen bei Raumtemperatur mit dem Ziel, die Rekristallisation der amorphisierten SiC-Schicht unter der Bedingung einer hohen Fremdatomkonzentration zu untersuchen [72].

#### 5.1.1 Struktur der implantierten Schicht

Die Implantation erfolgte mit einer Energie von  $E_0 = 250 \text{ keV}$  und einer Dosis von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$   $\text{Ge}^+$  bei einer Temperatur von  $T_I = 295 \text{ K}$  in  $4H$ -SiC (Wafer AE0595-20). Die an der implantierten Probe aufgenommenen RBS-Spektren (Abb. 5.1) zeigen eine amorphe Schicht, die sich von der Oberfläche bis in eine Tiefe von etwa  $z = 200 \text{ nm}$  erstreckt. Ebenfalls eingezeichnet ist die mittels TRIM97 simulierte Verteilung des implantierten Germaniums. Die Lage des Maximums entspricht genau dem mittels RBS bestimmten Wert von  $z = 105 \text{ nm}$ . Die simulierte Verteilung ist jedoch schmaler als die gemessene, was auf dynamische Effekte während der Implantation zurückzuführen ist, die von TRIM97 nicht berücksichtigt werden. Zu diesen Effekten zählen unter anderem die möglicherweise auftretende Diffusion implantierter Atome, die Tatsache, daß sich während der Implantation aufgrund der eingebrachten Fremdatome die Stöchiometrie der implantierten Schicht ändert, sowie eventuelle unerwünschte Kanalisierungseffekte, die die Reichweite der implantierten Ionen im Target beeinflussen können.

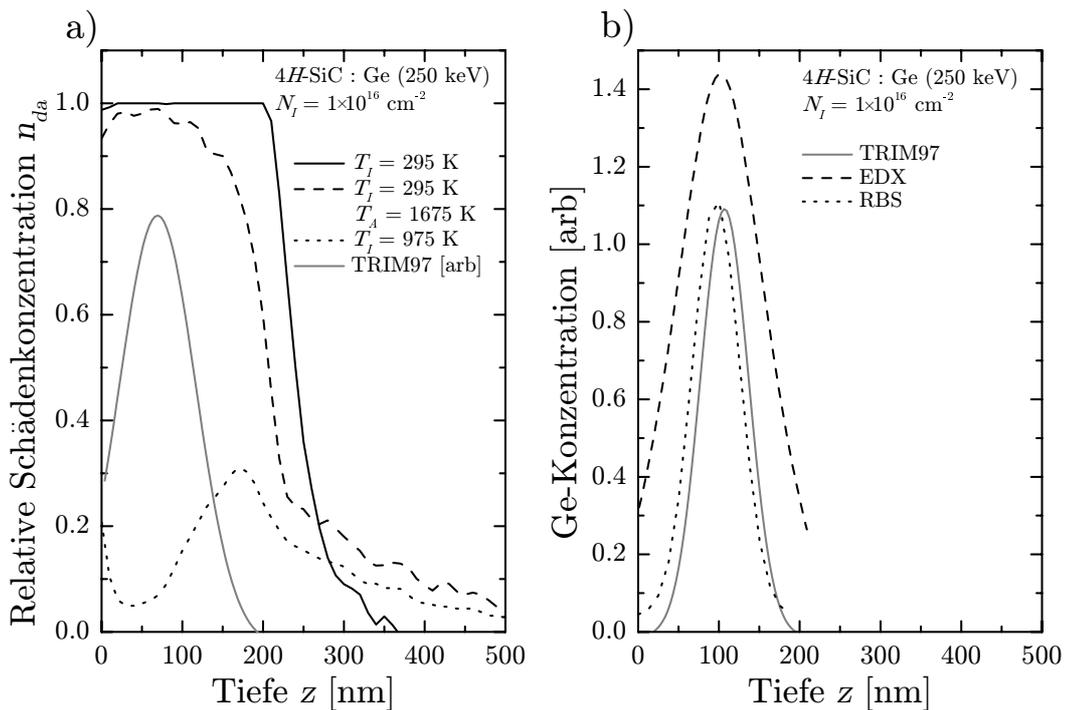
Letzteres ist unter den hier gegebenen Implantationsbedingungen jedoch ausgeschlossen, da bereits nach der Implantation eines Bruchteils der Ionendosis keine kristalline Fernordnung im oberflächennahen Bereich des Targets mehr besteht und somit das Auftreten von Kanalisierungseffekten nicht mehr möglich ist.



**Abbildung 5.1:** Energiespektren von 1.4 MeV  $\text{He}^+$  nach Rückstreuung an mit 250 keV  $\text{Ge}^+$  bei  $T_I = 295 \text{ K}$  implantiertem 4H-SiC für Messung in Zufalls- und Kanalisierungsrichtung. Rechts im Bild sind die Rückstreuereignisse an den implantierten Ge-Atomen sichtbar. Zur besseren Sichtbarkeit ist die Ge-Komponente der Spektren um den Faktor 10 überhöht. Die mittels TRIM97 simulierte Ge-Verteilung ist ebenfalls dargestellt. Die Skalierung ist so gewählt, daß die Unterschiede zwischen simulierter und realer Ge-Verteilung deutlich werden.

Abbildung 5.2a zeigt die mittels DICADA2 [60] berechnete relative Schädenkonzentration über der Tiefe („Schädenprofil“) für die bei  $T_I = 295 \text{ K}$  implantierte Probe. Die Existenz der 200 nm dicken amorphen Schicht unmittelbar an der Probenoberfläche nach Implantation bei Raumtemperatur wird auch durch die Berechnung der Schädenverteilung aus den RBS-Spektren bestätigt. Im Vergleich dazu ist das Schädenprofil einer mit der selben Energie und Dosis bei  $T_I = 975 \text{ K}$  implantierten Probe dargestellt, auf die in Abschnitt 5.2 genauer eingegangen wird. Ebenfalls in Abb. 5.2a eingezeichnet ist die mittels TRIM97 simulierte Dichte der durch nukleare Abbremsprozesse in die SiC-Matrix eingebrachten Energie (nukleare Energiedeposition). Deren Maximum liegt in einer Tiefe

von  $z = 70$  nm, die amorphe Schicht erstreckt sich bis in  $z = 200$  nm Tiefe. Dieses Verhalten resultiert aus der sehr leichten Amorphisierbarkeit des SiC bei Raumtemperatur. Da unter diesen Bedingungen bereits eine Dosis von  $N_I = 3 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  für ein Einsetzen der Amorphisierung im Tiefenbereich der maximalen nuklearen Energiedeposition ausreicht, kann die Akkumulation der in das SiC-Gitter deponierten Energie bei einer Implantation mit 33-facher Dosis auch Bereiche amorphisieren, die weit außerhalb des Maximums der Energieverteilung liegen, da auch dort dann die kritische Energiedichte für eine Amorphisierung überschritten wird.



**Abbildung 5.2:** a) Relative Schädenskonzentration  $n_{da}$  nach Implantation von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  ( $E_0 = 250 \text{ keV}$ ) bei  $T_I = 295 \text{ K}$  bzw.  $T_I = 975 \text{ K}$  und nach Temperung ( $T_A = 1675 \text{ K}$ ,  $t_A = 120 \text{ s}$ ) sowie Verteilung der in nukleare Prozesse deponierten Energie gemäß TRIM97-Simulation [72]. b) Vergleich des mittels TRIM97 simulierten Ge-Profiles mit den durch RBS und EDX-Messungen ermittelten Werten.

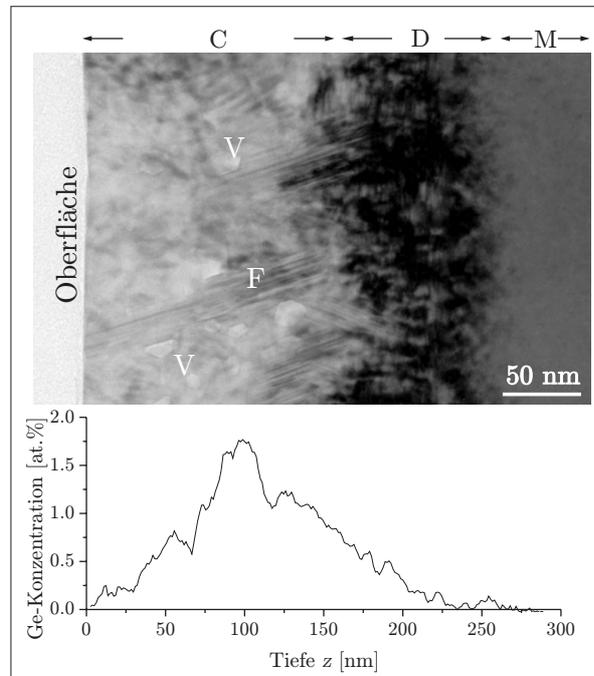
In Abb. 5.2b ist die experimentell mittels RBS und EDX bestimmte Ge-Verteilung nach der Implantation im Vergleich zur TRIM97-Simulation dargestellt. Die angegebene Skalierung der Ge-Konzentration gilt für die mittels des Programms WinDF aus den RBS-Daten berechneten sowie für die aus einem TEM-Querschnittspräparat mittels EDX-Messung ermittelten Werte. Die Kurve der TRIM97-Simulation ist für besseren visuellen Vergleich in ihrer Höhe angepaßt. Im Vergleich zu den mittels RBS bestimmten Werten ist die Ge-Verteilung gemäß EDX nochmals deutlich verbreitert und weist einen um etwa 0.3 Atom-

prozent höheren Maximalwert auf. Dieser Effekt ist der Meßmethode geschuldet: während die RBS ihre Daten aus einem Meßfleck mit einem Durchmesser von 1 mm bezieht, wird für die EDX-Analyse ein Querschnittspräparat mit einem auf wenige nm Durchmesser fokussierten Elektronenstrahl abgescannt, woraus sich eine hohe Empfindlichkeit für lokale Schwankungen der Ge-Konzentration ergibt. Die dargestellte Kurve ist stark geglättet. In nullter Näherung kann davon ausgegangen werden, daß der hohe Rauschpegel der Messungen den Absolutwert der Ge-Konzentration systematisch verfälscht. Die Tiefenlage des Maximums der Ge-Verteilung wird von der EDX-Analyse jedoch gut wiedergegeben. Der Vergleich der aus den RBS-Daten berechneten Ge-Verteilung mit der TRIM97-Simulation zeigt eine geringe Verschiebung in der Tiefe um  $\Delta z \approx 4$  nm, die möglicherweise durch die Iterationsintervalle von WinDF verursacht wird. Die Breite der Ge-Verteilung entspricht nach Implantation bei Raumtemperatur nahezu den simulierten Werten, nur im oberflächennahen Bereich zeigt sich eine Verbreiterung des Ge-Profiles.

### 5.1.2 Einfluß der Probertemperatur auf die implantierte Schicht

Nach einer sich anschließenden Temperbehandlung ( $T_A = 1675$  K,  $t_A = 120$  s) zeigt sich, daß die Schädigung des implantierten SiC aus der Tiefe heraus abgebaut wurde. Die ehemals amorphe Schicht ist soweit rekristallisiert, daß nicht mehr von einem amorphen Zustand gesprochen werden kann, vielmehr tritt bis in eine Tiefe von  $z = 100$  nm eine stark gestörte Schicht auf, deren Struktur mittels RBS nicht befriedigend geklärt werden kann. Eine vollständige Rekristallisation wurde während der Kurzzeit-Temperung nicht erreicht (siehe Abb. 5.1). An Form und Lage der Ge-Verteilung hat sich durch die Temperung nichts geändert, woraus gefolgert werden kann, daß die implantierten Ge-Atome im Temperaturbereich bis  $T_A = 1675$  K keine große Beweglichkeit in der geschädigten SiC-Matrix aufweisen. Die mittels DICADA2 berechnete Schädigenverteilung (Abb. 5.2a) zeigt die Effekte der Temperung detaillierter. Neben der Reduktion des amorphen Bereiches ist als weiterer Effekt der Temperung in größerer Tiefe ( $z > 250$  nm) ein Anstieg der Konzentration deplazierter Atome  $n_{da}$  zu erkennen. Dieser Bereich erstreckt sich bis in über 500 nm Tiefe. Während der Temperung kommt es zur Ausbildung ausgedehnter Defekte (Stapelfehler, Versetzungsschleifen), die wesentlich effizienter zur Dekanalisation der zur RBS-Messung verwendeten  $\text{He}^+$ -Ionen beitragen als Punktdefekte. Diese Mischung aus korreliert und unkorreliert deplazierten Gitteratomen kann von DICADA2 aufgrund des zur Berechnung verwendeten Modells nicht völlig korrekt charakterisiert werden, so daß es zu einer Überschätzung von  $n_{da}$  kommt. Eine Analogie zum Schädigenprofil unmittelbar nach Implantation bei  $T_I = 975$  K ist erkennbar.

Zur Strukturaufklärung wurde eine mit einer Energie von  $E_0 = 250$  keV und einer Dosis von  $N_I = 1.5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$   $\text{Ge}^+$  implantierte  $6H$ -SiC-Probe (Wafer D9004) nach der Temperung bei  $T_A = 1875$  K mittels Querschnitts-TEM untersucht. Abbildung 5.3 zeigt die Hellfeld-TEM-Aufnahme sowie das mittels EDX bestimmte Ge-Konzentrationsprofil.



**Abbildung 5.3:** Hellfeld-TEM-Aufnahme von  $6H$ -SiC nach Implantation von  $N_I = 1.5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$   $\text{Ge}^+$  ( $E_0 = 250$  keV) bei  $T_I = 295$  K und nachfolgender Temperung bei  $T_A = 1875$  K für  $t_A = 120$  s sowie das dazugehörige Ge-Tiefenprofil, gemessen mittels EDX. Für dessen Genauigkeit gelten die Aussagen aus Abschnitt 5.1.1 [72].

Nach der Implantation bei Raumtemperatur wies die Probe ebenfalls eine amorphe Schicht auf, die sich von der Oberfläche bis in eine Tiefe von  $z = 200$  nm erstreckte. Damit verbunden ist eine signifikante Abnahme der Dichte des SiC (siehe Abschnitt 2.2). Während der sich anschließenden Temperung kommt es zur teilweisen Rekristallisation, wobei sich anstelle des ursprünglich hexagonalen Polytyps eine kubische SiC-Schicht ausbildet, die in Abb. 5.3 mit  $C$  gekennzeichnet ist. Die rekristallisierte SiC-Schicht ist aufgrund der drastischen Volumenänderung hochgradig verspannt und defektreich. Das Auftreten von Voids  $V$ , Stapelfehlern  $F$  und Zwillingsversetzungen wird beobachtet.

Im Temperaturbereich um  $T = 1875$  K bestehen für die Bildung von hexagonalem SiC ungünstige Bedingungen [22]. Hinzu kommt ein möglicher Einfluß der hohen eingebrachten Fremdatomkonzentration auf die Rekristallisation der amorphen Schicht. Die Beein-

flussung der Wachstumsrichtung kristalliner Phasen durch Fremdatome wurde beispielsweise in Si beobachtet [73].

Zwischen der rekristallisierten kubischen Schicht  $C$  und der ungestörten hexagonalen Matrix  $M$  befindet sich eine hexagonale Schicht  $D$  von etwa 75 nm Dicke, in der zahlreiche Stapelfehler erkennbar sind. Die implantierten Ge-Ionen sind hauptsächlich in der kubischen SiC-Schicht lokalisiert.

Das während der Rekristallisation von durch Ge-Hochdosisimplantationen amorphisierten SiC-Schichten entstandene 3C-SiC eignet sich nicht für die Einbettung von Ge-Nanokristallen unter dem Aspekt einer erwünschten Lumineszenz. Die rekristallisierte Schicht weist eine hohe Defektkonzentration auf, wodurch eine Lumineszenz durch effektive Konkurrenzprozesse an nicht abgesättigten Bindungen verhindert wird. Darüber hinaus bildet sich im Polytyp 3C-SiC bei Einbettung von Ge-Nanokristallen eine kovariante Heterostruktur aus, in der nicht Elektronen und Löcher gleichzeitig gebunden werden. Von weiteren Untersuchungen an bei Raumtemperatur implantierten SiC-Schichten wurde deshalb abgesehen.

## 5.2 Implantation bei erhöhten Temperaturen – ein Überblick

Im Temperaturbereich oberhalb  $T_I = 575$  K ist auch bei 250 keV Ge<sup>+</sup>-Implantationen mit Dosiswerten im Bereich um  $N_I = 1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup> keine Amorphisierung des SiC-Substrates zu erwarten (siehe Abschnitt 2.2). Demnach sollten die getemperten Schichten deutlich weniger Defekte beinhalten, insbesondere sollte kein Übergang zu kubischem SiC auftreten. Inwieweit dies bei einer lokalen Ge-Konzentration im Bereich einiger Atomprozent noch gegeben ist, soll die Untersuchung der bei erhöhten Temperaturen implantierten SiC-Substrate zeigen.

### 5.2.1 Struktur der implantierten Schicht

Analog zum experimentellen Vorgehen bei Raumtemperatur erfolgte die Implantation mit einer Energie von  $E_0 = 250$  keV und einer Dosis von  $N_I = 1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup> Ge<sup>+</sup> in 4H-SiC (Wafer AE0595-20), allerdings bei einer Temperatur von  $T_I = 975$  K. An den unmittelbar nach der Implantation aufgenommenen RBS-Spektren (Abb. 5.4) ist zu erkennen, daß während der Implantation bei  $T_I = 975$  K trotz der hohen Ionendosis keine Amorphisierung des SiC auftrat (gestrichelte Linie). Stattdessen ist eine leichte Schädigung des Kristallgitters im Tiefenbereich  $z = 100 \dots 230$  nm (Peak im Spektrum um Kanal 113) erkennbar. Das Maximum der Kristallschädigung liegt damit sowohl tiefer als das Maxi-

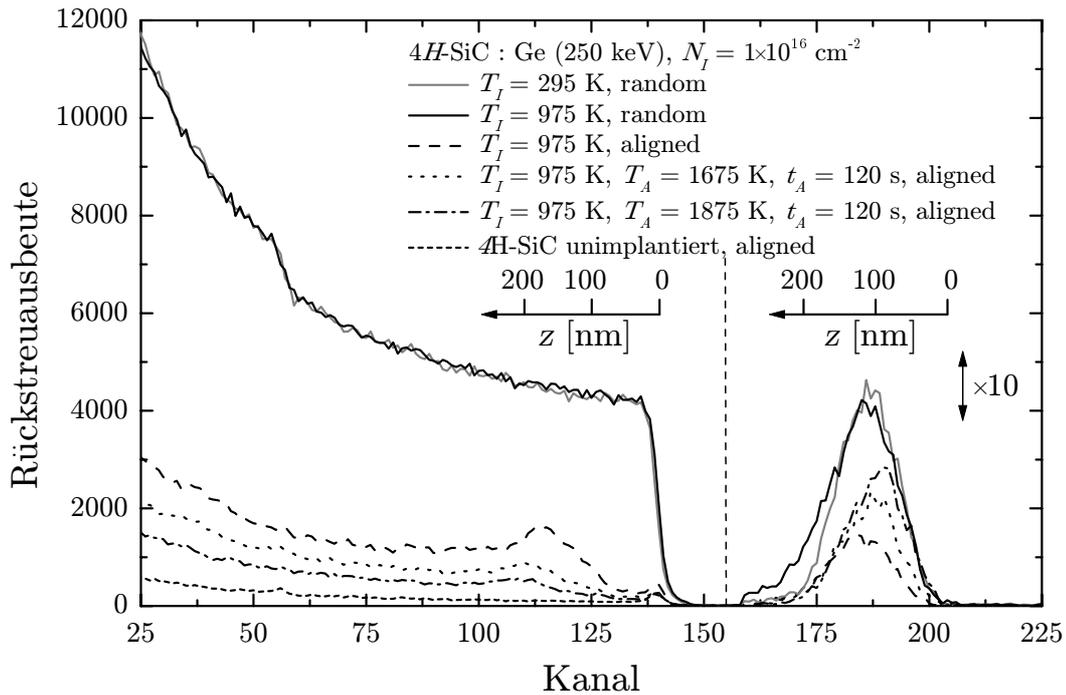
imum der während der Implantation in nukleare Prozesse deponierten Energie ( $z = 70$  nm, siehe Abb. 5.2) als auch tiefer als das Maximum der Ge-Konzentration (Abb. 5.4 rechts). Dies deutet auf die Ausbildung sogenannter end-of-range-Defekte<sup>1</sup> hin, die bevorzugt bei erhöhten Implantationstemperaturen sowie nachfolgenden Temperprozessen auftreten und ihre Ursache in einer thermisch aktivierten Defektmobilität haben. Diese Defekte lassen sich großteils durch korreliert ausgelenkte Atome beschreiben (Stapelfehler, Versetzungsschleifen) und führen zu einer im Vergleich zu unkorreliert ausgelenkten Atomen stärkeren Dekanalisation der zur Messung verwendeten  $\text{He}^+$ -Ionen (siehe Abb. 5.2a).

Deutliche Unterschiede zur Implantation bei  $T_I = 295$  K bestehen auch in der Verteilung des implantierten Germaniums. In Abb. 5.4 ist zu erkennen, daß die Ge-Verteilung bereits in der ungetemperten, bei  $T_I = 975$  K implantierten Probe verbreitert ist (durchgezogene schwarze Kurve im Vergleich zur grauen Kurve). Ein Ausläufer der Ge-Verteilung reicht bis in eine Tiefe von  $z = 230$  nm und damit in den Bereich der end-of-range-Defekte. Die erhöhte Implantationstemperatur begünstigt demnach die Mobilität des Ge in der SiC-Matrix, während die sich ausbildenden Defekte offenbar als Senke für das implantierte Ge wirken. Auffällig ist, daß die Rückstreuung der  $\text{He}^+$ -Ionen an den Ge-Atomen nach Implantation bei  $T_I = 975$  K in Kanalisierungsrichtung gemessen eine deutlich verringerte Ausbeute aufweist (Abb. 5.4, gestrichelte Linie). Es ist naheliegend, daß ein Teil des Ge während der Implantation entlang der zur RBS-Messung genutzten [0001]-Achse des SiC in das Kristallgitter eingelagert wurde. Ob dies auf Gitter- oder auf Zwischengitterplätzen erfolgte, kann aus dieser Messung nicht geschlußfolgert werden. Eine Integration über die Ge-Verteilung ergibt, daß 66 % des Ge nach Implantation von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  bei  $T_I = 975$  K auf die beschriebene Weise im SiC-Gitter eingelagert ist.

