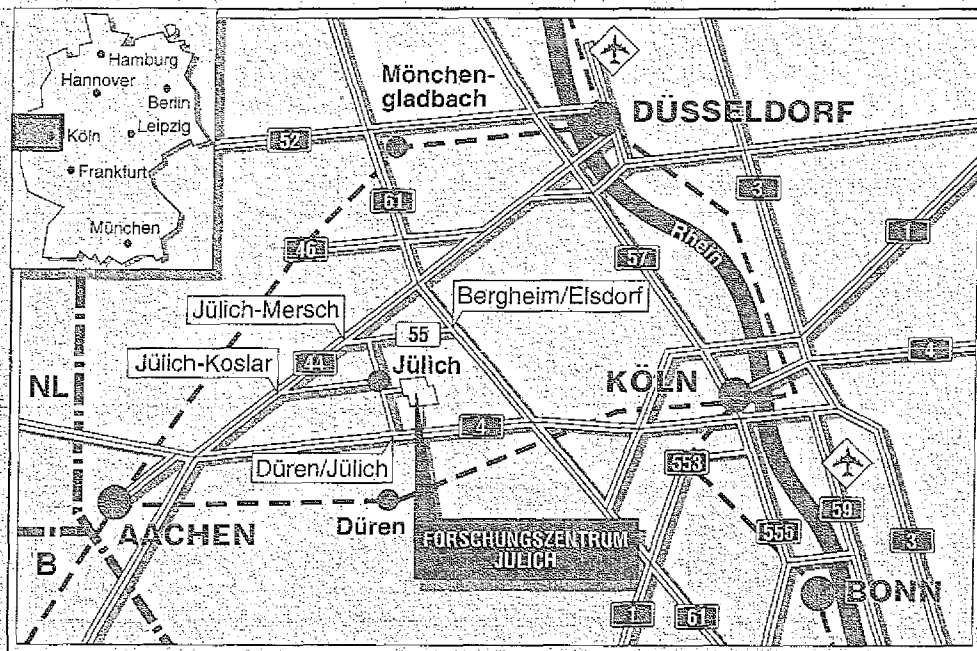


Institut für Festkörperforschung

**Elektronenmikroskopische
Charakterisierung von Versetzungen
in plastisch verformtem InP**

Martina Luysberg





Berichte des Forschungszentrums Jülich ; 2841

ISSN 0944-2952

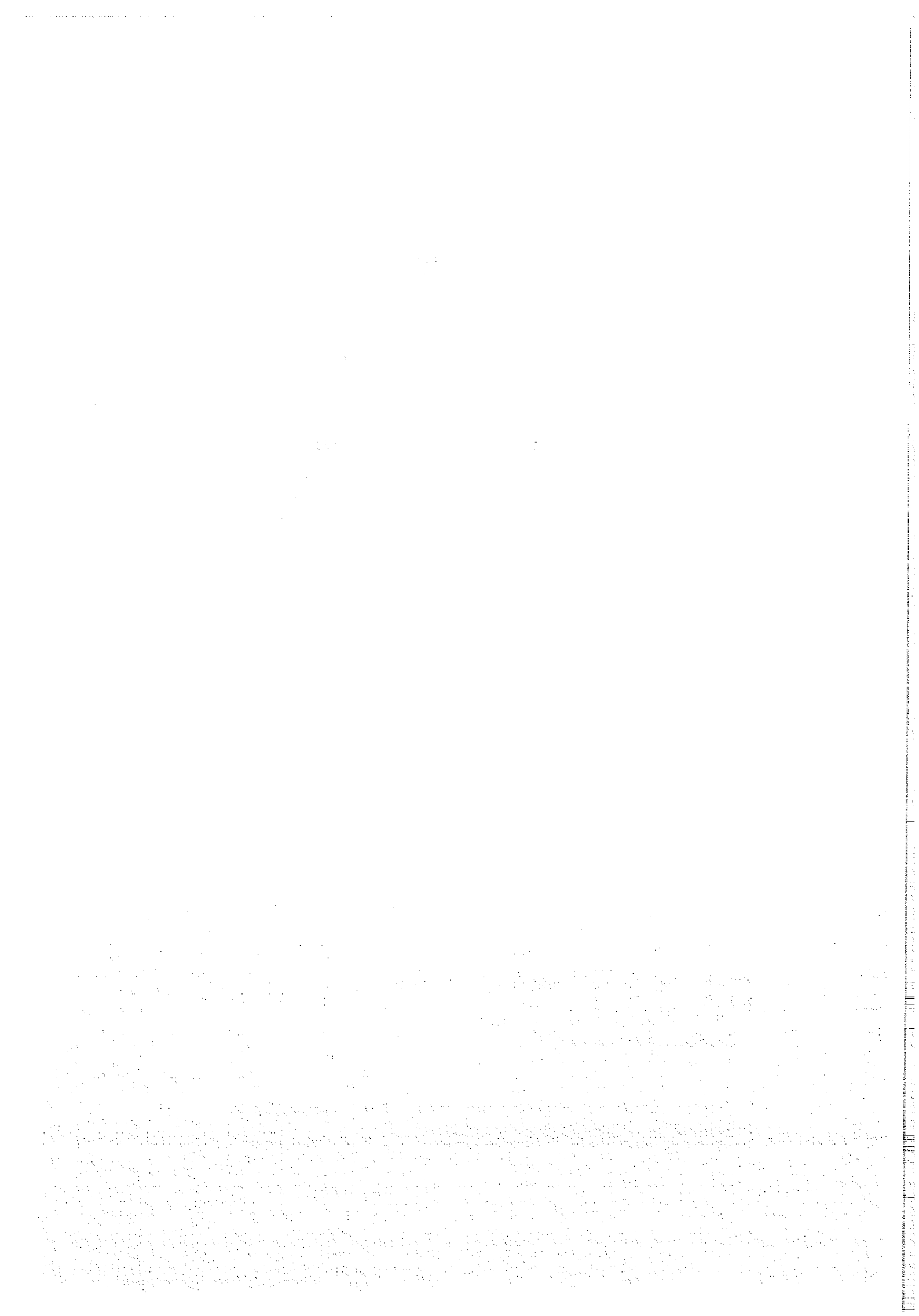
Institut für Festkörperforschung Jüli-2841

D 82 (Diss. RWTH Aachen)

Zu beziehen durch : Forschungszentrum Jülich GmbH · Zentralbibliothek