### 5.2.2 Einfluß der Proben temperatur auf die implantierte Schicht

Während der nachfolgenden Temperung ( $T_A = 1675$  K,  $t_A = 120$  s) verringert sich die Schädigung des Kristallgitters um Bereich um  $z = 160$  nm signifikant (Abb. 5.4, gepunktete Linie). Dieses Ausheilverhalten ist typisch für derart schwach geschädigte Schichten. Wesentlich interessanter ist die Veränderung der Ge-Verteilung (Abb. 5.4 rechts): im Gegensatz zur ungetemperten Probe ist der Anteil an Ge, der mittels RBS-Messung in *aligned*-Richtung erkannt werden kann, deutlich höher. Während der Kurzzeittemperung muß demnach eine lokale Umverteilung des Ge aufgetreten sein, durch die Ge-Atome von Gitterplätzen oder Plätzen entlang der [0001]-Achse verdrängt worden sind. Dieser Effekt tritt bevorzugt an der Vorderflanke der Ge-Verteilung in einem Tiefenbereich

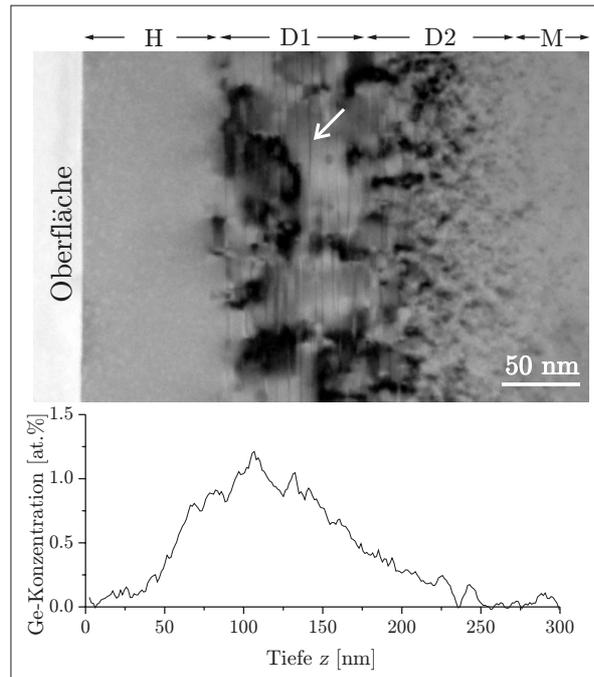
<sup>1</sup>End-of-range-Defekte: engl. für Defekte, die sich im Bereich der Ionenreichweite oder tiefer befinden.



**Abbildung 5.4:** Rückstreuenspektren von 1.4 MeV  $\text{He}^+$  an mit 250 keV  $\text{Ge}^+$  bei  $T_I = 975$  K implantiertem 4H-SiC für Messung in Zufalls- und Kanalisierungsrichtung. Zum Vergleich ist das Spektrum für Implantation bei  $T_I = 295$  K in Zufallsrichtung mit eingezeichnet. Rechts im Bild sind die Rückstreueignisse an den implantierten Ge-Atomen sichtbar. Zur besseren Sichtbarkeit ist die Ge-Komponente der Spektren um den Faktor 10 überhöht [72].

um  $z = 80$  nm und damit in einem Bereich mit nur geringer Schädenskonzentration (vgl. Abb. 5.2a) auf. Eine Erhöhung der Ausheiltemperatur auf  $T_A = 1875$  K bei Beibehaltung der Temperzeit von  $t_A = 120$  s vergrößert den Effekt der lokalen Ge-Umverteilung (Abb. 5.4, Strich-Punkt-Linie), auch die Reduktion der Strahlenschädenskonzentration ist größer.

Abbildung 5.5 zeigt die Hellfeld-TEM-Aufnahme sowie das mittels EDX bestimmte Ge-Konzentrationsprofil einer mit einer Energie von  $E_0 = 250$  keV und einer Dosis von  $N_I = 1.0 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$   $\text{Ge}^+$  implantierten 6H-SiC-Probe (Wafer D9004) nach der Temperung bei  $T_A = 1875$  K. Im Unterschied zur in Abb. 5.3 gezeigten bei Raumtemperatur implantierten Probe war die kristalline Struktur nach der Implantation nicht zerstört, so daß während der Temperung keine Rekristallisation stattfand und demzufolge auch keine Phasentransformation zum kubischen Polytyp auftreten konnte. Unmittelbar an der Probenoberfläche findet sich eine Schicht aus nahezu ungestörtem hexagonalem SiC (mit H gekennzeichnet), die sich bis in eine Tiefe von 80 nm erstreckt. Es schließt sich eine



**Abbildung 5.5:** Hellfeld-TEM-Aufnahme von  $6H$ -SiC nach Implantation von  $N_I = 1.0 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  ( $E_0 = 250 \text{ keV}$ ) bei  $T_I = 975 \text{ K}$  und nachfolgender Temperung bei  $T_A = 1875 \text{ K}$  für  $t_A = 120 \text{ s}$  sowie das dazugehörige Ge-Tiefenprofil, gemessen mittels EDX. Für dessen Genauigkeit gelten die Aussagen aus Abschnitt 5.1.1 [72].

defektreiche, aber kristalline Schicht an, deren Dicke in etwa der der Ge-Verteilung entspricht. Diese Schicht kann nach der Art der Defekte unterteilt werden in einen Bereich  $D1$  mit Stapelfehlern in den (0001)-Ebenen (angezeigt durch den weißen Pfeil) sowie einen Bereich  $D2$ , in dem vor allem Punktdefekte auftreten. In einer Tiefe von etwa  $z = 275 \text{ nm}$  beginnt die ungestörte SiC-Matrix  $M$ .

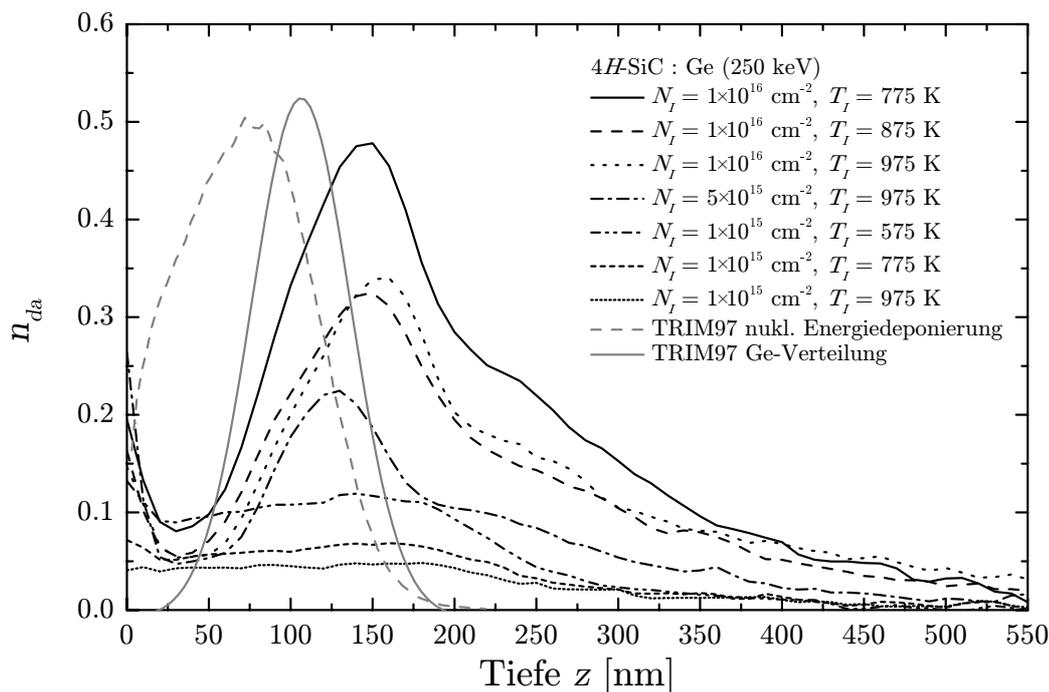
Das EDX-Profil der Ge-Verteilung zeigt im Rahmen der Meßunsicherheit keine signifikanten Unterschiede zur Implantation bei Raumtemperatur. Der etwas breitere Ausläufer der Ge-Verteilung bis in eine Tiefe von  $z = 250 \text{ nm}$  ist mit den RBS-Ergebnissen konsistent. Die mittels RBS beobachtete lokale Ge-Umverteilung während der Temperung kann nicht mit EDX-Messungen verifiziert werden, da das EDX-Verfahren nicht sensitiv auf Abschattung einzelner Ge-Atome durch Atome der SiC-Matrix reagiert und somit stets die Gesamtmenge an Ge detektiert wird.

### 5.3 Auswirkung der Implantationsparameter auf die strukturellen Eigenschaften der implantierten Schichten

Der vorangegangene Abschnitt hat gezeigt, daß durch Implantation bei erhöhten Temperaturen die Amorphisierung des SiC vermieden wird und somit ein geeigneter Ausgangspunkt für eine Temperbehandlung ohne Polytyptransformation gegeben ist. Im Folgenden sollen die Schädigung der SiC-Matrix, die Ge-Verteilung sowie der partielle Ge-Einbau während der Implantation detailliert untersucht werden.

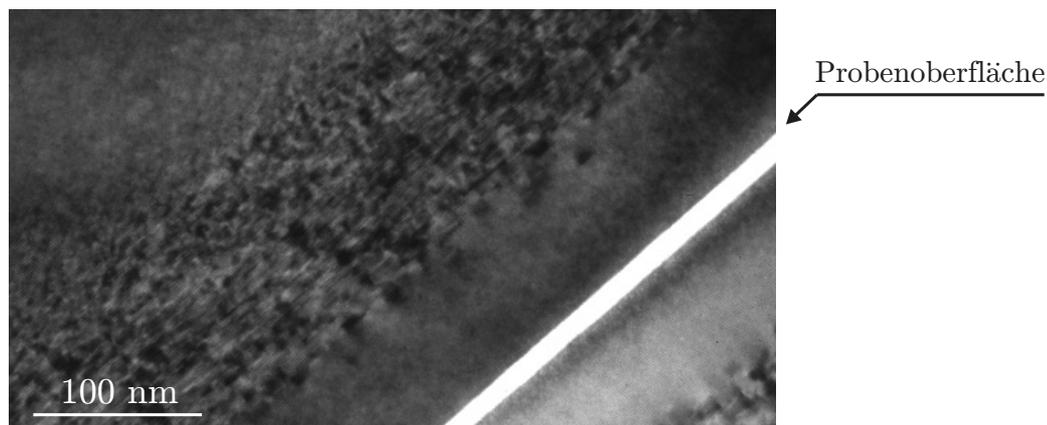
#### 5.3.1 Schädigung der SiC-Matrix durch Hochtemperatur-Implantation

Bereits aus früheren Arbeiten [17] ist bekannt, daß bei Hochdosis-Implantation von  $\text{Ga}^+$ -Ionen ( $E_0 = 230$  keV) in SiC bei Temperaturen oberhalb  $T_I = 575$  K keine Amorphisierung der SiC-Matrix auftritt. Im Rahmen der vorliegenden Arbeit erfolgten Implantationen mit  $\text{Ge}^+$ -Ionen ( $E_0 = 250$  keV) im Temperaturbereich  $575 \dots 975$  K. Die dabei auftretende Schädigung des Kristallgitters soll im Folgenden kurz dargestellt werden.



**Abbildung 5.6:** Relative Schädigenkonzentration  $n_{da}$ , berechnet mittels DICADA2 aus RBS-Messungen entlang der [0001]-Richtung der 4H-SiC-Matrix in Abhängigkeit von Implantationsdosis  $N_I$  und Implantationstemperatur  $T_I$ . Zusätzlich angegeben sind die TRIM97-Simulationen für die Verteilung der Ge-Ionen sowie die Dichte der nuklearen Energiedeposition (beide unskaliert).

Abbildung 5.6 zeigt die Werte der relativen Schädenskonzentration  $n_{da}(z)$ , die an den implantierten 4H-SiC-Proben (Wafer AE0595-18, AE0595-19) mittels RBS-Messungen entlang der [0001]-Achse und DICADA2-Rechnungen bestimmt worden sind. Dabei ist zu erkennen, daß für einen festen Wert der Implantationsdosis  $N_I$  die relative Schädenskonzentration  $n_{da}$  mit steigender Implantationstemperatur  $T_I$  zurückgeht und bei Werten um  $T_I = 875 \dots 975$  K ein Minimum erreicht. Mit steigender Ionendosis  $N_I$  bei konstanter Implantationstemperatur  $T_I$  (hier für  $T_I = 975$  K gezeigt) tritt eine Zunahme der Strahlenschädigung auf. Im Dosisbereich um  $N_I = 1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  ist ein breites Schädensprofil mit einer Ausdehnung bis in eine Tiefe von  $z \approx 250$  nm bei allgemein geringer Schädigung zu erkennen. Mit steigender Implantationsdosis ( $N_I \geq 5 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ ) bildet sich ein Defektband um  $z = 80 \dots 200$  nm aus, dessen Maximum sich mit zunehmender Dosis erhöht und geringfügig in Richtung größerer Tiefe verschiebt. Der Tiefenbereich um  $z = 20 \dots 80$  nm, in dem ein Großteil der kinetischen Energie der beschleunigten Ionen während der Implantation abgebaut und an das Kristallgitter abgegeben wird (siehe TRIM97-Simulation der nuklearen Energiedeposition in Abb. 5.6), bleibt dabei weitgehend defektfrei. Das Maximum der Schädigung liegt auch tiefer als die mittlere Ionenreichweite, so daß von typischen end-of-range-Defekten gesprochen werden kann. Durch die erhöhte Implantationstemperatur tritt offenbar eine Diffusion von Punktdefekten in den Tiefenbereich um  $z = 150 \dots 250$  nm auf, so daß dort eine Schädigung des Kristallgitters eintritt, die nicht direkt durch die nukleare Energiedeposition verursacht ist. TEM-Untersuchungen bestätigen die Tiefenskalierung der Strahlenschäden und identifizieren die auftretenden Schäden als Akkumulation von Punkt- und Liniendefekten, die ein Spannungsfeld um sich herum erzeugen (Abb. 5.7) [74].

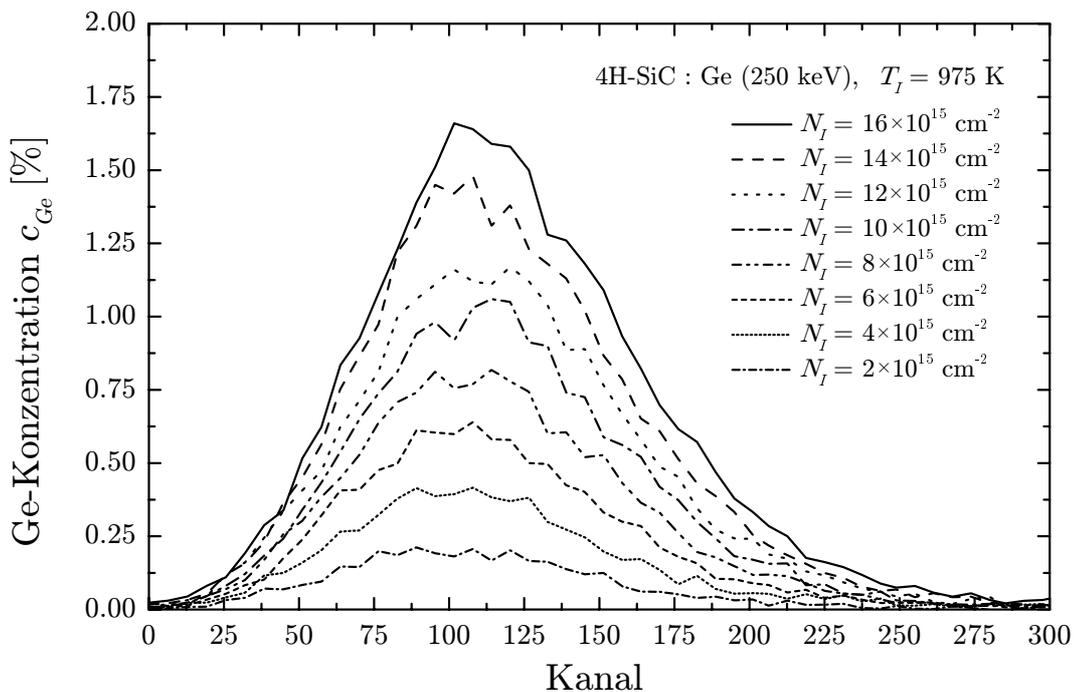


**Abbildung 5.7:** TEM-Aufnahme einer 4H-SiC-Probe nach Ge-Implantation bei  $T_I = 975$  K. Ionenenergie:  $E_0 = 250$  keV, Implantationsdosis:  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$ .

### 5.3.2 Ge-Verteilung in Abhängigkeit von Implantationstemperatur und Dosis

Implantationstemperatur  $T_I$  und -dosis  $N_I$  sind neben der in den Experimenten konstant gehaltenen Ionenstromdichte  $j$  die das Ergebnis der Implantation beeinflussenden Größen. Der Grad der Kristallschädigung sowie die Art der sich bildenden Defekte werden durch diese Parameter ebenso gesteuert wie die Verteilung der implantierten Fremdatome, falls Diffusionsprozesse ausgeprägt sein sollten.

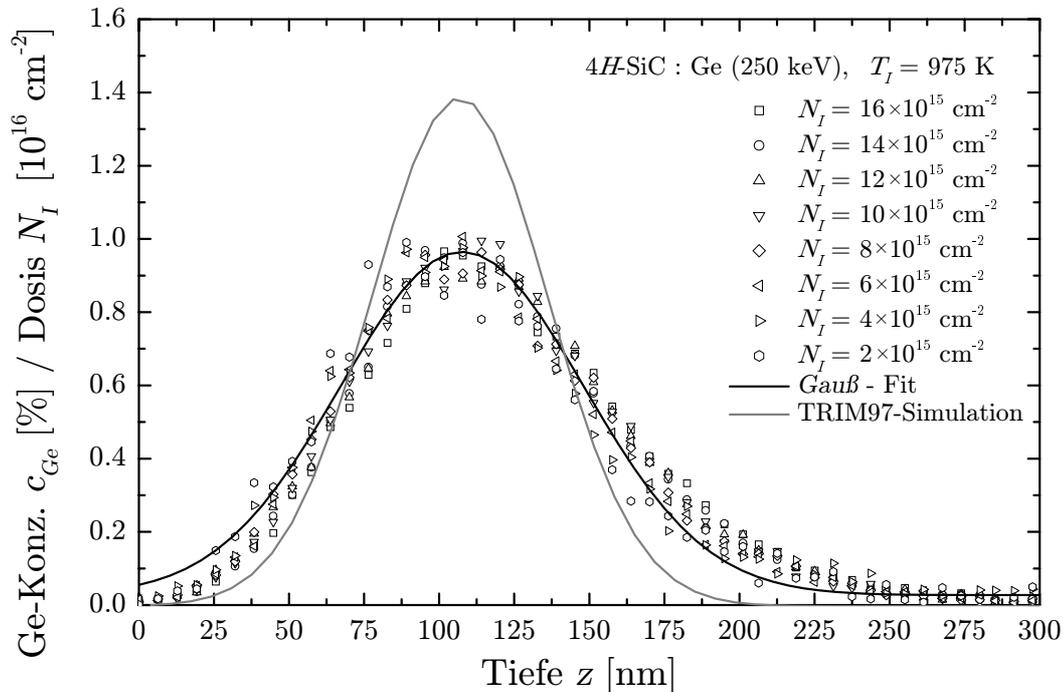
Um eine eventuelle Abhängigkeit des Profils der Ge-Verteilung von der implantierten Ionendosis nachzuweisen, erfolgten bei fester Temperatur  $T_I = 975$  K Implantationen ( $E_0 = 250$  keV) in 4H-SiC (Wafer AE0595-18, AE0595-19) mit Dosiswerten von  $N_I = 1 \times 10^{15}$  cm $^{-2}$ ,  $N_I = 5 \times 10^{15}$  cm $^{-2}$  sowie in Schritten von  $2 \times 10^{15}$  cm $^{-2}$  bis zu einer Dosis von  $N_I = 1.6 \times 10^{16}$  cm $^{-2}$ . Aus den an den Proben gemessenen RBS Spektren in *random*-Richtung wurde anschließend das Profil der Ge-Konzentration  $c_{Ge}$  berechnet.



**Abbildung 5.8:** Aus RBS-Messungen berechnete Ge-Verteilung in Abhängigkeit von der Implantationsdosis  $N_I$  bei konstanter Implantationstemperatur  $T_I = 975$  K.

Abb. 5.8 zeigt diese Konzentrationsprofile. Bereits ohne Normierung auf die implantierte Dosis  $N_I$  ist zu erkennen, daß sich weder Breite der Verteilung noch Lage des Maximums mit wachsender Ionendosis verändern. Erfolgt zusätzlich wie in Abb. 5.9 dargestellt eine Normierung der Ge-Konzentrationen auf die durch Integration der einzelnen Profile ermittelte Gesamtdosis, wird die Unabhängigkeit der Ionenverteilung von der Implan-

tionsdosis bei  $T_I = 975$  K offensichtlich. Dieses Verhalten belegt, daß eine durch Konzentrationsgradienten getriebene Diffusion der Ge-Atome während der Implantation nicht stattfindet, da in diesem Falle die Konzentrationsprofile höherer Dosiswerte verbreitert sein müßten. Die Approximation aller normierten Meßwerte gemäß einer *Gauß*-Verteilung liefert eine mittlere Tiefe der Ge-Verteilung von  $\bar{z} = 108$  nm.



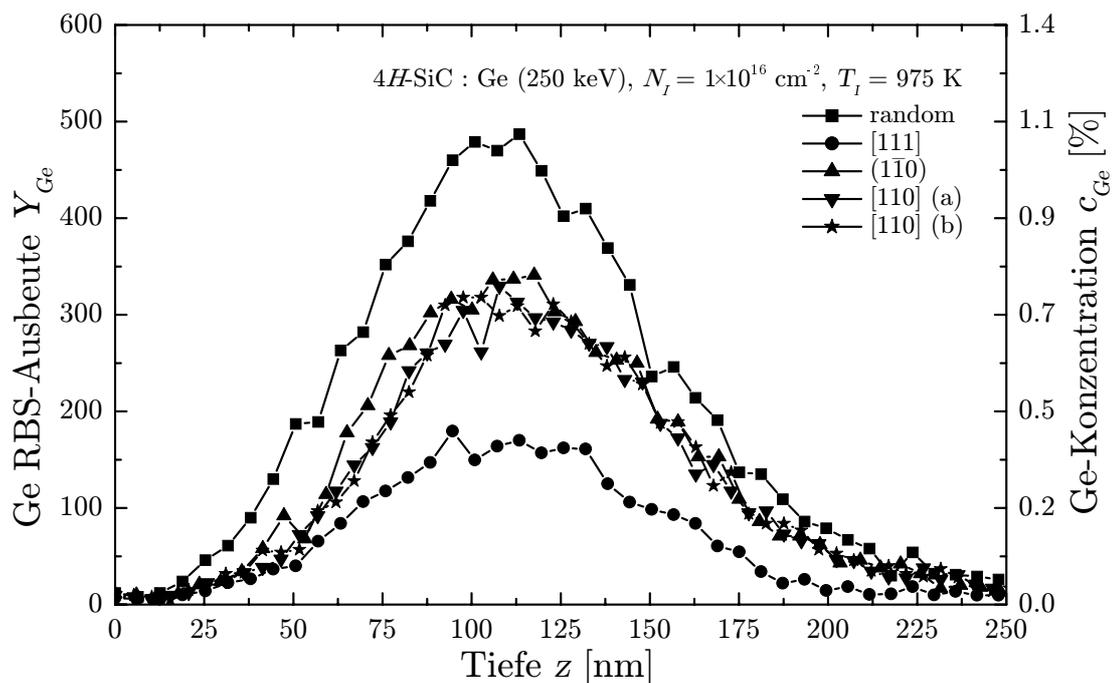
**Abbildung 5.9:** Auf die implantierte Dosis  $N_I$  normierte Ge-Konzentrationsprofile bei konstanter Implantationstemperatur  $T_I = 975$  K.