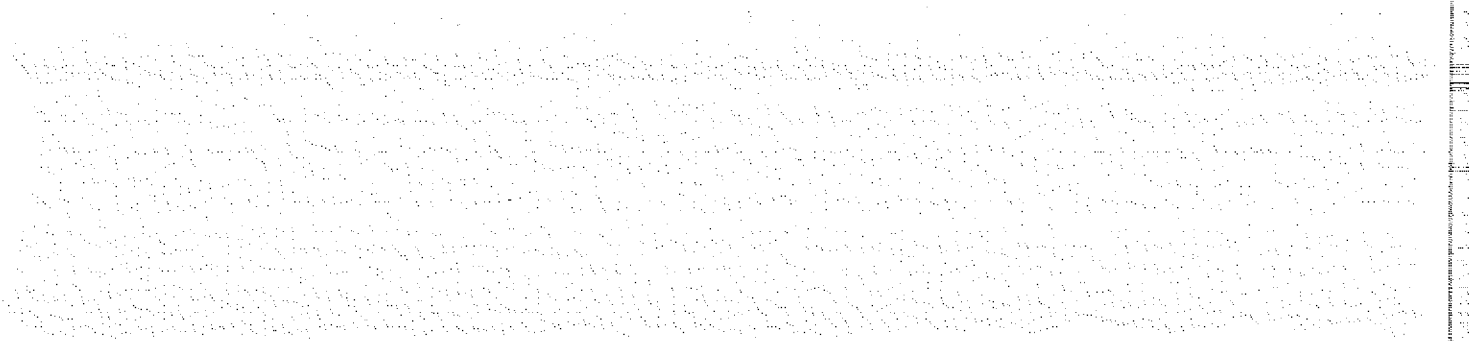
D-52425 Jülich · Bundesrepublik Deutschland

Telefon : 024 61 / 61 - 61 02 · Telefax : 024 61 / 61 - 61 03 · Telex : 8 33 556-70 kfa d



Elektronenmikroskopische Charakterisierung von Versetzungen in plastisch verformtem InP

Martina Luysberg



Handwritten text, possibly a signature or a name, located in the center of the page.