Die experimentell gefundenen Ge-Profile stimmen demnach sehr gut mit der in der LSS-Theorie [48, 49] postulierten *Gauß*-Verteilung (Gl. 3.4) überein. Der Vergleich zur mittels TRIM97 berechneten Ionenverteilung zeigt allerdings die bereits in den RBS-Spektren erkennbare Abweichung vom realen Profil der Ge-Verteilung. Die Flanken des Ge-Profiles werden durch TRIM97 deutlich unterschätzt, so daß der Maximalwert der Ge-Konzentration zu einer bestimmten Implantationsdosis um einen Faktor von ca. 1.4 überschätzt wird, wenn die Verteilung gemäß TRIM-Simulation als Grundlage genommen wird.

Eine Abhängigkeit der Ge-Verteilung von der Implantationstemperatur konnte mittels RBS-Messungen an bei  $T_I = 575, 775, 875, 975$  K mit einer Energie von  $E_0 = 250$  keV Ge<sup>+</sup> implantierten Proben nicht nachgewiesen werden.

### 5.3.3 Ge-Einbau in das SiC-Gitter während der Implantation

Wie bereits in Abb. 5.4 zu erkennen ist, wird durch RBS-Messungen in Kanalisierungsrichtung nach Implantation bei  $T_I = 975$  K nur ein Teil des Ge detektiert. Es ist naheliegend, daß der nicht sichtbare Teil entlang der  $[0001]$ -Achse in das SiC-Gitter eingelagert ist und so – abgeschattet durch die Atome der SiC-Matrix – nicht zur Rückstreuerausbeute beiträgt. Um diese Einlagerung zu bestätigen, erfolgten zusätzliche RBS-Messungen entlang anderer Achsen und Ebenen. Sollten hierbei unterschiedlich große Anteile des Ge abgeschattet sein, wäre dies ein Indiz für einen bevorzugten Einbau entlang einer bestimmten Achse. Neben der  $[0001]$ -Richtung (kubisch:  $[111]$ ), die standardmäßig bei allen RBS-Kanalisierungsmessungen Verwendung fand, wurden auch die nächst niedrig indizierte Achse  $[110]$  sowie die Ebene  $(1\bar{1}0)$  zwischen diesen Achsen vermessen. Die Messung erfolgte an einer bei  $T_I = 975$  K mit einer Dosis von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  ( $E_0 = 250$  keV) implantierten  $4H$ -SiC-Probe (Wafer AE0595-18).



**Abbildung 5.10:** RBS-Rückstreuerausbeute des implantierten Ge-Profiles, gemessen in  $random$ -Richtung sowie in mehreren Kanalisierungsrichtungen. Auffällig ist die in  $[111]$ -Richtung stark reduzierte Rückstreuerausbeute.

In Abb. 5.10 ist zu erkennen, daß – erwartungsgemäß – die Messung in  $random$ -Richtung die höchste Rückstreuerausbeute zeigt. Da bei der  $random$ -Messung alle Atome gleichberechtigt zur Rückstreuung beitragen, repräsentiert das Rückstreuspektrum die gesamte implantierte Menge an Ge. Im Folgenden beziehen sich alle prozentualen Angaben auf

diesen Wert. Es ist nur ein *random*-Spektrum eingezeichnet, da die Spektren der einzelnen Meßrichtungen im Rahmen der Meßfehler übereinstimmen. Sämtliche Berechnungen wurden jedoch mit den individuellen Spektren vorgenommen. In [111]-Richtung erreicht die Ge-Ausbeute einen Minimalwert, während sich in den beiden kristallographisch identischen [110]-Richtungen, die sich nur durch das Vorzeichen der Verkipfung unterscheiden, sowie in der  $(1\bar{1}0)$ -Ebene ein höherer, aber gegenüber der *random*-Richtung ebenfalls verringertes Wert für die Rückstreuerausbeute ergibt. Die sich aus den Spektren ergebende Ge-Minimalausbeute  $\chi_{min,Ge}(z)$  kann gemäß der Zweistrahl-näherung nach *Bøgh* [75] als aus zwei getrennt behandelbaren Anteilen bestehend aufgefaßt werden. Der erste Anteil beschreibt die direkte Rückstreuung an den unkorreliert deplazierten Atomen (*aligned*-Strahl), der zweite Anteil die Rückstreuung an allen Gitteratomen (*random*-Strahl). Für die Ge-Minimalausbeute ergibt sich demnach die angepaßte Gleichung

$$\chi_{min,Ge}(z) = [1 - f_{Ge}(z)] \cdot [1 - \chi_{ran}(z)] + \chi_{ran}(z) \quad . \quad (5.1)$$

Die Funktion  $f_{Ge}(z)$  ( $0 \leq f_{Ge} \leq 1$ ) repräsentiert den Anteil an Ge-Atomen, der als in die jeweilige zur RBS-Messung genutzte Kristallachse eingebaut angesehen werden kann. Dies ist für alljene Atome gegeben, deren Auslenkung aus den Atomreihen kleiner ist als die *Thomas-Fermi*-Abschirmlänge der entsprechenden Kernpotentiale [50]. Im Falle geringer Dekanalisation ( $\chi_{ran}(z) \ll 1$ ) kann Gl. 5.1 näherungsweise zu  $f_{Ge}(z) \approx 1 - \chi_{min,Ge}(z)$  umgeformt werden, wodurch sich der Anteil der in Kristallachsen eingebauten Ge-Atome nach Integration über den gesamten implantierten Tiefenbereich zu

$$F_{Ge} = \frac{\int f_{Ge}(z) \cdot Y_{Ge}^{ran}(z) \cdot dz}{\int Y_{Ge}^{ran}(z) \cdot dz} = 1 - \frac{\int Y_{Ge}^{al}(z) \cdot dz}{\int Y_{Ge}^{ran}(z) \cdot dz} = 1 - S_{Ge} \quad (5.2)$$

ergibt.  $S_{Ge}$  beschreibt dabei den Anteil an Ge, der mittels Rückstreuung detektiert werden kann. In Tabelle 5.1 sind die aus den in Abb. 5.10 dargestellten Rückstreuenspektren berechneten Werte für den prozentualen Einbau des Ge zusammengefaßt.

**Tabelle 5.1:** Prozentualer Ge-Einbau  $F_{Ge}$  entlang der mittels RBS untersuchten Kristallrichtungen [111],  $(1\bar{1}0)$  sowie [110] nach Implantation von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  ( $E_0 = 250 \text{ keV}$ ) bei  $T_I = 975 \text{ K}$ .

SiC-Richtung	[111]	$(1\bar{1}0)$	[110] (a)	[110] (b)
Eingebauter Anteil $F_{Ge}$	66%	31%	39%	36%
nicht eingebauter Anteil $S_{Ge}$	34%	69%	61%	64%

Es ist zu erkennen, daß in der [111]-Richtung im hexagonalen SiC der größtmögliche Ge-Anteil eingebaut ist. Der Anteil entlang dieser Kristallachse lokalisierter Ge-Atome ist im

Fälle von Implantationen geringerer Dosiswerte als  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  noch deutlicher ausgeprägt, wobei offenbar Sättigungseffekte im Dosisbereich um  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  eine Rolle für den dann geringeren Einbau der Ge-Atome spielen. Eine – wenn auch nicht so deutlich ausgeprägte – Abhängigkeit des Ge-Einbaus von der Implantationstemperatur ist ebenfalls zu erkennen. Hierbei spielt die Schädigung der SiC-Matrix während der Implantation eine entscheidende Rolle. Für einen optimalen Einbau des Ge ist eine gute Kristallqualität wesentlich. Diese ist im Temperaturbereich um  $T_I = 975 \text{ K}$  gegeben. In Tabelle 5.2 sind die berechneten Werte des Ge-Einbaus entlang der [111]-Richtung für die unterschiedlichen Implantationsbedingungen zusammengefaßt.

**Tabelle 5.2:** Prozentualer Ge-Einbau  $F_{Ge}$  entlang der [111]-Richtung in Abhängigkeit von den Implantationsparametern Dosis  $N_I$  und Temperatur  $T_I$ .

Dosis $N_I$ [ $\text{cm}^{-2}$ ]	Temperatur $T_I$ [K]			
	575	775	875	975
$1 \times 10^{15}$	84%	89%	-	91%
$2 \times 10^{15}$	-	-	-	89%
$5 \times 10^{15}$	-	-	-	71%
$1 \times 10^{16}$	-	61%	67%	66%

Der beschriebene Einbau der Ge-Atome kann entweder auf Gitterplätzen (substitutioneller Einbau) oder auf Zwischengitterplätzen entlang der Kristallachsen (interstitieller Einbau) erfolgen. Die substitutionell eingebauten Atome zeichnen sich dadurch aus, daß sie mit RBS-Messungen in *aligned*-Richtung nicht lokalisiert werden können, egal welche Kristallachse für die Messung genutzt wird. Somit stellt der substitutionelle Anteil eine von der Meßrichtung unabhängige Größe dar. Um den interstitiellen Anteil verstehen zu können, sind Kenntnisse über die Art der Zwischengitterplätze im hexagonalen SiC nötig. So existieren in der SiC-Matrix sowohl hexagonale als auch tetragonale Zwischengitterplätze, die sich für den Einbau von Fremdatomen eignen. Aufgrund der abwechselnden Stapelfolge folgen in hexagonalem SiC mehrere hexagonale Zwischengitterplätze entlang der [111]-Achse hintereinander. Zusätzlich existieren doppelt so viele tetragonale Plätze [76, 77]. RBS-Messungen entlang der [110]-Achse bzw. der  $(1\bar{1}0)$ -Ebene haben eine zusätzliche Rückstreuung an den dann nicht mehr abgeschatteten Ge-Atomen auf hexagonalen Zwischengitterplätzen zur Folge, wodurch der signifikant höhere Anteil an mittels RBS detektiertem Ge in diesen Richtungen erklärt werden kann. Die stark ausgeprägte Richtungsabhängigkeit des Anteils an detektiertem Ge deutet außerdem darauf hin, daß nur ein geringer Teil der Ge-Atome substitutionell eingebaut ist. Für eine thermisch

aktivierte Nukleation von Ge-Atomen sollte dies von Vorteil sein, da nur die geringere Aktivierungsenergie interstitiell eingebauter Ge-Atome aufgebracht werden muß.

## 5.4 Auswirkung der Kurzzeit-Temperung auf die Eigenschaften der implantierten Schichten

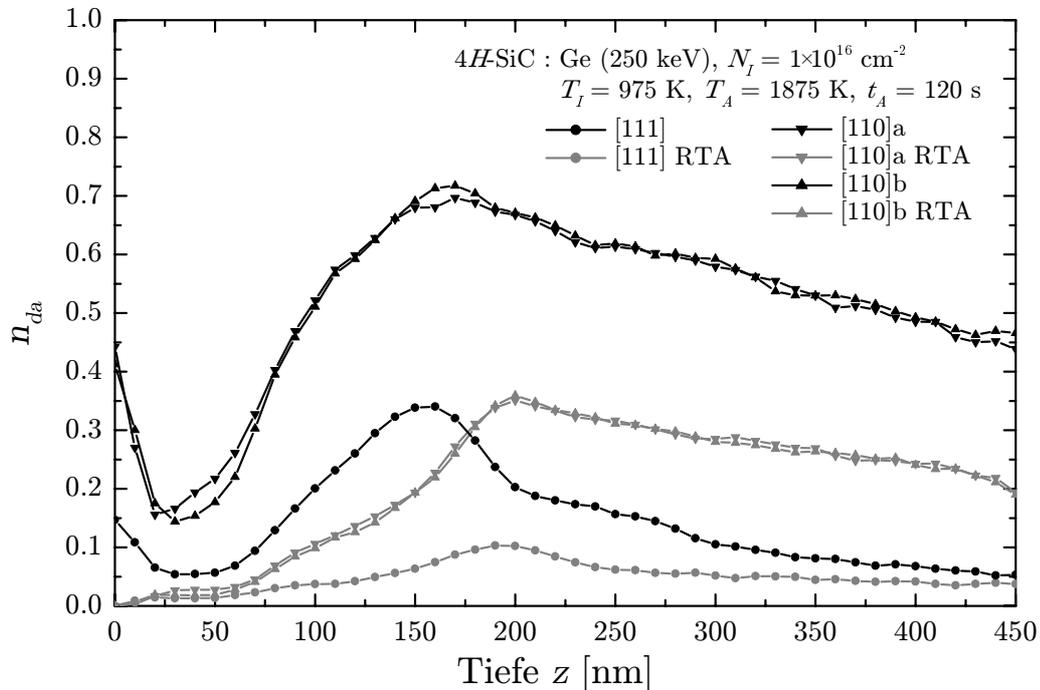
Im Anschluß an die Implantation bei erhöhten Temperaturen ( $T_I \geq 575$  K) erfolgte eine Temperung der Proben im Temperaturbereich von  $T_A = 1475 \dots 1875$  K über einen Zeitraum von  $t_A = 30 \dots 180$  s mit dem Ziel, die Schädigung des Kristallgitters zu reduzieren und über thermische Prozesse die Bildung von Ge-Präzipitaten zu stimulieren. In diesem Abschnitt sind die dabei gefundenen Zusammenhänge dargestellt.

### 5.4.1 Einfluß der Kurzzeit-Temperung auf Kristallschädigung und Ge-Einbau

Die Temperung der implantierten Proben über eine Zeit von nur wenigen Minuten verursacht keine Veränderung des mittels RBS-Messungen in *random*-Richtung darstellbaren Ge-Konzentrationsprofils. Diese Aussage gilt für alle untersuchten Kombinationen der Parameter Ionendosis, Implantations- und Ausheiltemperatur. Somit kann eine makroskopisch sichtbare Umverteilung der implantierten Ge-Atome ausgeschlossen werden. Eine solche Umverteilung wäre beispielsweise durch thermisch aktivierte Diffusionsprozesse denkbar und würde dabei zu einer Verbreiterung des Implantationsprofils führen. Da die in der Literatur angegebenen Diffusionskoeffizienten für beispielsweise Ga in SiC sehr niedrig sind [2] und für Ge ähnliche Werte erwartet werden, entspricht das gefundene Verhalten den Erwartungen an die Ge-Diffusion in SiC.

Auf atomarer Ebene treten jedoch durch die thermische Aktivierung deutliche Veränderungen auf. Dies gilt sowohl für das SiC-Kristallgitter als auch für die implantierten Ge-Atome. Abbildung 5.11 zeigt die relative Schädigenkonzentration  $n_{da}$  entlang der [111]- und [110]-Richtung einer bei  $T_I = 975$  K mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  Ge<sup>+</sup> ( $E_0 = 250$  keV) implantierten und bei  $T_A = 1875$  K für  $t_A = 120$  s getemperten 4H-SiC-Probe (Wafer AE0595-18). Unabhängig von der gemessenen Richtung tritt während der Temperung eine deutliche Reduktion von  $n_{da}$  im oberflächennahen Bereich ein, das Maximum der verbleibenden Schäden verschiebt sich in größere Tiefen. Besonders bei der Messung entlang der [111]-Achse, die auch nach der Implantation die niedrigste Rückstreuerausbeute aufweist, ist dies gut zu erkennen. Auch im Falle der planaren Kanalisierung entlang der  $(1\bar{1}0)$ -Richtung (nicht eingezeichnet) ist ein deutlicher Rückgang der Kristallschädigung im oberflächennahen Bereich zu erkennen. Während der Temperung

rekombinieren vor allem Punktdefekte mit Gitterleerstellen. Die verbleibende Schädigung besteht unter anderem aus Punktdefektclustern und ausgedehnten Defekten (Stapelfehler, Versetzungen), die kaum durch thermische Prozesse zu beseitigen sind.

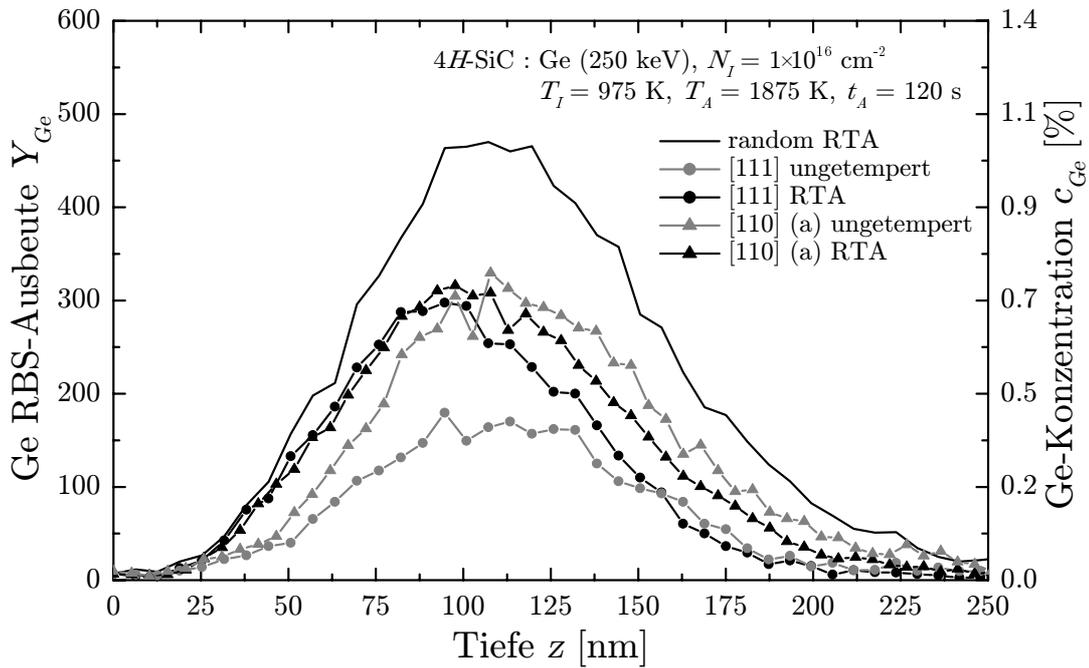


**Abbildung 5.11:** Relative Schädigenkonzentration  $n_{da}$ , berechnet aus RBS-Messungen entlang der [111]- und [110]-Richtung der 4H-SiC-Matrix vor und nach Temperung bei  $T_A = 1875 \text{ K}$ .

Ein auf den ersten Blick unerwartetes Ergebnis zeigt der Einfluß der Temperung auf den Einbau des implantierten Ge. Eine bessere Kristallqualität legt eigentlich eine Erhöhung des Anteils entlang der niedrig indizierten Richtungen eingebauten Germaniums nahe, Abb. 5.12 zeigt jedoch einen deutlichen Rückgang des Ge-Einbaus. Dieser Effekt ist besonders ausgeprägt im Tiefenbereich bis  $z \approx 100 \text{ nm}$ , entlang der besonders gering geschädigten [111]-Achse hat sich der Anteil nicht eingebauten Germaniums sogar bis in eine Tiefe von  $z = 150 \text{ nm}$  erhöht. Erst in noch größeren Tiefen – und damit im Bereich der nach der Temperung verbleibenden Restschädigung – ist der Anteil des entlang der [111]-Richtung eingebauten Ge höher als vor der Temperung. Entlang der [110]-Richtung ist erhöhter Ge-Einbau bereits ab einer Tiefe von  $z = 100 \text{ nm}$  zu erkennen.

Die Ergebnisse legen nahe, daß während der Temperung vor allem im vorderen, nur gering geschädigten Teil des Ge-Konzentrationsprofils eine Präzipitatbildung stattgefunden haben könnte. Verlassen einzelne Ge-Atome interstitielle oder substitutionelle Gitterplätze und bilden kleine Einschlüsse innerhalb der SiC-Matrix, ist dies mit einer erhöhten

Ge-Rückstreuerausbeute aus diesem Tiefenbereich verbunden.



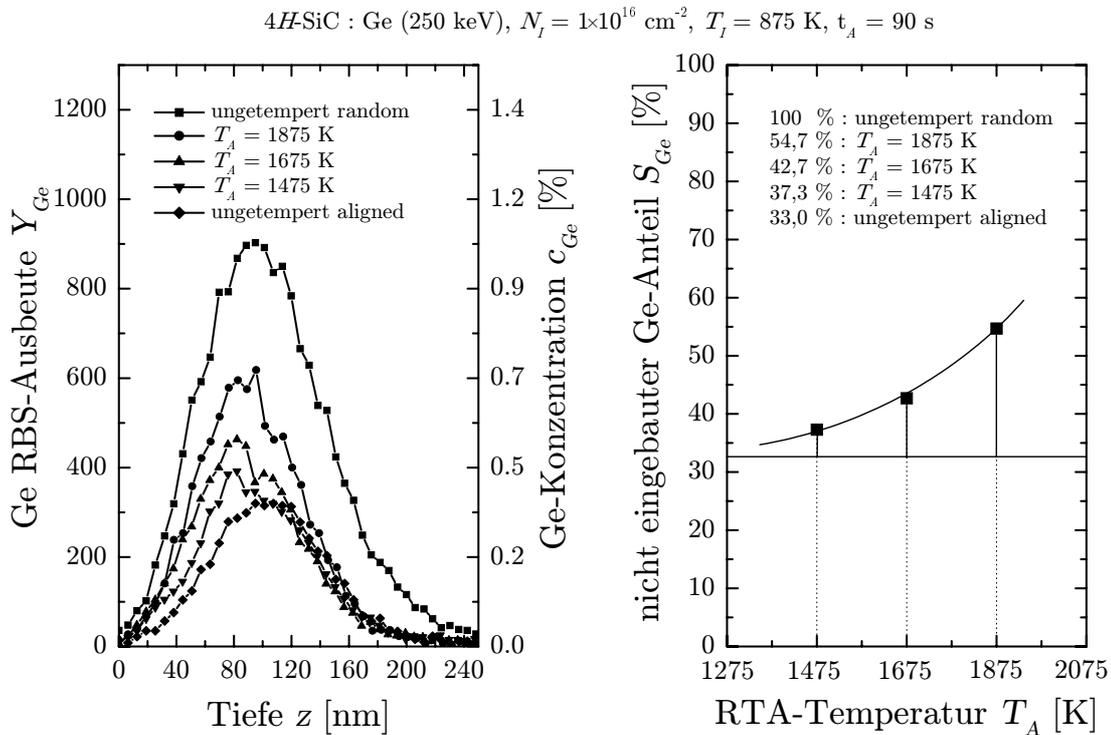
**Abbildung 5.12:** Rückstreuerausbeute  $Y_{Ge}^{al}(z)$  vor und nach Kurzzeit-Temperung bei  $T_A = 1875 \text{ K}$ : die erhöhte Rückstreuerausbeute im oberflächennahen Bereich ist ein Hinweis auf eine lokale Umverteilung der Ge-Atome und tritt fast unabhängig von der zur Messung genutzten Kristallachse auf.