Small handwritten text or a date, located below the main signature.

Large block of dense, illegible handwritten text at the bottom of the page, possibly a list or a detailed note.

Inhaltsverzeichnis

Zusammenfassung	7
1 Einleitung und Literaturübersicht	9
1.1 Plastische Eigenschaften von InP	9
1.2 Mikrostrukturelle Eigenschaften der verformten Proben	14
1.3 Hochauflösende TEM an strukturellen Defekten	17
1.4 Zielsetzung dieser Arbeit	19
2 Experimentelle Techniken	21
2.1 Verformungsexperimente	21
2.2 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	22
2.2.1 Probenpräparation	23
2.2.2 Charakterisierung der Versetzungen	27
2.2.3 Untersuchung der Aufspaltungsweiten	31
2.2.4 Kontrastentstehung bei der hochauflösenden TEM	34
3 Strukturelle Eigenschaften von plastisch verformtem InP	40
3.1 Experimentelle Resultate	40
3.1.1 Ergebnisse der Verformungsexperimente	40
3.1.2 Versetzungsstruktur der unverformten Proben	43
3.1.3 Versetzungsstruktur im Bereich I	43
3.1.4 Versetzungsstruktur im Bereich II	54
3.1.5 Versetzungsstruktur im Bereich III	59
3.1.6 Messung und Auswertung der Aufspaltungsweiten	68
3.2 Diskussion	69
3.2.1 Plastisches Verhalten von InP	69
3.2.2 Entwicklung der Versetzungsstrukturen mit zunehmender Verformung	70
3.2.3 Stapelfehlerenergie von undotiertem und Zn-dotiertem InP	81

4	Bildsimulationen von InP	84
4.1	Simulation des perfekten InP-Gitters in der [110]-Projektion	85
4.2	Überprüfung der Eingabeparameter	89
4.3	Simulation einer 30°-Partialversetzung	91
4.4	Bildsimulationen in der [121]-Projektion	93
5	Resultate und Diskussion der Hochauflösungsexperimente	97
5.1	Auswirkung der Strahlenschäden	97
5.1.1	Experimentelle Resultate	97
5.1.2	Diskussion	99
5.2	Stufendipol in der [121]-Projektion	100
5.2.1	Experimentelle Resultate	100
5.2.2	Diskussion	102
5.3	Defokusserie einer 60°-Partialversetzung in der [121]-Projektion	104
5.3.1	Defokusserie des defektfreien Materials	104
5.3.2	Entwicklung eines Versetzungsmodells	108
5.3.3	Diskussion	111
5.4	60°-Versetzungen in der [011]-Projektion	112
5.4.1	Experimentelle Resultate	112
5.4.2	Diskussion	114
5.5	Z-Dipol in der [011]-Projektion	116
5.5.1	Experimentelle Resultate	116
5.5.2	Diskussion	116
5.6	Aufspaltungsweiten in den Gitterabbildungen der Versetzungen	119
5.6.1	Experimentelle Resultate	119
5.6.2	Diskussion	121
5.7	Zusammenfassung der Diskussion	125
	Literaturverzeichnis	127
A	Meßwerte der Aufspaltungsweiten	141
B	Kalibrierung der Mikroskopvergrößerung	142
C	Verwendung des EMS-Programmpaketes	143
D	Praktische Aspekte der hochauflösenden TEM	146