#### 5.4.2 Einfluß von Temperzeit und -temperatur auf die Ge-Umverteilung

Bereits die ersten Versuche, durch Temperprozesse eine lokale Umverteilung des implantierten Ge zu erreichen, zeigten, daß dafür ein Zeitraum von wenigen Minuten ausreichend ist (siehe Abschnitt 5.2). Im Folgenden soll die Abhängigkeit der Ge-Umverteilung von den Temperparametern detailliert untersucht werden. Die für die Untersuchungen genutzten Proben (Wafer AE0595-18) wurden mit einer Dosis von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$   $\text{Ge}^+$  ( $E_0 = 250 \text{ keV}$ ) bei  $T_I = 875 \text{ K}$  implantiert und anschließend im Temperaturbereich  $T_A = 1475 \dots 1875 \text{ K}$  über einen Zeitraum von  $t_A = 30, 60, 90, 120 \text{ s}$  getempert.

Abbildung 5.13 zeigt links die Ge-Rückstreuerausbeuten für bei  $t_A = 90 \text{ s}$  getemperte Proben in Abhängigkeit von der Ausheiltemperatur. Es ist zu erkennen, daß der nicht entlang der zur Messung genutzten [111]-Kristallachse eingebaute Ge-Anteil  $s_{Ge}(z)$  mit zunehmender Temperatur signifikant anwächst. Besonders ausgeprägt ist die lokale Ge-Umverteilung im oberflächennahen Bereich, der auch die geringsten Strahlenschäden aufweist (vgl. Abb. 5.11). Ab einer Tiefe von  $z \approx 125 \text{ nm}$  ist die Umverteilung nicht

mehr so deutlich ausgeprägt. Da in dieser Tiefe ein Großteil der nach der Temperung verbleibenden Schädenskonzentration lokalisiert ist, ist anzunehmen, daß diese Defekte die Ge-Umverteilung und die Formierung der vermuteten Ge-Präzipitate erschweren. Dieses Ergebnis ist konsistent mit dem in Abb. 5.12 gezeigten Verhalten.



**Abbildung 5.13:** Rückstreuerausbeute  $Y_{\text{Ge}}^{\text{al}}(z)$  entlang der [111]-Richtung nach Kurzzeit-Temperung bei  $T_A = 1475, 1675$  und  $1875 \text{ K}$  für jeweils  $t_A = 90 \text{ s}$  (links) sowie Anteil  $S_{\text{Ge}}$  des nicht entlang der [111]-Kristallachse eingebauten Ge in Abhängigkeit von der Ausheiltemperatur (rechts).

Eine Integration über die Ge-Konzentrationsprofile gemäß Gl. 5.2 liefert den Anteil  $S_{\text{Ge}}$  des nicht entlang der [111]-Kristallachse in die SiC-Matrix eingebauten Germaniums. Dieser Anteil ist in Abb. 5.13 rechts dargestellt. Die Zunahme des Anteils an unverteilttem Ge ist deutlich zu erkennen. Auffällig ist auch, daß im untersuchten Temperaturbereich bis zu  $T_A = 1875 \text{ K}$  keine Sättigung auftritt. Selbst der Wendepunkt des Verlaufs  $S_{\text{Ge}}(T_A)$  ist noch nicht erreicht. Ein solcher muß allerdings existieren, da die Menge des in der Probe vorhandenen und damit unverteiltbaren Ge endlich ist. Es ist demnach zu erwarten, daß eine weitere Erhöhung der Ausheiltemperatur zur Umverteilung eines noch größeren Anteils an Ge führt. Mangels einer geeigneten Tempereinrichtung für  $T_A > 1875 \text{ K}$  konnte der Nachweis dafür allerdings nicht erbracht werden.

Ebenfalls feststellbar ist eine Abhängigkeit der verbleibenden Restschädigung von der Ausheiltemperatur  $T_A$ . Tabelle 5.3 zeigt dieses Verhalten für Temperungen bei  $T_A = 1475, 1675$  sowie  $1875$  K und  $t_A = 90$  s. Das Maximum der Schädigenkonzentration  $n_{da}^{max}$  der Si-Atome verschiebt sich mit zunehmender Ausheiltemperatur in immer größere Tiefen  $z_0$ , dabei wird die Schädigung weiter abgebaut.

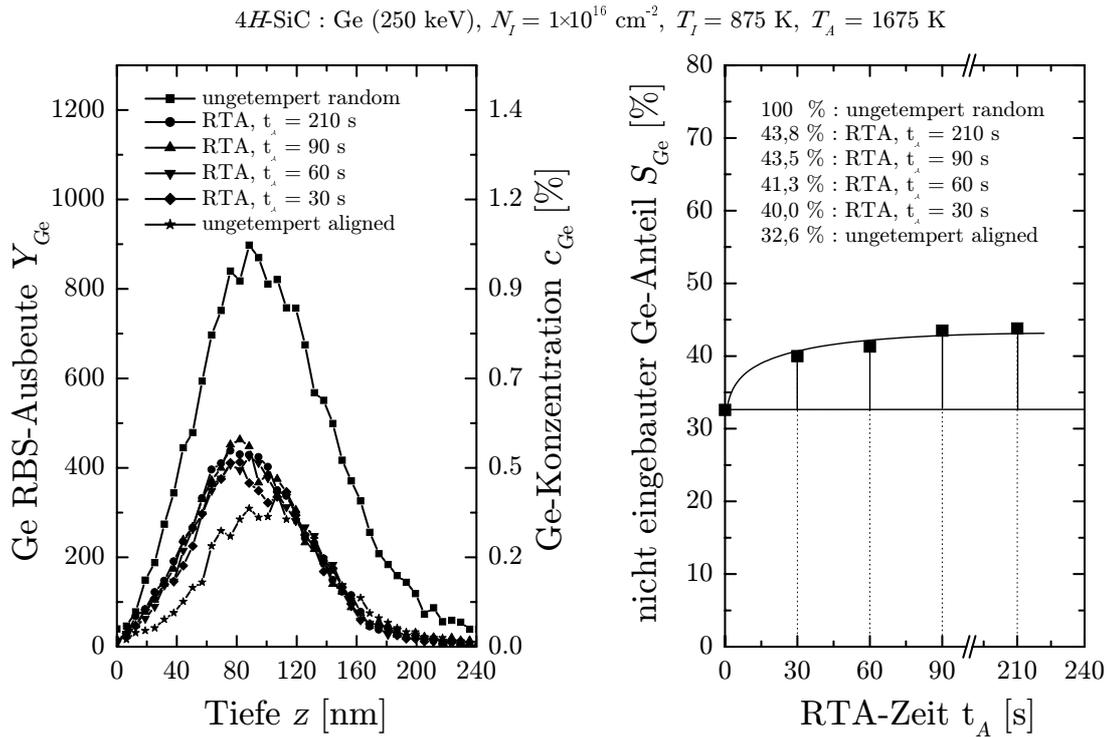
**Tabelle 5.3:** Einfluß der Ausheiltemperatur  $T_A$  auf Lage und maximalen Wert der Schädigenkonzentration  $n_{da}^{max}$ , untersucht anhand einer mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  bei  $T_I = 875$  K implantierten und über  $t_A = 90$  s getemperten Probe.

$T_A$ [K]	ungetempert	1475	1675	1875
$z_0$ [nm]	150	150	170	190
$n_{da}^{max}(z_0)$	0.30	0.25	0.13	0.09

Der Anteil  $S_{Ge}$  des nicht entlang der [111]-Kristallachse eingebauten Ge erhöht sich nach Temperung bei  $T_A = 1875$  K für  $t_A = 90$  s gegenüber dem Wert vor der Temperung nur um  $\Delta S_{Ge} = 6\%$ , wenn die Probe mit einer Dosis von  $N_I = 1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  implantiert wurde. Dieses Verhalten ist mit der geringen Implantationsdosis zu erklären. Im Vergleich zu einer Implantation mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  ist ein größerer Anteil der Ge-Atome substitutionell eingebaut. Zur Umverteilung dieses Anteils von den energetisch stabileren Gitterplätzen ist eine höhere Aktivierungsenergie nötig, so daß bevorzugt der geringere interstitiell eingebaute Anteil umverlagert wird.

Die Abhängigkeit der während der Temperung erfolgten Ge-Umverteilung von der Temperzeit  $t_A$  ist Abb. 5.14 zu entnehmen. Die untersuchte Probe wurde ebenfalls mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  ( $E_0 = 250$  keV) bei  $T_I = 875$  K implantiert und anschließend bei  $T_A = 1675$  K schrittweise getempert. Sowohl in den Ge-Tiefenprofilen entlang der [111]-Kristallachse (links) als auch in der Abhängigkeit des nicht entlang [111] eingebauten Ge-Anteils  $S_{Ge}$  (rechts) zeigt sich, daß der Prozeß der Ge-Umverteilung bereits nach der kürzesten Temperzeit  $t_A = 30$  s im Wesentlichen abgeschlossen ist. Für längere Temperzeiten findet sich kaum noch eine Zunahme von  $S_{Ge}$ .

Auch ein Großteil der Prozesse, die zur Defektausheilung führen, ist nach einer Temperzeit von  $t_A = 30$  s bereits abgeschlossen. So findet für längere Temperzeiten keine Verschiebung des Maximums der Restschädigung in größere Tiefen mehr statt und der Rückgang der Restschädigenkonzentration ist spätestens nach  $t_A = 90$  s beendet. In Tabelle 5.4 sind die Werte für das Maximum der Schädigenkonzentration  $n_{da}^{max}$  und dessen Lage  $z_0$  zusammengefaßt.

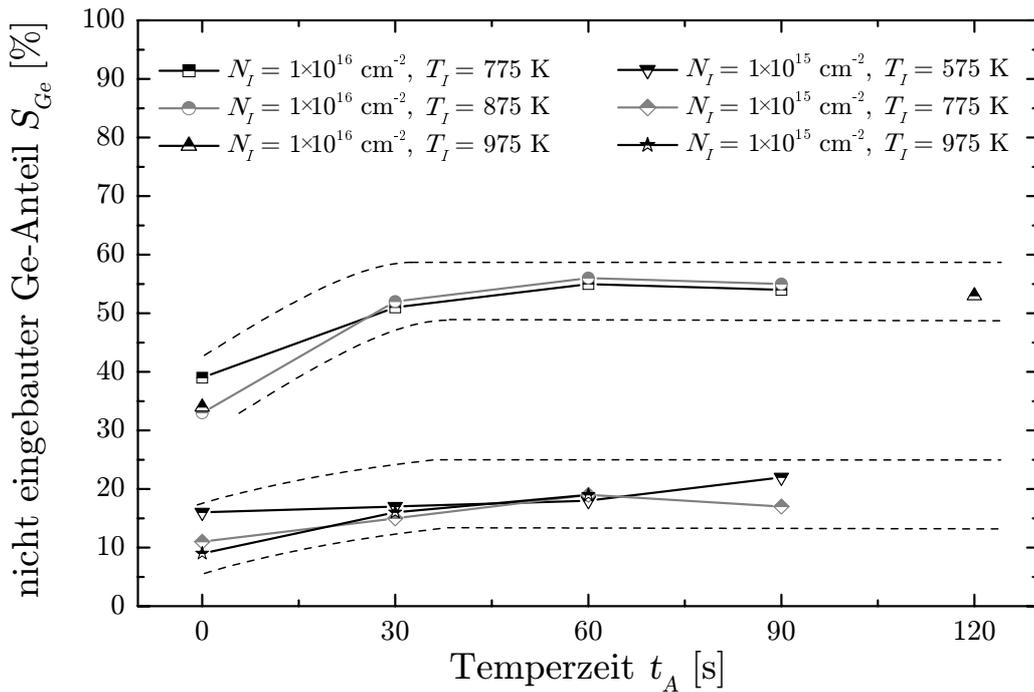


**Abbildung 5.14:** Rückstreuerausbeute  $Y_{\text{Ge}}^{\text{al}}(z)$  entlang der [111]-Richtung nach Kurzzeit-Temperung bei  $T_A = 1675 \text{ K}$  für  $t_A = 30, 60, 90$  und  $120 \text{ s}$  (links) sowie Anteil  $S_{\text{Ge}}$  des nicht entlang der [111]-Kristallachse eingebauten Ge in Abhängigkeit von der Temperzeit (rechts).

Erfolgt die Implantation mit niedrigerer Dosis, so ist der Zuwachs des nicht eingebauten Ge-Anteils generell geringer, so daß der Einfluß der Temperzeit – genau wie der der Ausheiltemperatur – weniger stark ausgeprägt ist. Dies wird in Abb. 5.15, die Implantationen mit  $N_I = 1 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$  und  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  gegenüberstellt, deutlich. Die erwünschte Präzipitatbildung erfordert demnach die Implantation einer Ge-Dosis im Bereich um  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  (entsprechend einer Ge-Konzentration im Bereich um 1 at%), um genügend interstitiell eingebautes Ge zur Verfügung zu haben, das durch die Temperprozesse zur Umverteilung angeregt werden kann.

**Tabelle 5.4:** Einfluß der Temperzeit  $t_A$  auf Lage und maximalen Wert der verbleibenden Schädenskonzentration  $n_{\text{da}}^{\text{max}}$ , untersucht anhand einer mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$   $\text{Ge}^+$  bei  $T_I = 875 \text{ K}$  implantierten und bei  $T_A = 1675 \text{ K}$  getemperten Probe.

$t_A$ [s]	vor RTA	30	60	90	210
$z_0$ [nm]	150	160	170	170	170
$n_{\text{da}}^{\text{max}}(z_0)$	0.30	0.16	0.15	0.13	0.13



**Abbildung 5.15:** Anteil des nicht entlang der [111]-Kristallachse eingebauten Ge-Anteils  $S_{Ge}$  in Abhängigkeit von der Temperaturzeit  $t_A$  für unterschiedliche Dosiswerte  $N_I$  und Implantationstemperaturen  $T_A$ . Alle Proben wurden bei  $T_A = 1875 \text{ K}$  getempert.

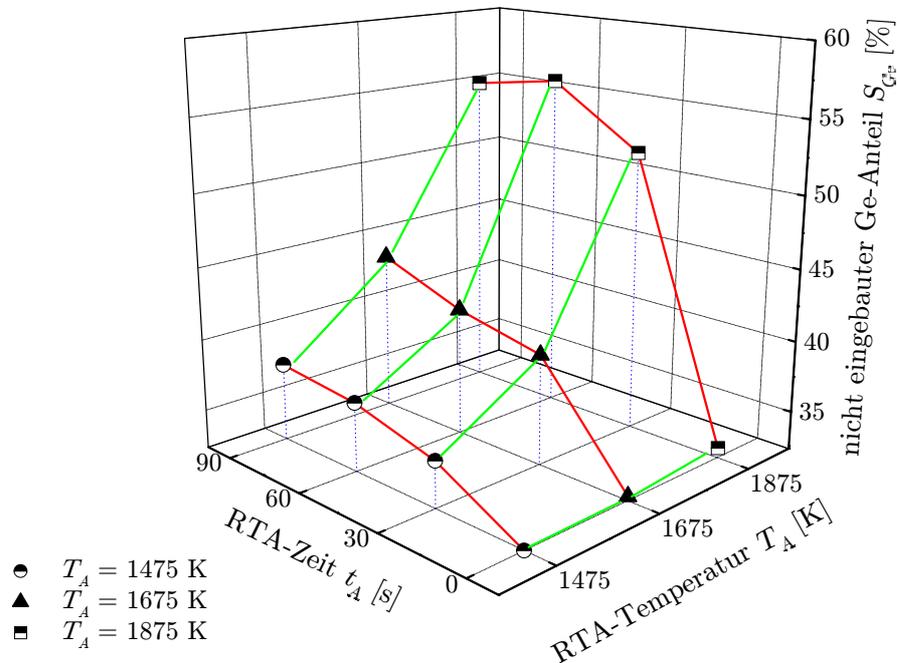
Die Ergebnisse aller mittels RBS untersuchten Temperatur-Zeit-Kombinationen der Kurzzeit-Temperung an mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}$  implantierten Proben sind in Abb. 5.16 zusammengefaßt. Dabei wurde der Wert  $S_{Ge}$  der ungetemperten Probe als Referenz gewählt, so daß der durch die Temperung hervorgerufene Ge-Umverteilungsprozeß direkt visuell erfaßt werden kann. Sowohl die Sättigung von  $S_{Ge}(t_A)$  als auch der deutliche Anstieg von  $S_{Ge}(T_A)$  sind erkennbar. Letzterer läßt sich für  $t_A = 30 \text{ s}$  gut durch eine Exponentialfunktion der Form

$$S_{Ge}(T_A) = a + b \cdot \exp\left(\frac{-c}{k_B \cdot T_A}\right) \quad (T_A \text{ in K}) \quad (5.3)$$

beschreiben. Die Parameter ergeben sich zu  $a \approx 34\%$  und  $c \approx 1.5 \text{ eV}$ , wobei  $a$  als Anteil des bereits vor der Temperung nicht entlang der [111]-Kristallrichtung eingebauten Ge gedeutet werden kann, während  $c$  eine Aktivierungsenergie darstellt, die überwunden werden muß, um interstitiell eingebautes Ge umzuverlagern. Der Wert von  $c \approx 1.5 \text{ eV}$  liegt dabei in dem Größenbereich, der typisch für die Verlagerung von Atomen im Kristallgitter ist. Für Temperaturzeiten größer  $t_A = 30 \text{ s}$  lassen sich die Werte  $S_{Ge}(T_A)$  nicht mehr mittels einer Exponentialfunktion beschreiben. Das legt nahe, daß die dann ablaufenden Prozesse nicht mehr nur auf einer thermisch aktivierten Verlagerung einzelner Atome von Gitterplätzen

beruhen, sondern andere Prozesse eine wesentliche Rolle spielen. Sollte tatsächlich eine Ge-Präzipitatbildung nachgewiesen werden, so kämen hierfür beispielsweise Wachstums- oder Reifeprozesse der Ge-Präzipitate in Frage.

$$4H\text{-SiC : Ge (250 keV), } N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2}, T_I = 875 \text{ K}$$



**Abbildung 5.16:** Übersicht über den Prozeß der Ge-Umverteilung während der Kurzzeit-Temperung: dargestellt ist die Abhängigkeit des nicht entlang der [111]-Kristallrichtung in die SiC-Matrix eingebauten Ge-Anteils  $S_{Ge}$  von den Parametern Temperzeit  $t_A$  und -temperatur  $T_A$  im Bereich  $30 \text{ s} \leq t_A \leq 90 \text{ s}$  und  $1475 \text{ K} \leq T_A \leq 1875 \text{ K}$  [78].

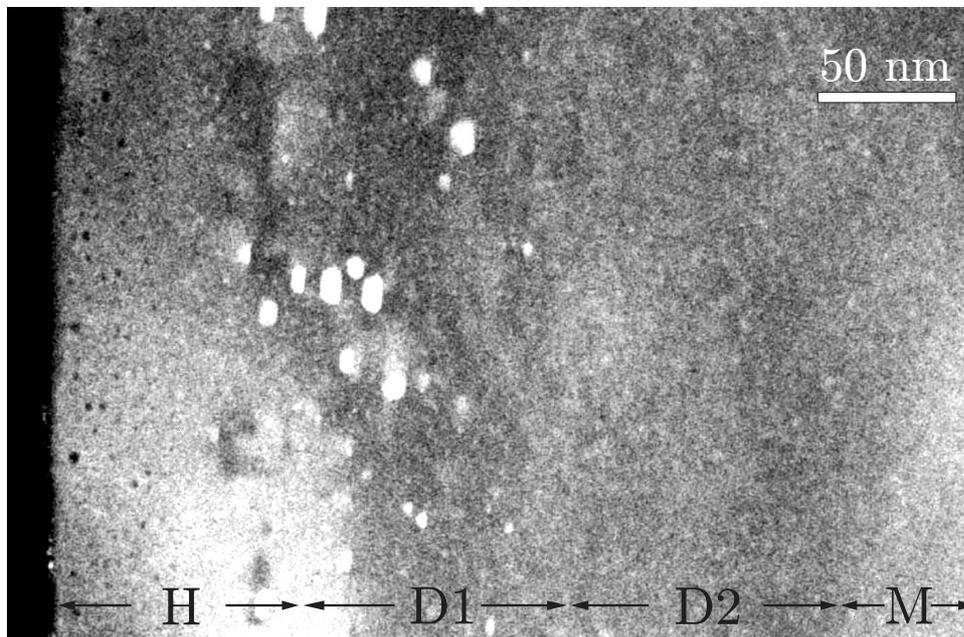
## 5.5 Nachweis und Analyse der Ge-Präzipitate mittels TEM

Die Methode der Rutherford-Rückstreuung (RBS) gelangt an ihre Grenze, wenn Fremdatomansammlungen erkannt und dargestellt werden sollen, die kleiner sind als der Durchmesser des zur Messung verwendeten Ionenstrahls. Die im vorangegangenen Abschnitt beschriebenen RBS-Untersuchungen erfolgten mittels eines  $\text{He}^+$ -Ionenstrahls von etwa 1 mm Durchmesser. Somit beziehen sich alle Aussagen, die zur Lage und Umverteilung des implantierten Ge getroffen wurden, stets auf ein Gebiet von mindestens 1 mm Durchmesser. Auch die Tiefenauflösung ist durch die Anzahl der zur Diskretisierung genutzten Kanäle der Meßelektronik auf etwa 7 nm begrenzt. Die aus den RBS-Messungen gewonnenen Aussagen zur Ge-Umverteilung legen zwar eine Präzipitatbildung nahe, der

Nachweis muß letztlich jedoch mit anderen Meßverfahren geführt werden. Hier bietet sich die Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) mit ihren auf den Nachweis von Fremdatomansammlungen spezialisierten Verfahren HAADF, HACDF, EDX und EELS sowie dem zur Strukturaufklärung an einzelnen Nanoobjekten geeigneten Verfahren der Hochauflösungs-TEM an.

### 5.5.1 Nachweis der Ge-Präzipitatbildung mittels HAADF

Das kernladungszahlsensitive Verfahren HAADF (siehe Abschnitt 3.3.3) eignet sich zur Gewinnung von Übersichtsaufnahmen an Querschnittspräparaten, die direkten Rückschluß auf die Verteilung der Ge-Atome in der SiC-Schicht gestatten.