Verzeichnis der Abbildungen

1.1	Verformungskurven in InP	11
2.1	Probengeometrie der Verformungsproben	22
2.2	Kubische InP-Einheitszelle	27
2.3	Definition der α -Versetzung im Glide-Set und im Shuffle-Set-Modell	28
2.4	Stereographische Projektion des [100]-Pols	29
2.5	Thompson-Tetraeder	31
2.6	Kohärente Kontrasttransferfunktion	39
3.1	Spannungs-Dehnungskurve der Probe I _a 4	41
3.2	Spannungs-Dehnungskurve der Probe III	41
3.3	Überblick über die Versetzungsstruktur im Bereich I	44
3.4	Versetzungen im [121]-Pol, Bereich I	45
3.5	Weak-Beam-Dunkelfeldaufnahme eines Stufendipols	46
3.6	Übersichtsaufnahme Probe I _b 1	48
3.7	Übersichtsaufnahme Probe I _b 2, [110]-Pol	49
3.8	Weak-Beam-Aufnahme einer Schraubenversetzung	50
3.9	Analyse eines Z-Dipols	51
3.10	Bewegung einer Versetzung unter Elektronenbestrahlung (1)	52
3.11	Bewegung einer Versetzung unter Elektronenbestrahlung (2)	53
3.12	Übersichtsaufnahme der Versetzungsstruktur im Bereich II	55
3.13	Analyse des Versetzungsnetzwerks im Bereich II	56
3.14	Übersichtsaufnahme einer Zellwand in der Hauptgleitebene, Bereich III	60
3.15	Weak-Beam-Aufnahme einer Zellwand	61
3.16	Subkorn im Bereich III	62
3.17	Übersichtsaufnahme der Versetzungsstruktur im Bereich III	63
3.18	Versetzungsnetzwerktypen im Bereich III	65
3.19	Quergleitende Schraubenversetzung	66
3.20	Aufspaltungsweiten der einzelnen Proben	67
3.21	Aufspaltungsweiten aller Proben	68

3.22	Versetzungsgeschwindigkeiten in InP	72
3.23	Entstehungsmechanismus der Stufendipole	73
3.24	Entstehungsmechanismus der Stufendipole aus nicht gleitfähigen Sprüngen in Schraubenversetzungen	74
3.25	Entstehung von Versetzungsringreihen	75
3.26	Entstehung der Versetzungsschichten in der Hauptgleitebene	79
4.1	Die InP-Struktur in der [110]-Projektion	85
4.2	Amplituden/Phasendiagramm ausgewählter Strahlen der (110)-Zonenachse	86
4.3	Defokus/Dicken-Karte in der [110]-Projektion	88
4.4	Vergleich von Multi-Slice- und Blochwellenrechnung	90
4.5	Bildsimulation einer 30°-Partialversetzung in [110]-Projektion	92
4.6	Die InP-Struktur in der [121]-Projektion	94
4.7	Amplituden/Phasendiagramm ausgewählter Strahlen der (121)-Zonenachse	95
4.8	Defokus/Dicken-Karte in der [121]-Projektion	96
5.1	Auswirkung der Schädigung von InP durch Elektronenbestrahlung	98
5.2	Gitterabbildung eines Stufendipols in der [121]-Projektion	101
5.3	Burgersvektoren der ($\bar{1}1\bar{1}$)-Ebene	102
5.4	Gitterabbildung einer Stufenversetzung in der [121]-Projektion	105
5.5	Defokusserie in der [121]-Projektion	106
5.6	Defokus/Dicken-Karte in der [121]-Projektion bei $\Delta f = 100$ nm	107
5.7	Defokusserie einer 60°-Partialversetzung in der [121]-Projektion	109
5.8	Gitterabbildung einer nicht-aufgespaltenen 60°-Versetzung	113
5.9	Gitterabbildung einer aufgespaltenen 60°-Versetzung	115
5.10	Gitterabbildung eines Z-Dipols	117
5.11	Entstehung eines Z-Dipols (schematisch)	118
C.1	Blockdiagramm der verwendeten EMS-Programme zur Bildsimulation	144

Verzeichnis der Tabellen

2.1	Gleitsysteme in InP	28
2.2	Anregungsfehler	33
3.1	Verformungsbedingungen	42
3.2	Versetzungsanalyse Bereich II	58
3.3	Versetzungsanalyse Bereich III	64
3.4	Zusammenfassung der beobachteten Versetzungsstrukturen	71
4.1	Parameter der Bildsimulation	84
5.1	Gemessene und berechnete Netzebenenabstände einer In-Ausscheidung	99
5.2	Aufspaltungsweiten ermittelt aus den Gitterabbildungen	120
A.1	Meßwerte der Aufspaltungsweiten	141
B.1	Kalibrierung der Mikroskopvergrößerung	142