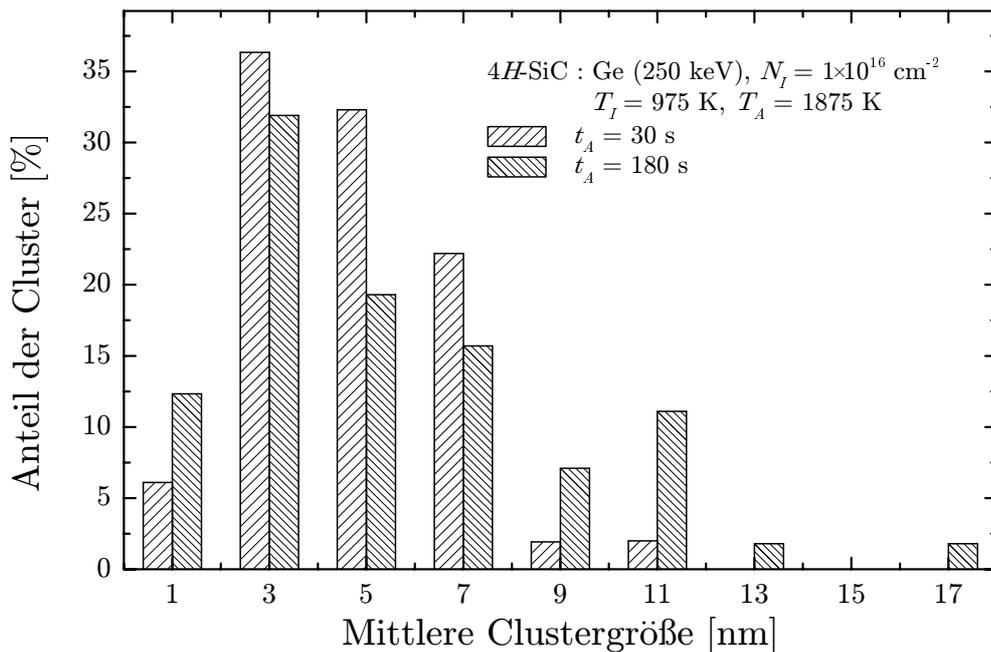


**Abbildung 5.17:** HAADF-STEM-Aufnahme einer 4H-SiC-Probe nach Implantation von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  ( $E_0 = 250 \text{ keV}$ ) bei  $T_I = 975 \text{ K}$ . Die Temperung erfolgte bei  $T_A = 1875 \text{ K}$  über einen Zeitraum von  $t_A = 180 \text{ s}$  [72].

Abbildung 5.17 zeigt die HAADF-STEM-Aufnahme einer bei  $T_I = 975 \text{ K}$  mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  implantierten Probe nach Temperung bei  $T_A = 1875 \text{ K}$  über einen Zeitraum von  $t_A = 180 \text{ s}$ . Die Einteilung des Bildausschnitts in die Bereiche nahezu ungestörte hexagonale SiC-Matrix  $H$ , defektreiche kristalline Schicht  $D1$  mit Stapelfehlern sowie  $D2$  mit Punktdefekten und ungestörte SiC-Matrix  $M$  entspricht der Abb. 5.5. Die deutlich sichtbaren hellen Kontraste kennzeichnen Ansammlungen von Atomen mit einer im Vergleich zu Si und C höheren Kernladungszahl. Damit ist der Nachweis der

aus den Ergebnissen der RBS vermuteten Ge-Agglomeration erbracht. Die zumindest Ge-reichen Präzipitate sind dabei nicht homogen in der implantierten Schicht verteilt. Es zeigt sich, daß eine bevorzugte Ansammlung im Tiefenbereich um  $z = 60 \dots 130$  nm erfolgt. In diesem Bereich wurde nach der Temperung die größte Zunahme des Anteils nicht entlang der [111]-Kristallrichtung eingebauten Ge,  $S_{Ge}$ , nachgewiesen (siehe Abschnitt 5.4.1), weiterhin liegt dieser Bereich an der Vorderflanke der nach der Temperung verbleibenden Schädenverteilung in einem Gebiet nur geringer Kristallschädigung.

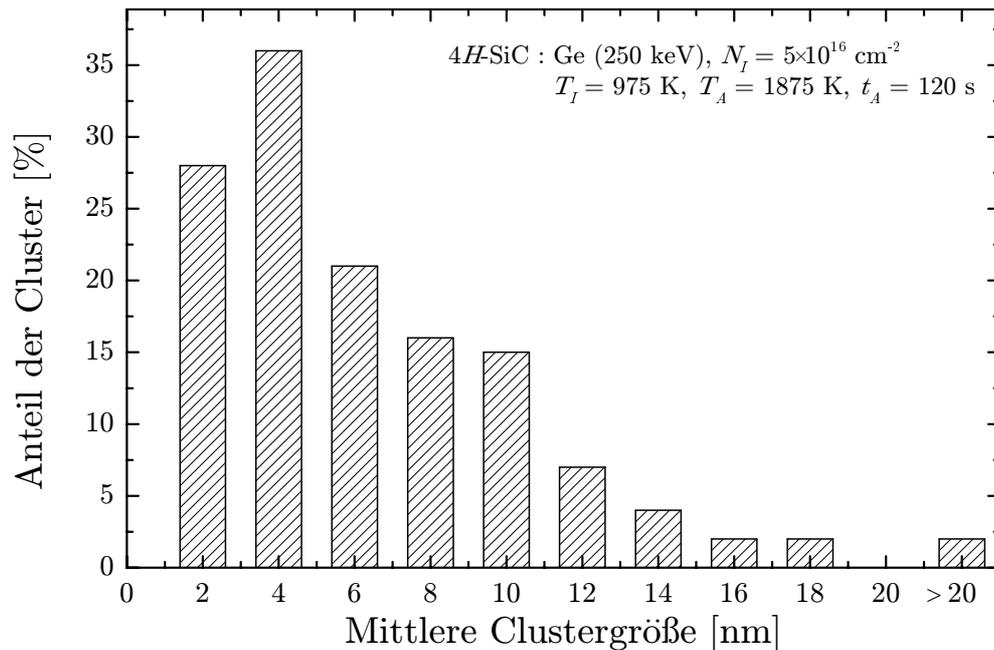
Bei einer Verkürzung der Temperzeit auf  $t_A = 30$  s werden ebenfalls Ge-reiche Einschlüsse in den Proben gefunden. Diese weisen aber deutlich geringere Abmessungen auf als die bei  $t_A = 180$  s gebildeten, insbesondere fehlen die größten Einschlüsse mit Abmessungen oberhalb 7 nm nahezu völlig, wohingegen eine deutlich höhere Anzahl an Einschlüssen mit Abmessungen im Bereich von  $3 \dots 7$  nm nachgewiesen werden kann. In Abb. 5.18 sind die durch Auszählen der in den entsprechenden HAADF-Aufnahmen sichtbaren Ge-Präzipitate gewonnenen Größenverteilungen gegenübergestellt.



**Abbildung 5.18:** Größenverteilung der Ge-Präzipitate nach Temperung bei  $T_A = 1875$  K für  $t_A = 30$  s und  $t_A = 180$  s. Die implantierte Dosis betrug  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  [78].

Es ist anzumerken, daß bei HAADF-Untersuchungen an nicht getemperten Proben keinerlei Präzipitate gefunden wurden. Die nach einer Temperzeit von  $t_A = 30$  s nachgewiesenen

Einschlüsse müssen sich also während dieser Zeit gebildet haben. Eine Temperung über längere Zeiten verbreitert die Größenverteilung der gefundenen Präzipitate, die Anzahl kleinerer Cluster geht zurück. Diese Prozesse sind typisch für Reifevorgänge, während der sich größere Cluster unter Abbau kleinerer Cluster weiter vergrößern. Die treibende Kraft hinter diesen Vorgängen sind lokale Gradienten der Fremdatomkonzentration, durch die eine gerichtete Bewegung einzelner Atome hin zu größeren Clustern einsetzt.



**Abbildung 5.19:** Größenverteilung der Ge-Präzipitate nach Temperung bei  $T_A = 1875$  K für  $t_A = 120$  s. Die implantierte Dosis betrug  $N_I = 5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$ .

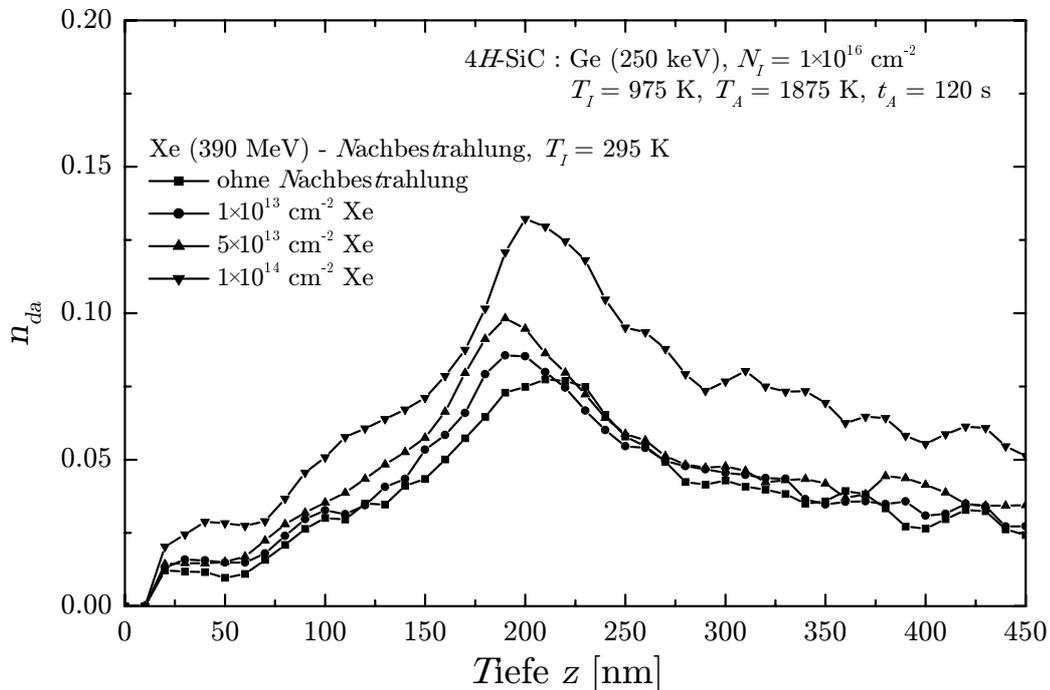
Abbildung 5.19 zeigt die Größenverteilung der Ge-Präzipitate in einer mit einer Dosis von  $N_I = 5 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  implantierten und über einen Zeitraum von  $t_A = 120$  s getemperten Probe. Trotz der vergleichsweise hohen Implantationsdosis ist keine signifikante Veränderung der Größenverteilung sichtbar. Eine deutliche Abhängigkeit der Clustergröße besteht in diesem Dosisbereich tatsächlich nur von der Temperzeit, wie auch aus Abb. 5.21 erkannt werden kann.

### 5.5.2 Hochenergie-Nachbestrahlung zur Beeinflussung der Clustergröße

Es ist bekannt, daß eine Beeinflussung der Größenverteilung von Au-Nanoclustern in  $\text{SiO}_2$  mittels hochenergetischer Ionenstrahlen möglich ist [79]. Dabei erfolgt im Anschluß an die Formierung der Nanocluster eine Bestrahlung der Proben mit schweren Ionen (z.B.

Au) im Energiebereich mehrerer MeV. Unter dem Einfluß des elektronischen Energieverlustes kommt es zu Prozessen, bei denen größere Nanocluster Au-Atome abgeben und sich eine mittlere NC-Größe mit nur geringer Streubreite einstellt. Dieser Prozess wurde thermodynamisch untersucht und aufgrund seines Mechanismus' als „inverses Ostwald-Reifen“ bezeichnet.

Die große Streubreite der NC-Größe in den im Rahmen dieser Arbeit untersuchten SiC-Proben war Anlaß, die Eignung des Verfahrens der Hochenergie-Nachbestrahlung für das System Ge-NC in SiC zu testen. Dazu wurden SiC-Proben (Wafer AE0595-19) zuerst auf dem üblichen Wege implantiert ( $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  bei einer Temperatur von  $T_I = 975 \text{ K}$ ) und getempert ( $T_A = 1875 \text{ K}$ ,  $t_A = 120 \text{ s}$ ). Anschließend erfolgte eine Bestrahlung dieser Proben mit Xe-Ionen ( $E_0 = 390 \text{ MeV}$ ,  $N_I = 1 \times 10^{13} \dots 1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$ ) bei einer Temperatur von  $T_I = 295 \text{ K}$  am Hahn-Meitner-Institut Berlin. Die projizierte Ionenreichweite betrug dabei gemäß einer TRIM97-Simulation  $z \approx 24 \mu\text{m}$ , der elektronische Energieverlust ist im Bereich der Oberfläche bis zu einer Tiefe von  $z = 5 \mu\text{m}$  nahezu konstant ( $2.2 \times 10^4 \text{ eV/nm}$  für jedes implantierte Ion). Im oberflächennahen Bereich ( $z < 2 \mu\text{m}$ ) ergibt sich für den Energieeintrag durch nukleare Stoßprozesse bei einer Implantation von  $N_I = 1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  ein Wert von  $n_{dpa} \approx 0.002 \text{ dpa}$ .



**Abbildung 5.20:** Relative Schädenskonzentration  $n_{da}$  des Si-Untergitters, berechnet aus RBS-Messungen entlang der [111]-Richtung an NC-haltigen Proben in Abhängigkeit der Xe-Nachbestrahlungsdosis.

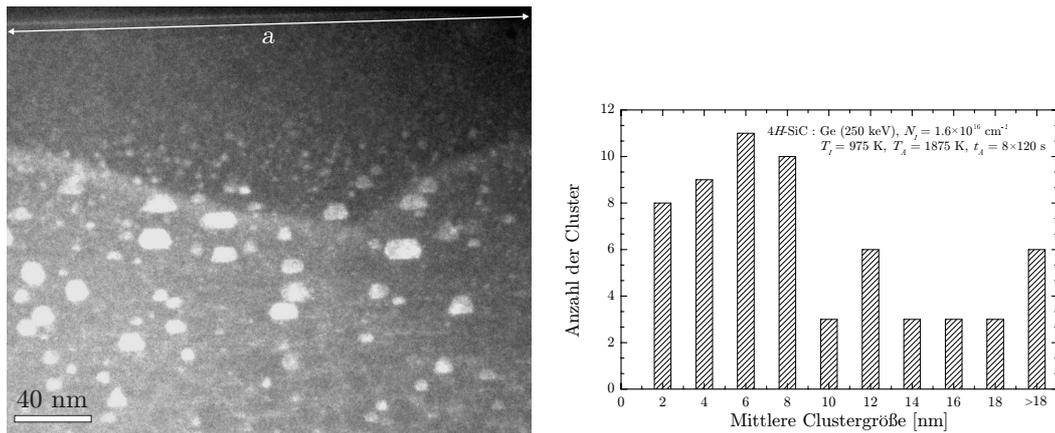
RBS-Messungen an den nachbestrahlten Proben zeigen keine Veränderung des Ge-Konzentrationsprofils. Langreichweitige Ge-Umverteilungen aufgrund der Hochenergie-Nachbestrahlung sind somit auszuschließen. In Abb. 5.20 sind die mittels DICADA2 aus den RBS-Spektren berechneten Defektkonzentrationen dargestellt. Deutlich erkennbar ist eine Zunahme der Defektkonzentration im Bereich  $z = 200 \dots 250$  nm bei der mit  $N_I = 1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  Xe implantierten Probe. Der Wert des nuklearen Energieverlustes der Xe-Ionen bei dieser Implantationsdosis liegt noch unterhalb des Bereiches, der zu einer signifikanten Strahlenschädigung in SiC führt [17]. Es muß deshalb in Erwägung gezogen werden, daß ein Einfluß des elektronischen Energieverlustes auf die Strahlenschädigung besteht.

Aus der anhand einer HACDF-TEM-Aufnahme der mit  $N_I = 1 \times 10^{14} \text{ cm}^{-2}$  Xe bestrahlten Probe erstellten Größenverteilung der Ge-Präzipitate (nicht dargestellt) kann keine signifikante Veränderung aufgrund der Xe-Bestrahlung festgestellt werden. Die Größenschwankungen der Präzipitate liegt im Rahmen der bei unbestrahlten Proben gefundenen Werte. Ein „inverses Ostwald-Reifen“ tritt bei Nanoclustern in SiC offenbar nicht auf.

### 5.5.3 Abschätzung der in den Präzipitaten lokalisierten Ge-Menge

Im Folgenden soll die Größenordnung der Menge des in den Präzipitaten lokalisierten Ge abgeschätzt werden, um einen Anhaltspunkt für die Gültigkeit der Modellvorstellungen zur Nukleation der Cluster zu bekommen. Als Ausgangspunkt dient eine mit der vergleichsweise hohen Dosis von  $N_I = 1.6 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  bei  $T_I = 975$  K implantierte 4H-SiC-Probe, die nach Teilimplantationen zu jeweils  $N_I = 2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  für  $t_A = 120$  s bei  $T_A = 1875$  K getempert wurde. Diese experimentellen Bedingungen wurden ursprünglich gewählt, um Aussagen über die Schädienkonzentration bei schrittweiser Implantation gewinnen zu können. Für die folgende Abhandlung war die Probe qualifiziert, da eine detaillierte Größenstatistik der Nanocluster zu einem bekannten Bereich einer HACDF-Aufnahme zur Verfügung stand, der in Abb. 5.21 dargestellt ist. In Übereinstimmung mit dem in Abschnitt 5.5.1 gefundenen Zusammenhang von Temperzeit  $t_A$  und Größenverteilung der Präzipitate fällt der hohe Anteil an Clustern mit Abmessungen größer 10 nm auf.

In einem Probenbereich von  $290 \times 240$  nm Größe wurden alle Cluster mit einer Mindestgröße von etwa 2 nm ausgezählt. Die Menge des in den Clustern enthaltenen Ge wurde unter folgenden Annahmen ermittelt:



**Abbildung 5.21:** HACDF-Aufnahme einer 4H-SiC-Probe nach Implantation von  $N_I = 8 \times 2 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  bei  $T_I = 975 \text{ K}$  und 8-facher Temperung bei  $T_A = 1875 \text{ K}$  für jeweils  $t_A = 120 \text{ s}$  (links) sowie Größenverteilung der gefundenen Präzipitate (rechts).

- kugelförmige Cluster,
- Ge-Gehalt von 100% in den Clustern,
- keine Verspannungen in den Clustern  $\rightarrow$  atomare Dichte:  $N_{Ge} = 4.4 \times 10^{22} \text{ cm}^{-3}$ .

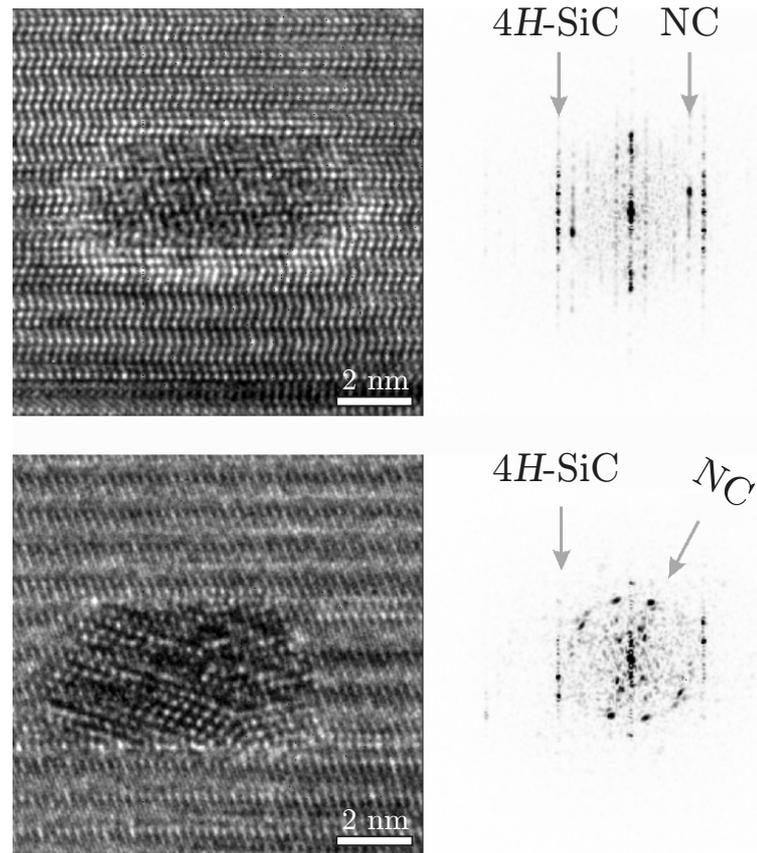
Damit ergibt sich näherungsweise über die Summation eine Ge-Menge von  $n_{Ge}^{Cluster} = 2480000$  Atomen in den Präzipitaten. Die Menge des implantierten Ge im untersuchten Probenbereich bestimmt sich aus der Implantationsdosis  $N_I$ , der Länge  $a$  der Probenoberfläche im Querschnittspräparat sowie der durchstrahlbaren und damit analysierbaren Tiefe  $b$  senkrecht zur Bildebene in Abb. 5.21. Mit  $a = 290 \text{ nm}$  und  $b \approx 50 \text{ nm}$  (dieser Wert wurde als mittlere Dicke des Präparats im untersuchten Bereich angenommen) ergibt sich eine Ge-Menge von  $n_{Ge}^{total} = 2320000$  Atomen. Der Anteil des in den Präzipitaten lokalisierten Ge würde demnach nahezu 107% betragen. Ein Wert größer 100% für den in den Präzipitaten lokalisierten Ge-Anteil ist nicht möglich, aber die gefundene Größenordnung ist realistisch. Setzt man statt der aus der experimentellen Erfahrung geschätzten Probendicke von  $b \approx 50 \text{ nm}$  einen Wert von  $b = 75 \text{ nm}$  an, so beträgt der Anteil des in den Clustern lokalisierten Ge nur noch etwa 70%. Auch die zur Vereinfachung eingeführten Annahmen bezüglich der Geometrie der Cluster erlauben keine Angabe exakter Werte und rechtfertigen einen Fehler bei der Bestimmung der Stoffmenge im Bereich einiger 10%. Die Tatsache, daß das Verhältnis aus vorhandenem und agglomeriertem Ge nahezu bei 1 liegt, bestätigt jedoch die Richtigkeit der Vermutung, wonach die Formierung der Präzipitate Ursache der mittels RBS-Messungen sichtbaren Ge-Umverteilung ist.

#### 5.5.4 Bestimmung der Struktur der Präzipitate mittels hochauflösender TEM

Die hochauflösende Querschnitts-TEM (HR-TEM) ermöglicht Aussagen über die Struktur der in den Proben gefundenen Nanocluster. Abbildung 5.22 zeigt die HR-TEM-Abbildungen von zwei ausgewählten Ge-reichen Präzipitaten und die entsprechenden Fouriertransformierten (FT-) Muster. Deutlich ist die kristalline Struktur der Präzipitate zu erkennen, es handelt sich demnach bei den gefundenen Ausscheidungen um Nanokristalle. Aus den FT-Mustern kann durch Vergleich mit den ebenfalls auftretenden [111]-Reflexen der SiC-Matrix die Gitterkonstante der Nanokristalle bestimmt werden. Die bei der Vermessung zahlreicher Nanokristalle gefundenen Werte  $d_{111}^{NC}$  schwanken zwischen 0.317 nm und 0.331 nm und liegen damit meist zwischen den Werten von reinem unverspanntem kristallinen Ge ( $d_{111}^{Ge} = 0.327$  nm) und Si ( $d_{111}^{Si} = 0.314$  nm) [80]. Eine Bestimmung des Ge-Anteils in den Nanokristallen allein aus der Gitterkonstante ergäbe somit Werte, die zwischen denen von reinem Ge und reinem Si liegen, allerdings unter der Bedingung, daß die Kristallite unverspannt sind. Dies ist jedoch eingedenk der Tatsache, daß es sich bei den Präzipitaten und Fremdatomeinschlüsse in einer kristallinen Matrix handelt, äußerst unwahrscheinlich. Aus EDX-Punktanalysen konnte der Ge-Gehalt einzelner Nanokristalle bestimmt werden. Er liegt im Mittel bei etwa 80%, vereinzelt wurden auch reine Ge- bzw. Si-Kristallite gefunden [80].