Abkürzungsverzeichnis

kfz	kubisch-flächenzentriert
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
a	Gitterkonstante von InP (= 0.5869 nm)
α	Semi-Konvergenzwinkel
Δa	Änderung der Gegenstandsweite
b	Burgersvektor
C_s	sphärische Aberrationskonstante (= 1.06 mm für das JEOL 4000EX)
C_c	chromatische Aberrationskonstante
$\chi(g)$	Aberrationsfunktion
Δ	Aufspaltungsweite dissoziierter Versetzungen
Δf	Defokusstreuung der Objektivlinse (= 10 nm)
ϵ	Dehnung (= $\Delta l/l$)
$\dot{\epsilon}$	Verformungsgeschwindigkeit bzw. Kriechrate
$f_{\text{Linse}}, \Delta f_{\text{Linse}}$	Brennweite bzw. Änderung der Brennweite der Objektivlinse
Δf	effektiver Defokus ($\Delta f = \Delta f_{\text{Linse}} - \Delta a$)
G	Schubmodul (= 26.7 GPa für InP)
g	Abbildungsvektor = reziproker Gittervektor
γ	Stapelfehlerenergie
k, k_0	Wellenvektoren
$l, \Delta l$	Länge bzw. Längenänderung der Verformungsprobe
λ	Elektronenwellenlänge (= 1.6 pm bei 400 kV)
M	Debye-Waller-Faktor
m_s	Schmidfaktor
n	Normalenvektor einer Ebene
ν	Poissonzahl (= 0.365)
ρ	Versetzungsdichte
σ	gemessene Spannung
σ_{uy}, τ_{uy}	obere Streckgrenze
σ_{ly}, τ_{ly}	untere Streckgrenze
T	Temperatur
T_m	Schmelztemperatur (= 1335 K für InP)
t	Probendicke
τ	Spannung bezogen auf das Primärgleitsystem: $\tau = m_s \sigma$
θ	Verfestigungskoeffizient
u	Linienrichtung der Versetzungen
v	Versetzungsgeschwindigkeit
$V(\mathbf{r})$	Kristallpotential
$V_p(x, y)$	projiziertes Potential

Konventionen: \mathbf{x} bezeichnet einen Vektor, $x = |\mathbf{x}|$
 $\Delta f < 0 \hat{=}$ Überfokus, $\Delta f > 0 \hat{=}$ Unterfokus

Zusammenfassung

InP ist neben GaAs der technologisch bedeutendste III-V-Verbindungshalbleiter. Der Fortschritt in der Herstellung optoelektronischer Bauelemente aus diesen Materialien erfordert einen Einblick in die plastischen Eigenschaften. Das plastische Verformungsverhalten wird auf mikroskopischer Skala durch die Eigenschaften der Versetzungen bestimmt. In dieser Arbeit werden Zusammenhänge zwischen den plastischen Eigenschaften und der Mikrostruktur verformter InP-Einkristalle hergestellt. Hierbei steht die mikrostrukturelle Charakterisierung der verformten Proben mit elektronenmikroskopischen Methoden im Vordergrund: konventionelle Charakterisierung der Versetzungen, Anwendung der Weak-Beam-Dunkelfeldtechnik zur Bestimmung der Stapelfehlerenergie und hochauflösende Untersuchungen der Eigenschaften der Versetzungskerne.