Ein Teil des durch die Präzipitatabbildung von Gitterplätzen verdrängten Si sammelt sich demnach ebenfalls in Ausscheidungen, wohingegen über den Verbleib des verdrängten C der SiC-Matrix bislang keine Aussagen möglich sind. Die unter Annahme eines Ge-Gehalts von 80% in den Kristalliten mittels der Vegardschen Regel [65] berechnete Gitterkonstante ergibt einen im Vergleich zu den Messungen deutlich zu hohen Wert. Ebenfalls vermessene Si-Nanokristalle zeigen eine im Vergleich zu unverspanntem bulk-Si um 2.8% kleinere Gitterkonstante. Da ein Einfluß der Kristallitstöchiometrie in diesem Fall ausgeschlossen werden kann, muß die Ursache der Abweichung in einer auf die Kristallite wirkenden Kompression liegen. Wird nun in nullter Näherung der für Si-Kristallite bestimmte Wert der Kompression auf die Gitterkonstante der Ge-reichen Nanokristalle angewandt, ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung mit den Meßergebnissen [81].

Ebenfalls aus Abb. 5.22 ist ersichtlich, daß sich in den Kristalliten Stapelfehler ausgebildet haben und die Orientierung der Kristallite zur SiC-Matrix unterschiedlich ist. Während die  $c$ -Achse der meisten gefundenen Kristallite parallel zur  $c$ -Achse des SiC orientiert ist (Abb. 5.22, oben), finden sich auch Kristallite mit in der  $[11\bar{2}0]$ -Ebene verkippter  $c$ -Achse



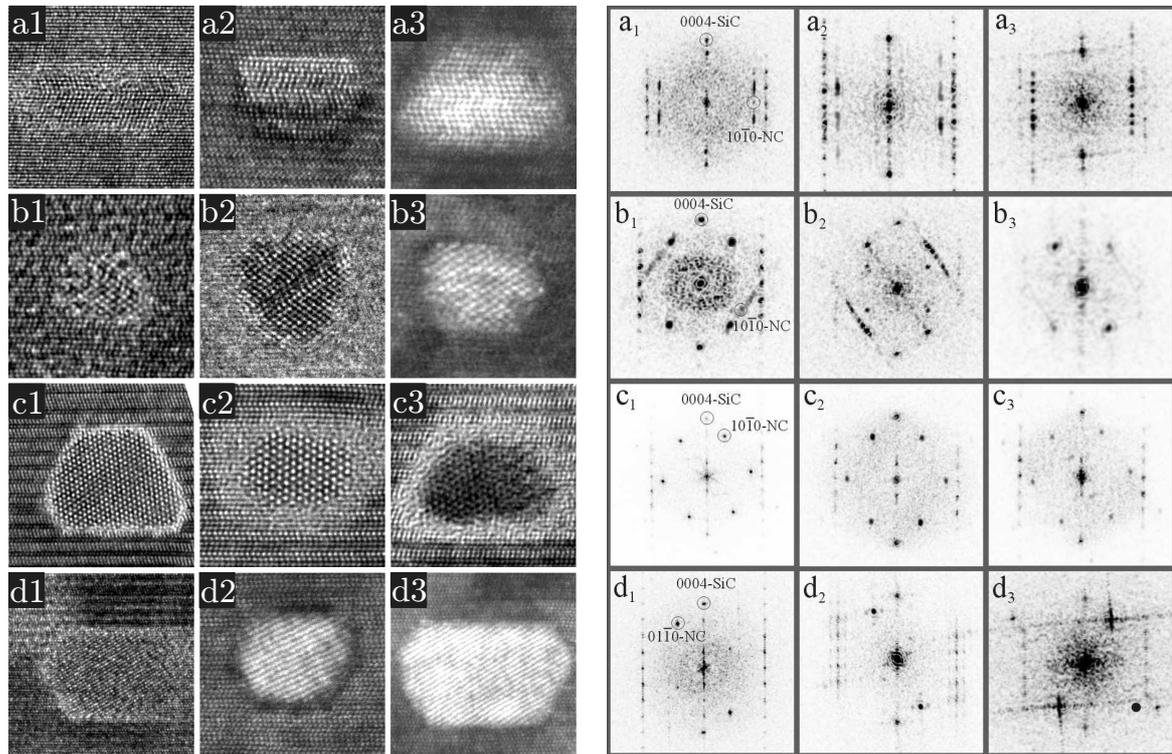
**Abbildung 5.22:** HR-TEM-Aufnahmen zweier Ge-reicher Nanokristalle in  $4H$ -SiC nach Implantation von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  bei  $T_I = 975 \text{ K}$  und Temperung bei  $T_A = 1875 \text{ K}$  für  $t_A = 120 \text{ s}$  (links) sowie zugehörige FT-Muster (rechts) [78].

(Abb. 5.22, unten). Eine eingehendere Analyse zeigt, daß insgesamt 4 unterschiedliche Orientierungsbeziehungen zwischen der SiC-Matrix in  $[11\bar{2}0]$ -Projektion und den Nanokristallen existieren, wobei die Nanokristalle stets eine hexagonale Kristallstruktur aufweisen [80]. Die Klassifizierung der Nanokristalle nach ihrer Orientierung zur SiC-Matrix ergibt [81]:

- A:  $[0001]_{\text{NC}} \parallel [0001]_{4H\text{-SiC}}, [11\bar{2}0]_{\text{NC}} \parallel [11\bar{2}0]_{4H\text{-SiC}}$
- B:  $[11\bar{2}0]_{\text{NC}} \parallel [11\bar{2}0]_{4H\text{-SiC}}$  oder  $[11\bar{2}0]_{\text{NC}}$  verkippt gegen  $[11\bar{2}0]_{4H\text{-SiC}}$
- C:  $[0001]_{\text{NC}} \perp [0001]_{4H\text{-SiC}}$
- D:  $[0001]_{\text{NC}}$  verkippt gegen  $[0001]_{4H\text{-SiC}}$  und gegen  $[01\bar{1}0]_{4H\text{-SiC}}$

In Abb. 5.23 sind Nanokristalle aus den 4 Gruppen und die dazugehörigen Beugungsbilder zusammengestellt [81]. In Gruppe A und B sind Stapelfehler in den Kristalliten

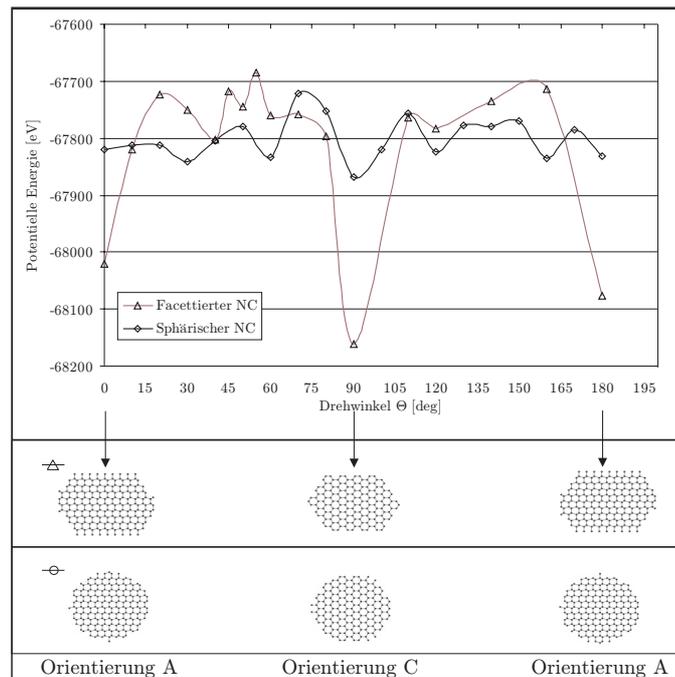
direkt sichtbar, während die Orientierung der Kristallite in Gruppe C und D in der vorliegenden Projektion die Sichtbarkeit der Stapelfehler verhindert. Unter den gewählten Implantations- und Temperbedingungen treten offenbar bevorzugt Kristallite der Gruppen A und D auf. Weiterhin ist zu erkennen, daß sich sowohl Kristallite mit länglicher Form als auch nahezu „runde“ Nanokristalle gebildet haben.



**Abbildung 5.23:** HR-TEM- und HAADF-STEM-Aufnahmen in  $[11\bar{2}0]$ -Projektion von Ge-reichen Nanokristallen in den 4 auftretenden Orientierungsbeziehungen A - D zur 4H-SiC-Matrix (links) sowie zugehörige Beugungsbilder (rechts) [81].

Um das Auftreten der bevorzugten Orientierung der Kristallite in der SiC-Matrix erklären zu können, erfolgten molekulardynamische Simulationen (MD-Simulationen) unter Verwendung des *Tersoff*-Potentials [82, 83, 84], dessen Eignung zur Modellierung von Systemen mit Gruppe IV-Elementen bereits in zahlreichen Publikationen nachgewiesen wurde [85, 86, 87]. Eine detaillierte Beschreibung der Präparation des zur MD-Simulation genutzten Systems wird in [81] gegeben. Die MD-Simulation offenbart eine starke Abhängigkeit der potentiellen Energie des Systems bestehend aus Nanokristall und umgebender Matrix von der Drehung des Kristallits um seine  $a$ -Achse, sofern dieser eine längliche, facettierte Form aufweist. In diesem Fall finden sich deutliche Energieminima für Kristallite in den Orientierungen A und C. Für sphärische Kristallite wird diese Orientierungsabhängigkeit nicht gefunden, auch nicht bei Rotation um die  $b$ - bzw.  $c$ -Achse.

Abbildung 5.24 zeigt den Verlauf der potentiellen Energie als Funktion des Drehwinkels  $\theta$  der Kristallite. Weiterhin kann gezeigt werden, daß die energetische Stabilität der Orientierung C abnimmt, wenn der Kristallit bei Beibehaltung der Anzahl an Atomen ein stark unsymmetrisches Aspektverhältnis aufweist. Längliche Kristallite treten demnach bevorzugt in Orientierung A auf. Das Auftreten der Orientierung D weist hingegen auf eine stark unsymmetrische Facettierung des Kristallits hin.

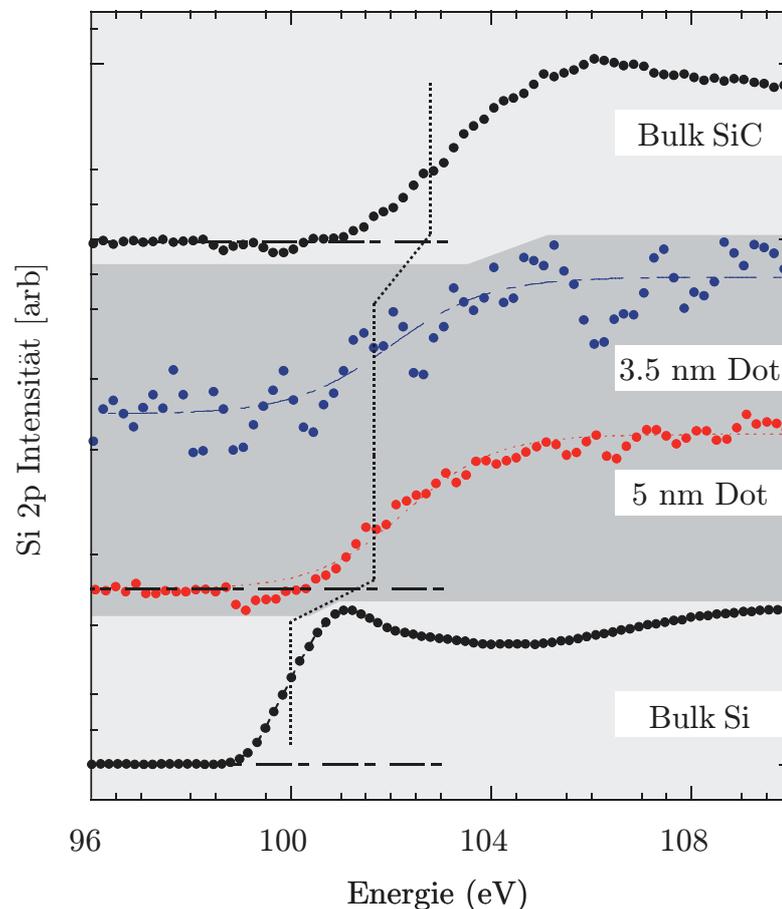


**Abbildung 5.24:** Abhängigkeit der potentiellen Energie des Systems aus facettiertem bzw. sphärischem Nanokristall in einer  $4H$ -SiC-Matrix von Drehwinkel  $\theta$ . Die auftretenden Energieminima im Falle eines facettierten Kristallits sind deutlich zu erkennen. Beide modellierten Nanokristalle beinhalten die gleiche Zahl an Atomen (3000) [81].

### 5.5.5 EELS-Untersuchungen an Nanokristallen – Hinweise auf Quantenconfinement?

Zwei Kristallite mit 3.5 bzw. 5 nm Größe wurden mittels hochaufgelöster Elektronenenergie-Verlustspektroskopie (EELS) in Kombination mit HAADF untersucht. Abbildung 5.25 zeigt die Intensität im Bereich um die Si-L<sub>3</sub>-Kante im Vergleich zur SiC-Matrix und zu reinem Si. Die Si-L<sub>3</sub>-Kante von reinem unverspanntem bulk-Si liegt bei  $E = 99.85$  eV, die der SiGe-Nanokristalle bei  $E = 101.8 \pm 0.5$  eV (3.5 nm NC-Durchmesser) bzw.  $E = 102.0 \pm 0.5$  eV (5 nm NC-Durchmesser). Die Si-L<sub>3</sub>-Kante von bulk-SiC liegt bei einer Energie von  $E = 103$  eV.

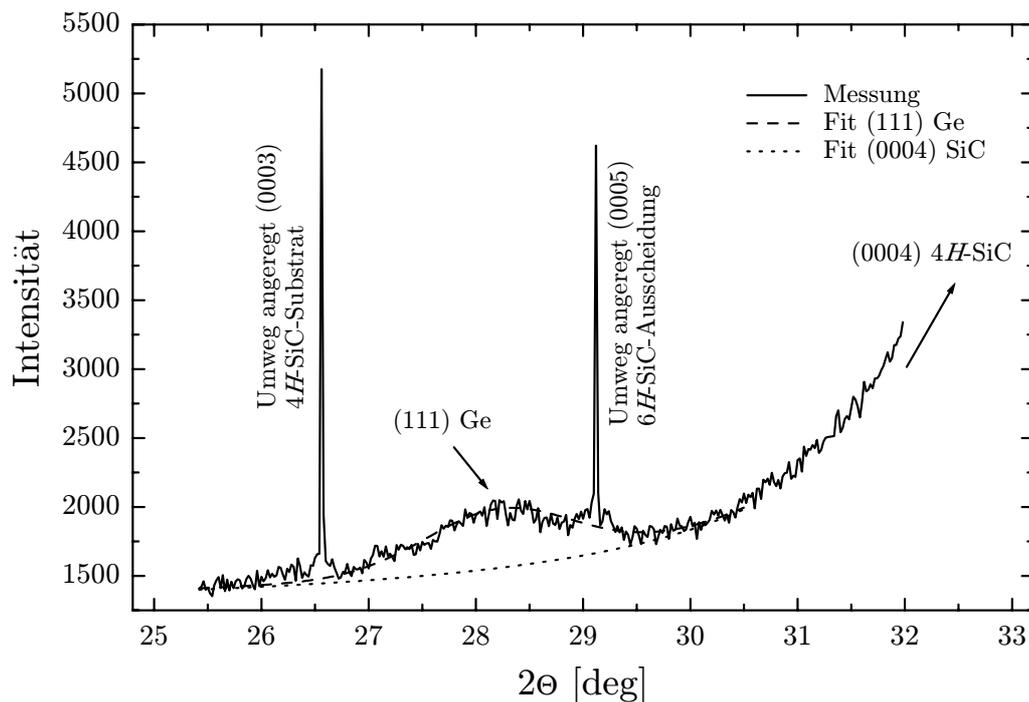
In Morac et al. [88] wird für unverspannte dicke  $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ -Schichten mit 80% Ge-Anteil die Energie der Si- $L_3$ -Kante mit  $E = 100.3$  eV angegeben. Aus HAADF-Messungen an den Nanokristallen ist bekannt, daß diese  $80 \pm 10\%$  Ge enthalten. Weiterhin ist durch EELS-Messungen gesichert, daß in den Kristalliten kein Kohlenstoff lokalisiert ist. Die Verschiebung der Si- $L_3$ -Kante zu Energien höher als  $E = 100.3$  eV kann damit im Unterschied zum Verhalten von SiC nicht chemischer Natur sein. Die mittels anderer Meßverfahren nachgewiesene Kompressionsspannung in den Kristalliten ist ebenfalls nicht Ursache dieser energetischen Verschiebung [89]. Eine Möglichkeit, die energetische Verschiebung zu erklären, ist das Auftreten eines dreidimensionalen Quantenconfinements in den Nanokristallen aufgrund ihrer geringen Größe.



**Abbildung 5.25:** EELS-Spektren im Energiebereich der Si- $L_3$ -Kante in der  $4H$ -SiC-Matrix (obere Kurve), innerhalb der GeSi-Nanokristalle (mittlere Kurve) sowie in reinem Si (untere Kurve). Die energetische Verschiebung der Si- $L_3$ -Kante in den Nanokristallen ist deutlich zu erkennen. Zum besseren visuellen Vergleich sind die Spektren entlang der Ordinate gegeneinander verschoben dargestellt [81].

## 5.6 Untersuchungen an den implantierten Schichten mittels Röntgenbeugung

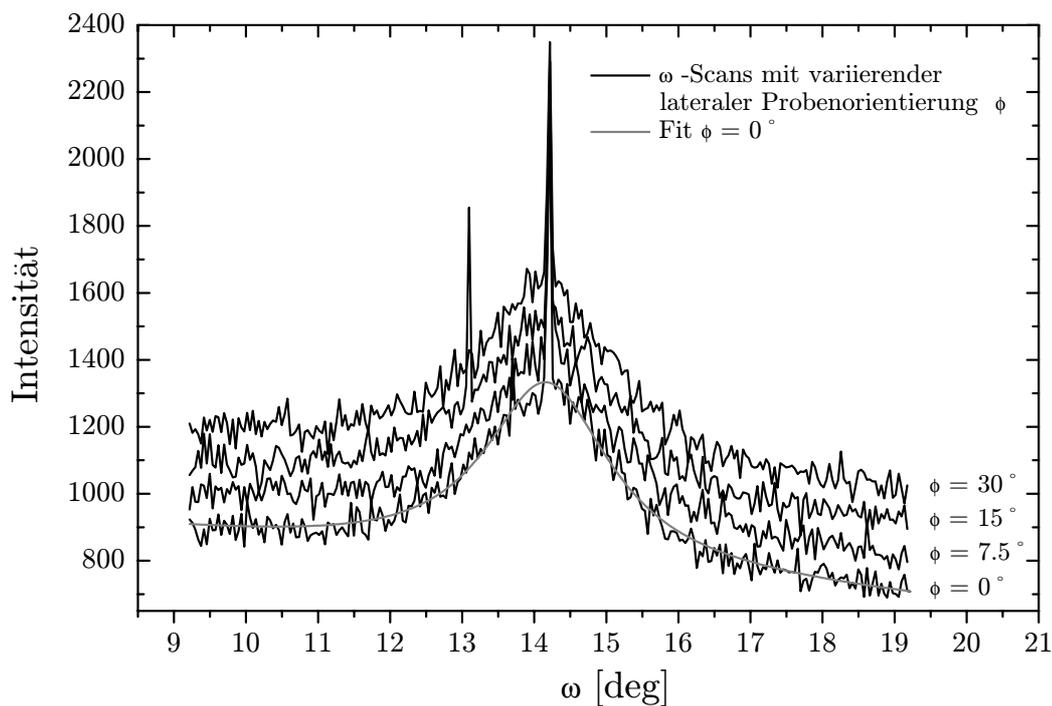
Zur Strukturaufklärung an den implantierten und getemperten SiC-Schichten wurde zusätzlich das Verfahren der Röntgenbeugung genutzt. Dabei fanden Proben Verwendung, die bei  $T_I = 975$  K mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  (250 keV) implantiert und im Temperaturbereich  $T_A = 1475 \dots 1875$  K über einen Zeitraum von  $t_A = 30 \dots 360$  s getempert wurden.



**Abbildung 5.26:**  $\omega/2\theta$ -Diffraktogramm einer mit  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  implantierten und bei  $T_A = 1875$  K für  $t_A = 360$  s getemperten Probe. Im Bereich um  $2\theta = 28.2^\circ$  ist ein Ge-(111)-Reflex zu erkennen [72].

Abbildung 5.26 zeigt die Intensität der an einer nanokristallhaltigen Probe gebeugten Röntgenstrahlung in Abhängigkeit vom Bragg-Winkel  $2\theta$  (sogenanntes  $\omega/2\theta$ -Diffraktogramm). Neben 2 intensiven und sehr scharfen Intensitätsmaxima, die der kristallinen SiC-Matrix zugeordnet werden können, tritt außerdem ein breiter Reflex im Bereich um  $2\theta = 28.2^\circ$  auf. Dieser kann der Beugung an Ge-reichen Nanokristallen zugeordnet werden (Ge-(111)-Reflex). Die niedrige Intensität des Reflexes liegt in der nur geringen Anzahl der Kristallite mit kleinem streuenden Volumen in der SiC-Matrix begründet, die Verbreiterung kann mit der geringen Abmessung der Kristallite erklärt werden. Aus der Halbwertsbreite  $FWHM_{2\theta} = 1.39^\circ$  kann mittels der Scherrer-Formel [90] die mittlere

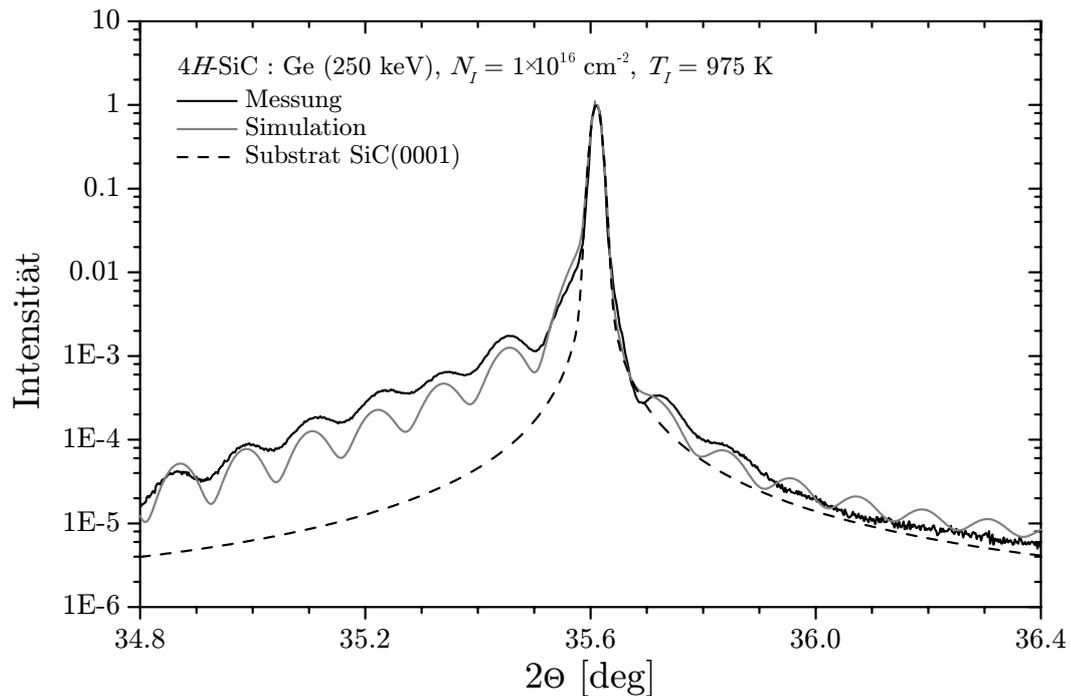
Kristallitgröße senkrecht zur Oberfläche des SiC-Substrats bestimmt werden. Der Wert von 5.8 nm stimmt gut mit den aus den HAADF-TEM-Aufnahmen ermittelten Werten überein. Aus der in Abb. 5.27 sichtbaren Reflexverbreiterung der  $\omega$ -Scans kann die laterale Größe der Kristallite ermittelt werden. Die Halbwertsbreite  $FWHM_\omega = 2.12^\circ$  entspricht einer mittleren lateralen Größe der Nanokristalle von 7.5 nm. Eine Abhängigkeit der Halbwertsbreite  $FWHM_\omega$  von unterschiedlichen Winkelpositionen  $\phi$  der Probe zum einfallenden Strahl ist nicht erkennbar, so daß davon ausgegangen werden kann, daß die Nanokristalle in der Ebene rotationssymmetrisch sind.



**Abbildung 5.27:**  $\omega$ -Scans einer nanokristallhaltigen SiC-Schicht für unterschiedliche Orientierungen  $\phi$  der Nanokristalle, durchgeführt mit dem Ge-(111)-Reflex aus Abb. 5.26. Zur besseren Sichtbarkeit wurden die Reflexe für unterschiedliche Winkelpositionen entlang der Ordinate verschoben [72].

Das Maximum des in Abb. 5.26 erkennbaren Ge-(111)-Reflexes liegt bei einem Braggwinkel von  $2\Theta = 28.2^\circ$  und damit zwischen den Werten, die sich für unverspannte Ge-Kristalle ( $2\Theta = 27.3^\circ$ ) und unverspannte Si-Kristalle ( $2\Theta = 28.4^\circ$ ) ergäben. Dieses Verhalten kann auf zwei unterschiedlichen Wegen diskutiert werden. Einerseits ist bereits aus den Untersuchungen mittels EDX bekannt, daß die Kristallite meist einen Ge-Anteil von etwa 80% aufweisen, also Mischkristalle darstellen. Andererseits kämen auch Verspannungen in den Kristalliten als Ursache der Verschiebung des Braggwinkels in Frage. Unter der Annahme reiner Ge-Kristallite beträgt die aus der Verschiebung berechnete

relative Änderung der Gitterkonstanten  $\Delta a/a = 3.1 \times 10^{-2}$ . Mittels des *Hookschen* Gesetzes [91] kann aus der sich daraus ergebenden Volumenverringering im Vergleich zu unverspannten Ge-Kristallen ein hydrostatischer Druck von  $p = 7.8 \times 10^8 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$  auf die Kristallite bestimmt werden. Dieser Wert weist die gleiche Größenordnung auf wie der im Falle der Abscheidung von *3C-SiC* auf *6H-SiC* mittels Molekularstrahl-Epitaxie (MBE) bestimmte Wert der lateralen Spannung  $\sigma_1 = \sigma_2 = 2.26 \times 10^8 \text{ N} \cdot \text{m}^{-2}$  [92] und erscheint demnach realistisch.



**Abbildung 5.28:**  $\omega/2\theta$ -Scan des symmetrischen (0004)-Reflexes von *4H-SiC* nach Implantation von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  bei  $T_I = 975 \text{ K}$ . Deutlich sind durch die Implantationsdefekte hervorgerufenen Oszillationen der reflektierten Intensität zu erkennen.

Auch die Auswirkungen von Implantation und Temperung auf die Qualität der *SiC*-Matrix können anhand der Ergebnisse der XRD-Messungen studiert werden. So treten in den Ausläufern des symmetrischen (0004)-Reflexes des *4H-SiC*-Substrates, der in Abb. 5.26 ganz rechts noch im Ansatz erkannt werden kann, deutliche Oszillationen der Intensität der Röntgenstrahlung auf (siehe Abb. 5.28). Diese Oszillationen entstehen durch Interferenz der abgebeugten Welle des *SiC*-Substrates und der abgebeugten Welle aus dem nahezu ungeschädigten oberflächennahen Kristallbereich. Die Simulation dieser Schichtdickenoszillation ergibt eine Tiefe der geschädigten Zwischenschicht von 100.2 nm. Nach der Temperung reduziert sich der Effekt der Oszillation, was auf die Verringerung der Defektkonzentration in der Probe zurückzuführen ist.

## 5.7 Optische Eigenschaften der präparierten Schichten

### 5.7.1 Photolumineszenzmessungen

Erste PL-Messungen an epitaktisch gewachsenen Schichten, die unter Bedingungen präpariert wurden, bei denen sich nachweislich Nanokristalle in den Proben bilden, wurden am Institut für Festkörperphysik der Universität Jena durchgeführt. Als Anregungswellenlängen fanden  $\lambda_{ex} = 325$  nm,  $\lambda_{ex} = 458$  nm sowie  $\lambda_{ex} = 476$  nm Verwendung. Im gesamten untersuchten Wellenlängenbereich von  $\lambda = 450 \dots 1100$  nm konnten dabei keine reproduzierbaren und signifikanten Unterschiede zwischen präparierten Schichten und unimplantiertem SiC festgestellt werden. Die Spektren wurden dominiert durch intensive Störpeaks, die dem experimentellen Aufbau (Fenster des Kryostaten etc.) anzulasten sind.

Weitere Untersuchungen wurden deshalb in der auf PL spezialisierten Arbeitsgruppe von W.J. Choyke (Universität Pittsburgh, USA) durchgeführt. Dabei wurde der gesamte Wellenlängenbereich von  $\lambda = 380 \dots 600$  nm hochauflösend vermessen, so daß PL-Linien mit einem Abstand von  $\Delta\lambda = 0.2$  nm noch sauber getrennt werden konnten. Die Anregungswellenlänge betrug  $\lambda_{ex} = 244$  nm, gemessen wurde bei einer Temperatur von  $T = 2$  K. Zusätzlich zu der mit einer Energie von  $E_0 = 250$  keV und einer Dosis von  $N_I = 1 \times 10^{16}$  cm<sup>-2</sup> Ge<sup>+</sup> bei einer Temperatur von  $T_I = 975$  K implantierten und anschließend bei  $T_A = 1875$  K über einen Zeitraum von  $t_A = 120$  s getemperten n-Typ SiC-Probe (Wafer UO496-4) und einer unbehandelten Vergleichsprobe wurde außerdem eine mit Krypton implantierte und anschließend getemperte Probe vermessen. Dabei waren die Implantationsparameter so gewählt, daß das Tiefenprofil der nuklearen Energiedeposition mit dem der Ge-implantierten Probe vergleichbar ist ( $E_0 = 270$  keV,  $N_I = 8.7 \times 10^{15}$  cm<sup>-2</sup> Kr<sup>+</sup>). Auf diese Weise sollte eine Trennung von durch Implantations- und Temperprozesse verursachter PL von einer PL aus Nanokristallen ermöglicht werden. Die Untersuchungen ergaben folgendes Bild:

- In den implantierten und getemperten Proben findet sich bei  $\lambda = 386.7$  nm eine intensive PL-Linie. In der unbehandelten Vergleichsprobe ist diese Linie nicht zu erkennen, so daß von einer Defektlumineszenz ausgegangen werden muß.
- In der mit Ge implantierten Probe treten einige PL-Linien auf, die in den anderen Proben nicht nachgewiesen wurden:  $\lambda = 396.3$  nm,  $\lambda = 397.2$  nm sowie  $\lambda = 397.9$  nm. Letztere ist auch ansatzweise in der mit Kr implantierten Probe zu erkennen.

- In den implantierten und getemperten Proben sind weitere Linien zu erkennen, die offenbar auf Implantations- und Temperdefekte zurückzuführen sind. In weiten Bereichen unterscheidet sich die PL der präparierten Proben deutlich von der unbehandelten Vergleichsprobe, zwischen Ge- und Kr-implantierten Proben bestehen hinsichtlich der PL jedoch keine signifikanten Unterschiede.
- Wiederholungsmessungen nach 8 Monaten belegen die hohe Reproduzierbarkeit der Messungen sowie die Stabilität der Proben. Signifikante Veränderungen sind nicht zu erkennen.

Eine zusätzlich durchgeführte Untersuchung des langwelligen Bereiches  $\lambda = 1000 \dots 1800$  nm mittels HeCd-Anregung ( $\lambda_{ex} = 325$  nm) ergab keinerlei Unterschiede zwischen Ge-implantierter und Referenzprobe. Zusammenfassend kann festgestellt werden, daß keinerlei Anzeichen für eine Photolumineszenz aus Nanokristallen nachgewiesen werden konnten.

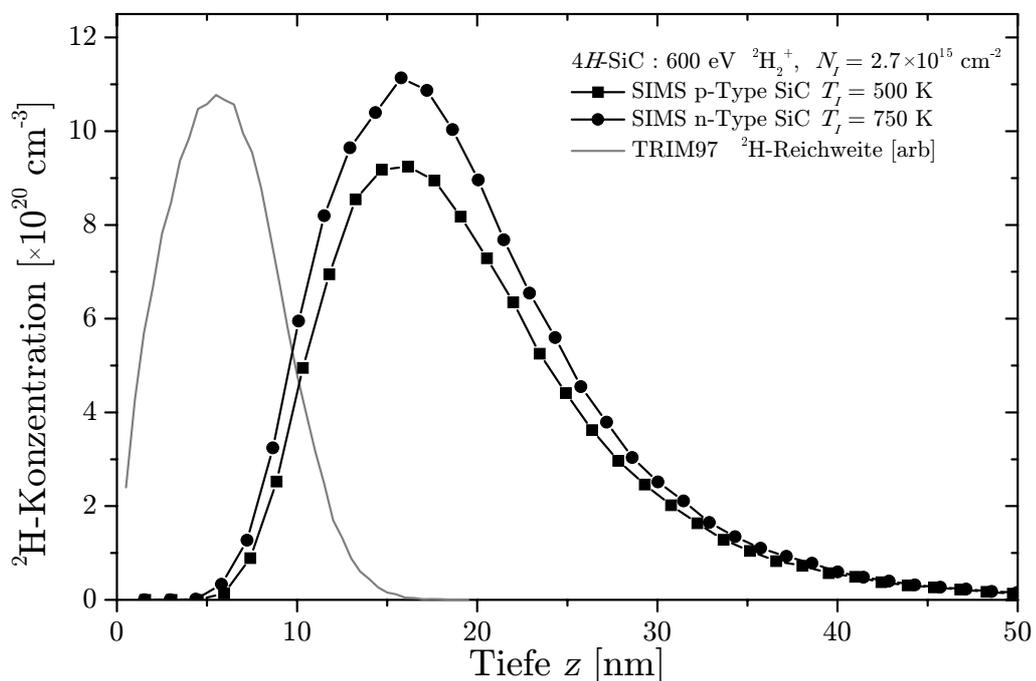
Zu ähnlichen Ergebnissen führten PL-Messungen, die von N.A. Sobolew in Aveiro (Portugal) durchgeführt wurden. Diese Messungen erfolgten bei  $T = 15$  K mittels HeCd-Anregung ( $\lambda_{ex} = 325$  nm). Nachgewiesen wurden durch Implantations- und Temperprozesse hervorgerufene PL-Linien (u.a. eine intensive Linie des  $D_I$ -Defekts bei  $\lambda = 430$  nm) sowie eine allgemein im visuellen Bereich deutlich sichtbare Defektlumineszenz (Donator-Akzeptor-Paarspektren, siehe [67]), jedoch keine auf Nanokristalle hindeutende Lumineszenz.

Die Gründe für dieses Verhalten können vielgestaltig sein. So ist die Lumineszenz aufgrund einer räumlichen Lokalisierung von Ladungsträgern in den Nanokristallen energetisch von der NC-Größe abhängig (siehe Abb. 2.5), die Formierung einheitlich großer Nanokristalle ist jedoch mit den bisherigen Verfahren nicht gelungen. Denkbar wäre somit ein breites, intensitätsarmes PL-Spektrum, das im Untergrundsignal verschwindet. Hinzu kommt die mögliche Absorption einer eventuell vorhandenen PL durch die Restschädigung der SiC-Matrix. Einen wesentlichen Einfluß auf das Lumineszenzverhalten hat die Einbettung der Nanokristalle in die Halbleitermatrix. Die Bindungen an der Oberfläche der NC müssen abgesättigt sein, damit keine zur PL konkurrierenden Rekombinationsprozesse ablaufen. Mechanische Spannungen führen besonders in Ge-NC zu einem drastischen Rückgang der Oszillatorstärke. Detaillierte Aussagen hierzu waren erst gegen Ende des Forschungszeitraumes verfügbar [25].

### 5.7.2 Wasserstoff-Passivierung

Da die ersten Ergebnisse zur Photolumineszenz keine Anhaltspunkte für eine durch Ge-Nanokristalle bewirkte PL zeigten, erfolgte an 2 Proben eine nachträgliche Implantation mit Deuterium, das möglicherweise vorhandene offene Bindungen am SiC-Nanokristall-Interface absättigen sollte. Dabei fanden epitaktisch abgeschiedene  $4H$ -SiC-Schichten Verwendung. Untersucht wurden sowohl n-Typ- (Wafer UO496-4) als auch p-Typ-dotierte Proben (Wafer AF0195-04). Beide Proben wurden zuerst mit einer Dosis von  $N_I = 1 \times 10^{16} \text{ cm}^{-2} \text{ Ge}^+$  bei einer Energie von  $E_I = 250 \text{ keV}$  und einer Temperatur von  $T_I = 975 \text{ K}$  implantiert, anschließend erfolgte eine Temperung bei  $T_A = 1875 \text{ K}$  für  $t_A = 120 \text{ s}$ . Unter diesen Bedingungen formieren sich, wie in Abschnitt 5.5 dargestellt, Ge-reiche Nanokristalle in den Proben.

Die Implantation des Deuterium erfolgte anschließend in Anlehnung an [69] mit einer Energie von  $E_I = 300 \text{ eV}$  pro Atom ( $E_I = 600 \text{ eV}$  pro  $^2\text{H}_2^+$ -MolekÜlion) bei einer Temperatur von  $T_I = 500 \text{ K}$  (p-Typ) bzw.  $T_I = 750 \text{ K}$  (n-Typ). Die Implantationsdosis betrug jeweils  $N_I = (2.7 \pm 0.3) \times 10^{15} \text{ cm}^{-2}$ .



**Abbildung 5.29:** Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) an  $4H$ -SiC nach Implantation von  $N_I = 2.7 \times 10^{15} \text{ cm}^{-2} \text{ } ^2\text{H}_2^+$ . Die Konzentrationsprofile sind entsprechend den unkorrigierten SIMS-Meßwerten dargestellt (siehe Text). Zusätzlich ist die mittels TRIM97 simulierte Ionenreichweite angegeben.

Eine Charakterisierung der Proben mittels Sekundärionen-Massenspektroskopie (SIMS) zeigt, daß das Deuterium nahe der Probenoberfläche lokalisiert ist (siehe Abb. 5.29). Die dargestellten Profile sind bezüglich ihrer Tiefenlage unkorrigiert dargestellt. Die Tiefe von  $z = 0$  nm entspricht der Oberfläche der auf die Proben aufgedampften Au-Schicht, deren Dicke mittels RBS zu 40 nm vermessen wurde. Da Au schneller gesputtert wird als SiC und eine lineare Zeit-Tiefen-Konvertierung vorgenommen wurde, muß die Dicke der Au-Schicht korrigiert werden. Unter der Annahme einer dreifach höheren Sputterrate ergibt sich dabei eine scheinbare Dicke der Au-Schicht von 15 nm. Dieser Wert ist offenbar überschätzt (und damit die Sputterrate von Au unterschätzt), da die  $^2\text{H}$ -Profile bei einer Verschiebung um diesen Wert an der Probenoberfläche abgeschnitten würden. Eine exakte Angabe des Verhältnisses der Sputterraten seitens der ausführenden Firma war nicht möglich, so daß ein freier Parameter bei der Korrektur der Tiefenlage der  $^2\text{H}$ -Profile bleibt. Somit kann anhand der Profillage nur die Aussage getroffen werden, daß sich die Oberfläche der SiC-Probe im Tiefenbereich  $0 \leq z \leq 10$  nm befindet. Die Form der Konzentrationsprofile deutet darauf hin, daß es kaum zur Diffusion des  $^2\text{H}$  während und nach der Implantation kam, so daß es naheliegend ist, daß die Profile nahezu deckungsgleich zur mittels TRIM97 berechneten Verteilung (siehe Abb. 5.29) lokalisiert sind.

Damit ergibt sich folgendes Bild:

Obwohl die Ge-Implantation bei  $T_I = 975$  K erfolgte und anschließend eine Temperung bei  $T_A = 1875$  K durchgeführt wurde, ist die verbleibende Schädenskonzentration nahe der Probenoberfläche ausreichend hoch, um eine Diffusion des implantierten Deuteriums effektiv zu verhindern. Offenbar erfolgt dabei eine Bindung der  $^2\text{H}$ -Atome an Implantationsdefekte (offene Bindungen). Dieses Verhalten wurde bereits an mit 6 keV pro  $^2\text{H}_2^+$ -Molekülon implantierten SiC-Proben festgestellt [69] und resultierte in diesem Fall aus der Defektkonzentration, die die Deuterium-Implantation selbst in der SiC-Schicht verursacht hatte. Ebenfalls bemerkenswert ist die perfekte Übereinstimmung von Lage und Profil der Deuterium-Verteilungen für p-Typ- und n-Typ-Probe. Entgegen den Aussagen von [69] wurde bei der n-Typ-Probe kein Deuterium aus der Probe herausgedrängt. Auch dieses Verhalten kann mit der Bindung der  $^2\text{H}$ -Atome an Implantationsdefekte erklärt werden. Somit ist festzustellen, daß das Deuterium den Tiefenbereich mit maximaler NC-Konzentration um  $z = 60 \dots 130$  nm nicht erreicht hat und somit keine Absättigung offener Bindungen an deren Oberfläche möglich war.

Weitere Proben wurden deshalb mit einem  $^2\text{H}$ -Konzentrationsprofil derart implantiert, daß die Ionen bereits nach der Implantation im Tiefenbereich der Nanokristalle lokalisiert sind. Dazu waren Implantationsenergien von  $E_I = 16$  keV sowie 12 keV pro  $^2\text{H}_2^+$ -

Molekülon erforderlich. Die Formierung der Nanokristalle mittels Kurzzeit-Temperung erfolgte erst nach der Implantation des Deuteriums. Eine anschließende SIMS-Analyse ergab, daß das Deuterium offenbar während des Tempervorganges weitgehend aus den Proben ausdiffundiert ist. Die atomare Konzentration an  $^2\text{H}$  liegt nahe der Nachweisgrenze von  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$ , nur unmittelbar an der Probenoberfläche wird noch eine  $^2\text{H}$ -Konzentration von  $10^{17} \text{ cm}^{-3}$  nachgewiesen. Aufgrund dieses Ergebnisses wurden keine weiteren Untersuchungen an diesem Proben vorgenommen und stattdessen bereits getemperte Proben mit  $E_I = 16 \text{ keV}$  sowie  $12 \text{ keV}$  pro  $^2\text{H}_2^+$ -Molekülon implantiert. Erste sondierende PL-Messungen an einer derart behandelten n-Typ-Probe zeigten ein im Vergleich deutlich niedrigeres Photolumineszenzsignal im gesamten untersuchten Wellenlängenbereich von  $\lambda = 600 \dots 1000 \text{ nm}$ . Auffällig ist vor allem, daß keine einzelnen Peaks im Spektrum zu erkennen sind. Weitergehende PL-Untersuchungen sowie eine SIMS-Analyse konnten aus zeitlichen Gründen im Rahmen dieser Arbeit leider nicht mehr durchgeführt werden.

## Kapitel 6

# Zusammenfassung und Ausblick

Die Untersuchungen zur Formierung von Gruppe IV-Nanokristallen in SiC wurden initiiert durch den Wunsch nach einer Anwendbarkeit des Widegap-Halbleiters für optoelektronische Zwecke. Dementsprechend war die Arbeit thematisch in einen Sonderforschungsbereich zur Physik und Chemie optischer Schichten integriert. Zu Beginn der Arbeiten waren keine Publikationen zur Nanokristallformierung in SiC bekannt, so daß die Nanokristallbildung von Grund auf erforscht werden mußte. Dementsprechend dominierten zuerst die Untersuchungen zur Formierung der Nanokristalle die Arbeit. Die Ergebnisse belegen eindrucksvoll die Möglichkeit, auf dem prozesstechnisch einfachen Wege der Ionenimplantation mit nachfolgender Temperbehandlung der implantierten Substrate Ge-reiche Nanokristalle in SiC zu erzeugen. Die Implantations- und Temperparameter haben dabei großen Einfluß auf die Struktur des Halbleitermaterials sowie Größe, Größenverteilung und Anzahl der Nanokristalle.

Es zeigte sich, daß zur Wahrung einer möglichst defektarmen SiC-Matrix die Implantation bei Raumtemperatur mit nachfolgender Temperung ungeeignet ist, da das während der Hochdosis-Implantation amorphisierte hexagonale SiC-Substrat unter Polytyptransformation zum 3C-SiC rekristallisiert. Damit verbunden ist starke makroskopische Schädigung des Substrates (Risse, Hohlräume), die eine weitere Verwendung im Hinblick auf Anregung lokalisierter elektronischer Zustände ausschließt. Erfolgt die Implantation in einem Temperaturbereich, der von vornherein eine Amorphisierung des SiC ausschließt (oberhalb  $T_I = 575$  K), kann in Abhängigkeit der Implantations- und Temperparameter eine vergrabene Schicht Nanokristalle in einer nur gering geschädigten SiC-Matrix erzeugt werden. Das Maximum der Kristallschädigung findet sich tiefer im Substrat als die Verteilung der Nanokristalle. Eine Bildung von Nanokristallen bereits während der Implantation konnte im Temperaturbereich  $T_I = 575 \dots 975$  K nicht beobachtet werden. Stattdessen wird ein

Teil des implantierten Ge auf interstitiellen oder substitutionellen Plätzen entlang der [0001]-Achse der SiC-Matrix eingebaut. Die Nanokristallformierung erfolgt erst während der Temperung der implantierten Proben bei Temperaturen im Bereich um  $T_A = 1875$  K. Dabei kommt es zu einer lokalen Umverteilung eines Teiles der implantierten Ge-Atome. Die Temperzeit nimmt dabei Einfluß auf die Größe der Nanokristalle, während sich über die Ausheiltemperatur der Anteil des lokal umverteilten Ge steuern läßt.

Die Nanokristalle selbst sind nur in seltenen Fällen stöchiometrisch rein, meist finden sich SiGe-Mischkristalle mit etwa 80% Ge-Anteil. Es zeigt sich, daß die Nanokristalle häufig Stapelfehler aufweisen. Die Kristallite nehmen in Abhängigkeit von ihrer sphärischen oder facettierten Form gegenüber der umgebenden Halbleitermatrix bevorzugte Orientierungen ein, die energetisch mittels MD-Simulationen erklärt werden können. Sowohl aus Hochauflösungs-TEM-Untersuchungen als auch mittels Röntgenbeugung kann darauf geschlossen werden, daß die in die SiC-Matrix eingebetteten Nanokristalle unter mechanischer Spannung stehen. Die Größenordnung der relativen Änderung der Gitterkonstanten liegt bei beiden Meßverfahren im Bereich  $\Delta a/a = 3 \times 10^{-2}$ .

Die Untersuchung der Lumineszenzeigenschaften der präparierten Schichten ergab keine reproduzierbare Abhängigkeit von den Implantations- und Temperparametern. Die zu Beginn der Arbeiten postulierte intensive Lumineszenz aus den Nanokristallen konnte nicht nachgewiesen werden. Mögliche Ursachen für dieses Verhalten sind neben der Größenstreuung der Nanokristalle auch deren Stöchiometrie (Si-Ge-Mischkristalle), offene Bindungen an der NC-Oberfläche sowie mechanische Spannungen, die zu Veränderungen in der Bandstruktur der NC führen. Versuche, die Oberfläche der erzeugten Nanokristalle mit Wasserstoff abzusättigen, hatten keinen reproduzierbaren Einfluß auf die PL-Spektren, befanden sich aber noch in der Erprobungs- und Optimierungsphase. Der Ausschluß nicht abgesättigter Bindungen als Grund für die nicht nachweisbare NC-Lumineszenz erscheint als kurzfristig mit vergleichsweise geringem Aufwand erreichbares Ziel. Hier wären weitere SIMS-Analysen und PL-Messungen erforderlich, die im Rahmen dieser Arbeit nicht mehr möglich waren.

Als wichtigstes Ergebnis dieser Arbeit kann somit die erstmalige Bestätigung der Formierung von Gruppe IV-Nanokristallen auf dem Wege der Ionenimplantation sowie eine umfassende und in sich konsistente Untersuchung zur Abhängigkeit der „mechanischen“ Eigenschaften dieser Kristallite von den Herstellungsparametern mittels grundlegend unterschiedlicher Meßverfahren gelten.

# Literaturverzeichnis

- [1] O. Madelung, W. von der Osten, U. Rössler  
Landolt-Börnstein - Neue Serie. Bd. Gr. III/22a.  
Springer-Verlag, Berlin (1987).
- [2] G.L. Harris  
Properties of Silicon Carbide  
INSPEC – EMIS Datareviews Series No. **13** (1995).
- [3] G. Pensl. Th. Troffer  
Solid State Phenomena **47-48**, 115–126 (1996).
- [4] W.F. Knippenberg  
Philips Res. Repts. **18**, 161 (1963).
- [5] A.G. Acheson  
British Pat. 17911 (1892).
- [6] H. Moissan  
C.R. Acad. Sci. Paris **140**, 405 (1905).
- [7] J. Feitknecht  
Springer Tracts in Modern Physics **58**, 49 (1971).
- [8] P. Krishna, A.R. Verma  
Phys. Stat. Sol. **17**, 437 (1966).
- [9] L.S. Ramsdell  
Am. Mineral. **32**, 64 (1947).
- [10] H. Jagodzinski  
Acta Crystallogr. **2**, 201 (1949).

- 
- [11] W.J. Choyke, L.A. Patrick  
Phys. Rev. **105**, 1721 (1957).
- [12] A.L. Barry, B. Lehmann, D. Fritsch, D. Bräuning  
IEEE Transactions on Nuclear Science **38**, No.6, 1111 (1991).
- [13] J. Wong, T. Diaz de la Rubia, M.W. Guinan, M. Tobin, J.M. Perlado, A.S. Perez,  
J. Sanz  
Journal of Nuclear Materials **212-215**, 143 (1994).
- [14] W. Wesch  
Nucl. Instr. and Meth. B **116**, 305 (1996).
- [15] R.F. Davis, Z. Sitar, B.E. Williams, H.S. Kong, H.J. Kim, J.W. Palmour, J.A. Ed-  
mond, J. Ryu, J.T. Glass, C.H. Carter  
Mater. Sci. Eng. **B1**, 77 (1988).
- [16] Y.A. Vodakow, E.N. Mokov, M.B. Reifman  
Sov. Phys. Solid State **8**, 1040 (1966).
- [17] A.M. Heft  
Dissertation, Friedrich-Schiller-Universität Jena (1996).
- [18] V. Heera, J. Stoemenos, R. Kögler, W. Skorupa  
J. Appl. Phys. **77**, 2999 (1995).
- [19] J. Bentley, L.J. Romano, L.L. Horton, C.J. McHargue  
in: Phase Formation and Modification by Beam Solid Interactions; eds. G.S. Was,  
L.E. Rehn, D.M. Follstaedt, Mat. Res. Soc. , 363 (1993).
- [20] J.W. Wang, T. Suzuki, P. Pirouz, J.A. Powell, T. Iseki  
Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **242**, 531 (1992).
- [21] J. Petzold, A.A. Kalnin, D.R. Moskwina, W.D. Savveleyev  
Nucl. Instr. and Meth. B **80-81**, 943 (1993).
- [22] Y. Pacaud, W. Skorupa, J. Stoemenos  
Nucl. Instr. and Meth. B **120**, 181 (1996).
- [23] C.J. McHargue, J.M. Williams  
Nucl. Instr. and Meth. B **80-81**, 889 (1993).

- [24] H. Ibach, H. Lüth  
Festkörperphysik  
Springer-Verlag, Berlin (1990).
- [25] H.-Ch. Weissker, J. Furthmüller, F. Bechstedt  
Phys. Rev. B **65**, 155328 (2002).
- [26] A.G. Cullis, L.T. Canham, P.D.J. Calcott  
J. Appl. Phys. **82**, 909 (1997).
- [27] T. Takagahara, K. Takeda  
Phys. Rev. B **46**, 15578 (1992).
- [28] S. Okada, Y. Kanemitsu  
Phys. Rev. B **54**, 16421 (1996).
- [29] S.Y. Ren  
Phys. Rev. B **55**, 4665 (1997).
- [30] K.S. Min, K.V. Shcheglov, C.M. Yang, H.A. Atwater, M. L. Brongersma, A. Polman  
Appl. Phys. Lett. **68**, 2511 (1996).
- [31] Y.H. Ye, J.Y. Zhang, X.M. Bao, X.L. Tan, L.F. Chen  
Appl. Phys. A **67**, 213 (1998).
- [32] Y. Maeda  
Phys. Rev. B **51**, 1658 (1995).
- [33] S. Takeoka, M. Fujii, S. Hayashi, K. Yamamoto  
Phys. Rev. B **58**, 7921 (1998).
- [34] H. Takagi, H. Ogawa, Y. Yamazaki, A. Ishizaki, T. Nakagiri  
Appl. Phys. Lett. **56**, 2379 (1990).
- [35] L. Skuja  
J. Non-Cryst. Solids **167**, 229 (1994).
- [36] M. Zacharias, P.M. Fauchet  
Appl. Phys. Lett. **71**, 380 (1997).
- [37] R. Weigand, M. Zacharias, J. Bläsing, P. Veit, J. Christen, E. Wendler  
Superlattices and Microstructures **23**, 349 (1998).

- [38] Y. Kanemitsu, S. Okamoto  
Materials Science and Engineering B **48**, 108 (1997).
- [39] Gmelin  
Handbook of Inorganic Chemistry  
System-No. 15, Suppl.-Band **B2**, Springer-Verlag (1986).
- [40] R.I. Scace, G.A. Slack  
J. Chem. Phys. **30**, 1151 (1959).
- [41] R.I. Scace, G.A. Slack  
in: Silicon Carbide, Pergamon Press, New York , 24 (1960).
- [42] R. Ryssel, I. Ruge  
Ionenimplantation  
Akademische Verlagsgesellschaft, Leipzig (1978).
- [43] H. Bethe  
Ann. Phys. **5**, 325 (1930).
- [44] H. Bethe  
Z. Phys. **76**, 293 (1932).
- [45] F. Bloch  
Z. Phys. **81**, 363 (1933).
- [46] O.B. Firsov  
Sov. Phys. JETP **36**, 1076 (1959).
- [47] J. Lindhard, A. Winter  
Kgl. Danske Videnskab. Selskab., Mat.-Fys. Medd. **34**, No. 4 (1964).
- [48] J. Lindhard, M. Scharff, H.E. Schiøtt  
Kgl. Danske Videnskab. Selskab., Mat.-Fys. Medd. **33**, No. 14 (1963).
- [49] J. Lindhard, M Scharff  
Kgl. Danske Videnskab. Selskab., Mat.-Fys. Medd. **27**, No. 15(1953).
- [50] G. Götz, K. Gärtner (Herausgeber)  
High Energy Ion Beam Analysis of Solids  
Akademie-Verlag, Berlin (1988).

- 
- [51] J.F. Ziegler, J.P. Biersack, U. Littmark  
The Stopping and Range of Ions in Solids, Vol. 1  
Pergamon Press, New York (1985).
- [52] G. Dearnaley, J.H. Freeman, R.S. Nelson, J. Stephen  
Ion Implantation, Series Defects in Crystalline Solids  
Amsterdam (1973).
- [53] F.F. Morehead, B.L. Crowder  
Rad. Effects **6**, 27 (1970).
- [54] J.F. Gibbons  
Proc. IEEE **60**, 1062 (1972).
- [55] N. Hecking, K.F. Heidemann, E. te Kaat  
Nucl. Instr. and Meth. B **15**, 760 (1986).
- [56] A. Höfgen, V. Heera, F. Eichhorn, W. Skorupa  
J. Appl. Phys. **84**, 4769 (1998).
- [57] A. Heft, E. Wendler, J. Heindl, T. Bachmann, E. Glaser, H.P. Strunk  
Nucl. Instr. and Meth. B **113**, 239 (1996).
- [58] A. Hedler, S. Urban, F. Falk, H. Hobert, W. Wesch  
Appl. Surf. Sci. **205**, 240 (2003).
- [59] H. Wirth, D. Panknin, W. Skorupa, E. Niemann  
Appl. Phys. Lett. **74**, 979 (1999).
- [60] K. Gärtner  
Nucl. Instr. and Meth. B **132**, 147 (1997).
- [61] K. Gärtner, K. Hehl, G. Schlotzhauer  
Nucl. Instr. and Meth. B **4**, 55 and 63 (1984).
- [62] K. Gärtner, K. Hehl, G. Schlotzhauer  
Nucl. Instr. and Meth. **216**, 275 (1983).
- [63] D.B. Williams, C. B. Carter  
Transmission Electron Microscopy - A Textbook for Materials Science  
Plenum Press, New York (1996).

- [64] U. Kaiser, A. Chuvilin  
Microscopy and Microanalysis **9(1)**, 36 (2003).
- [65] L. Vegard  
Z. Phys. **5**, 17 (1921).
- [66] B. Wunderlich  
Dissertation, Friedrich-Schiller-Universität Jena (im Druck) (2003).
- [67] Ch. Peppermüller  
Diplomarbeit, Universität Erlangen (1994).
- [68] T. Bachmann  
Dissertation, Friedrich-Schiller-Universität Jena (1990).
- [69] N. Achtziger, J. Grillenberger, W. Witthuhn, M.K. Linnarsson, M. Janson, B.G. Svensson  
Appl. Phys. Lett. **73**, 945 (1998).
- [70] N.P. Barradas, C. Jeynes, R.P. Webb  
Appl. Phys. Lett. **71**, 291 (1997).
- [71] W. Matz, N. Schell, G. Bernhard, F. Prokert, T. Reich, J. Claußner, W. Oehme, R. Schlenk, S. Dienel, H. Funke, F. Eichhorn, M. Betzl, D. Pröhl, U. Strauch, G. Hüttig, H. Krug, W. Neumann, V. Brendler, P. Reichel, M.A. Denecke, H. Nitsche  
Journal of Synchrotron Radiation **6**, 1076 (1999).
- [72] Ch. Schubert, U. Kaiser, A. Hedler, W. Wesch, T. Gorelik, U. Glatzel, J. Kräußlich, B. Wunderlich, G. Heß, K. Goetz  
J. Appl. Phys. **91**, 1520 (2002).
- [73] R.L. Headrick, B.E. Weir, J. Bevk, B.S. Freer, D.J. Eaglesham, L.C. Feldman  
Phys. Rev. Lett. **65**, 1128 (1990).
- [74] W. Wesch  
Arbeits- und Ergebnisbericht zum Sonderforschungsbereich 196 (2001).
- [75] E. Bøgh  
Can. J. Phys. **46**, 653 (1968).
- [76] A. Hedler, K. Gärtner, U. Kaiser, T. Gorelik, Ch. Schubert, W. Wesch  
Poster NEOP (2002).

- [77] A. Hedler  
Diplomarbeit, Friedrich-Schiller-Universität Jena (2001).
- [78] Ch. Schubert, W. Wesch, U. Kaiser, A. Hedler, K. Gärtner, T. Gorelik, U. Glatzel  
Nucl. Instr. and Meth. B **191**, 428 (2002).
- [79] K.H. Heinig, B. Schmidt, M. Strobel, H. Bernas  
Mat. Res. Soc. Symp. Proc. **647**(2001).
- [80] U. Kaiser  
J. Electron. Microsc. **50**, 251 (2001).
- [81] U. Kaiser, J. Biskupek, D.A. Muller, K. Gärtner, Ch. Schubert  
Cryst. Res. Technol. **37**, 391 (2002).
- [82] J. Tersoff  
Phys. Rev. B **37**, 6991 (1988).
- [83] J. Tersoff  
Phys. Rev. B **38**, 5002 (1988).
- [84] J. Tersoff  
Phys. Rev. B **39**, 5566 (1989).
- [85] K. Moriguchi, A. Shintani  
Jpn. J. Appl. Phys. **37**, 414 (1998).
- [86] J. Tersoff  
Phys. Rev. Lett. **61**, 2879 (1988).
- [87] J.K. Bording, J. Tafte  
Phys. Rev. B **62**, 8098 (2000).
- [88] J.P. Morac, P.E. Batson, J. Tersoff  
Phys. Rev. B **47**, 4107 (1993).
- [89] D.A. Muller  
persönliche Mitteilung an U. Kaiser (2002).
- [90] B.E. Warren  
X-Ray Diffraction  
Dover Publications, Inc., New York (1969).

[91] W. Kleber, K. Meyer, W. Schoenborn

Einführung in die Kristallphysik

Akademie-Verlag, Berlin (1968).

[92] J. Kräußlich, A. Bauer, B. Wunderlich, K. Goetz

in: Proceedings of the 3rd European Conference On Silicon Carbide and Related Materials; eds. G. Pensl, D. Stephani, M. Hundhausen, Trans Tech Publ. , 318 (2001).

# Danksagung

Abschließend möchte ich die Gelegenheit nutzen, mich bei all denen zu bedanken, die direkt oder indirekt zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Mein Dank gilt allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des „Roten Hauses“ für das angenehme Arbeitsklima, für fachliche, technische und moralische Unterstützung sowie anregende Diskussionen. Besonderer Dank gilt unseren Technikerinnen und Technikern, ohne die nicht nur die Arbeit am Beschleuniger undenkbar gewesen wäre, sowie Herrn Dr. K. Gärtner für die zahlreichen Diskussionen zu theoretischen Aspekten der Ion-Festkörper-Wechselwirkung.

Herrn Prof. Dr. W. Wesch und Frau Dr. E. Wendler danke ich für die Anregung des Themas, für das entgegengebrachte Vertrauen und für die fachliche Betreuung in den vergangenen Jahren.

Herrn Prof. Dr. W. Witthuhn gilt mein Dank für die Möglichkeit, diese Arbeit im Institut für Festkörperphysik durchführen zu können, sowie für seine Unterstützung in organisatorischen Belangen.

Herrn Dipl.-Phys. André Hedler danke ich für die enge Zusammenarbeit bei den Experimenten und der Auswertung der Daten sowie für anregende Diskussionen.

Frau Dr. U. Kaiser und ihren Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern gilt mein Dank für die Zusammenarbeit auf dem Gebiet der Transmissions-Elektronenmikroskopie.

Bei Dipl.-Phys. B. Wunderlich, Dipl.-Phys. F. Wunderlich, Dr. J. Kräußlich, Dr. G. Heß und Prof. Dr. K. Goetz bedanke ich mich für die Durchführung der Untersuchungen mittels Röntgenbeugung sowie für die anregenden Diskussionen zu diesem Thema.

Allen beteiligten Gruppen des SFB 196 danke ich für die Möglichkeit, in einem Verbund Forschung betreiben zu können sowie für die gemeinsamen fachlichen Aktivitäten rund um den Sonderforschungsbereich.

Schließlich sollen auch diejenigen nicht unerwähnt bleiben, die außerhalb der eigentlichen Arbeit dazu beigetragen haben, daß ich in den vergangenen Jahren genug Energie und Zuversicht hatte, Schritt für Schritt weiterzugehen. Mein Dank gilt besonders Lars-Christian Wittig, André Jannasch, Dr. Claudia Beier und Martin Kesting.

# Lebenslauf

## Persönliche Daten:

Name: Christian Schubert  
Geburtsdatum: 10. Februar 1974  
Geburtsort: Gera  
Familienstand: ledig

## Ausbildung und Beruf:

9/1980 - 6/1982 5. POS Gera  
9/1982 - 6/1988 2. POS Gera, erweiterter Russischunterricht  
9/1988 - 6/1992 Speziialschule mathematisch-naturwissenschaftlich-technischer  
Richtung „Carl Zeiss“ Jena  
9/1990 - 6/1991 Wissenschaftlich-praktische Arbeit bei Carl Zeiss Jena,  
Thema: „Auswirkung ausgewählter Umwelteinflüsse auf die  
Transmissions-Spektren von Infrarotbauelementen“  
27.6.1992 Abiturprüfung  
9/1992 - 10/1993 Zivildienst am Klinikum der Friedrich-Schiller-Universität Jena  
10/1993 Immatrikulation an der Friedrich-Schiller-Universität Jena,  
Fachrichtung: Physik-Diplom  
17.12.1998 Abschluß als Diplom-Physiker an der Friedrich-Schiller-Universität Jena  
Thema der Diplomarbeit: „In situ-Analyse von ionenimplantiertem  
 $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$  im Temperaturbereich 20 ... 300 K“  
2/1999 - 6/2003 Wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für  
Festkörperphysik der Friedrich-Schiller-Universität Jena

Jena, 30. Juni 2003

*Christian Schubert*

# Ehrenwörtliche Erklärung

Ich erkläre hiermit ehrenwörtlich, daß ich die vorliegende Arbeit selbständig, ohne unzulässige Hilfe Dritter und ohne Benutzung anderer als der angegebenen Hilfsmittel und Literatur angefertigt habe. Die aus anderen Quellen direkt oder indirekt übernommenen Daten und Konzepte sind unter Angabe der Quelle gekennzeichnet.

Bei der Auswahl und Auswertung folgenden Materials haben mir die nachstehend aufgeführten Personen in der jeweils beschriebenen Weise unentgeltlich geholfen:

1. Dipl.-Phys. A. Hedler arbeitete im Rahmen der Anfertigung seiner Diplomarbeit bei Probenherstellung, thermischer Nachbehandlung, RBS-Analyse sowie deren Auswertung mit.
2. Dr. U. Kaiser und weitere Mitarbeiter des Instituts für Festkörperphysik sowie Dr. T. Gorelik vom Institut für Materialwissenschaften der FSU Jena führten die elektronenmikroskopischen Untersuchungen im Rahmen der Kooperation des Sonderforschungsbereiches 196 durch. Die Auswahl geeigneten Bildmaterials wurde in Zusammenarbeit mit Dr. U. Kaiser getroffen. Die MD-Simulationen zur Orientierungsverteilung der Nanokristalle wurden durch Dr. K. Gärtner, Dr. U. Kaiser und Dipl.-Phys. J. Biskupek erstellt.
3. Dipl.-Phys. B. Wunderlich, Dipl.-Phys. F. Wunderlich und weitere Mitarbeiter des Instituts für Optik und Quantenelektronik führten im Rahmen der Kooperation des Sonderforschungsbereiches 196 Röntgenstrukturuntersuchungen am ESRF Grenoble durch.
4. Ausgewählte Proben wurden mittels Photolumineszenz von W.J. Choyke (Universität Pittsburgh, USA), N.A. Sobolev (Universität Aveiro, Portugal) sowie R. Goldhahn (Universität Ilmenau) untersucht.
5. Die Firma RTG Mikroanalyse Berlin führte ergänzend an einigen Proben eine SIMS-Analyse zur Bestimmung des Fremdatom-Konzentrationsprofils durch. Diese Untersuchungen wurden vom Institut aus Projektmitteln finanziert.

Weitere Personen waren an der inhaltlich-materiellen Erstellung der vorliegenden Arbeit nicht beteiligt. Insbesondere habe ich hierfür nicht die entgeltliche Hilfe von Vermittlungs- bzw. Beratungsdiensten (Promotionsberater oder andere Personen) in Anspruch genommen. Niemand hat von mir unmittelbar oder mittelbar geldwerte Leistungen für Arbeiten erhalten, die im Zusammenhang mit dem Inhalt der vorgelegten Dissertation stehen.

Die Arbeit wurde bisher weder im In- noch im Ausland in gleicher oder ähnlicher Form einer anderen Prüfungsbehörde vorgelegt.

Die geltende Promotionsordnung der Physikalisch-Astronomischen Fakultät ist mir bekannt.

Ich versichere ehrenwörtlich, daß ich nach bestem Wissen die reine Wahrheit gesagt und nichts verschwiegen habe.

Jena, 30. Juni 2003

*Christian Schüle*