- Die *plastischen Verformungen* wurden in uniaxialer Kompression entlang der $[3\bar{2}\bar{1}]$ -Achse (Einfachgleitung) bei Temperaturen von 500 °C und 600 °C unter konstanter Verformungsgeschwindigkeit ausgeführt. Die gemessene Spannung verändert sich dabei mit steigender Dehnung gemäß dem typischen Verlauf der Verformungskurven für Halbleiter mit kubisch-flächenzentriertem Bravais-Gitter.
- Mittels *konventioneller Transmissionselektronenmikroskopie* wurde gezeigt, daß der Bereich I der Verformungskurve hauptsächlich durch Versetzungen des primären Gleitsystems $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$ charakterisiert ist. Die Versetzungsstruktur wird von primären Stufendipolen der Linienrichtung $[121]$ dominiert, die durch Doppelquergleitprozesse von Schraubenversetzungen gebildet werden. Auch bei einer Erhöhung der Verformungsgeschwindigkeit, die ein Anwachsen der anliegenden Spannung bei gleichbleibender Verformungstemperatur bewirkt, sind wenig Versetzungen sekundärer Gleitsysteme zu beobachten. Hier wurde jedoch eine Ausrichtung der Dipole entlang von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen gefunden, die zum Teil zu Z-Dipolen reagieren. Unabhängig von der Verformungsgeschwindigkeit bilden sich Reihen kleiner Versetzungsringe aus, die einen Zwischenprozeß der Annihilation der Dipolversetzungen darstellen.

Bei Erhöhung der Spannung werden im Bereich II (erster Verfestigungsbereich) der plastischen Verformung sekundäre Gleitsysteme aktiviert, die mit den primären Versetzungen zu Lomer-Cottrell-Versetzungen reagieren. Dadurch entstehen nahezu rechtwinklige Versetzungsnetzwerke parallel zur Hauptgleitebene.

Die Erholung im Bereich III der Verformungskurve ist mit der Bildung einer Substruktur verbunden, die die Entstehung weicher, nahezu versetzungsfreier und harter Bereiche mit extrem hoher Versetzungsdichte beinhaltet. Die Zellwände bestehen sowohl aus Netzwerken, die parallel zur Hauptgleitebene ausgerichtet sind, als auch aus dreidimensionalen Netzwerken mit Versetzungen unterschiedlicher Gleitsysteme. Die starke Präsenz von Schraubenversetzungen, sowie die Beobachtung zahlreicher, räumlich isolierter Versetzungsringe läßt auf Klettermechanismen schließen, die die Verset-

zungsdichte lokal reduzieren. Damit werden die mikroskopischen Verformungsmechanismen, die bisher auf der Modellierung der Verformungskurven der III-V-Halbleiter beruhen, auch experimentell bestätigt.

- Mittels der *Weak-Beam Technik* wurden die Aufspaltungsweiten unterschiedlicher Versetzungstypen sowohl in Zn-dotierten als auch in undotierten Proben gemessen, die bis in den Bereich I verformt worden waren. Durch Anwendung der anisotropen Elastizitätstheorie wurde aus diesen Meßwerten eine Stapelfehlenergie von 18.7 mJ/m^2 bestimmt, wobei kein Einfluß der Zn-Dotierung auf die Aufspaltungsweiten festgestellt werden konnte. Die Stapelfehlerenergie ist ein wichtiger Parameter in der theoretischen Beschreibung der plastischen Verformung.
- *Hochauflösende elektronenmikroskopische Untersuchungen* an Versetzungen in der [011]-Projektion zeigen, daß ein asymmetrisches Aufspaltungsverhalten von α - und β -Versetzungen auftritt. Dies gilt sowohl für Z-Dipole, als auch für isolierte 60° -Versetzungen. Dieses asymmetrische Verhalten bedeutet ein unterschiedliches Relaxationsverhalten der α - und β -Versetzungen in der dünnen Hochauflösungsprobe, welches vermutlich auf den verschiedenen Beweglichkeiten dieser Versetzungstypen beruht. Aus der Aufnahme eines aufgespaltenen Stufendipols mit Linienrichtung [121] zeigen sich, im Gegensatz zum Z-Dipol, für α - und β -Versetzungen gleich große Aufspaltungsweiten, so daß auch die verschiedenen Partialversetzungstypen, wie 30° -, 60° - oder 90° -Versetzung, Unterschiede im Relaxationsverhalten aufweisen.

Erstmalig konnten hochauflösende Gitterabbildungen von Versetzungen in der [121]-Projektion erstellt werden. Außer der Aufnahme von Stufendipolen ist es gelungen, eine Defokusserie einer Stufenversetzung aufzunehmen, die in 60° -Partialversetzungen aufgespalten ist. In der Nähe dieser Versetzung konnten durch den Vergleich von Bildsimulationen des defektfreien InP mit den Bildern der Defokusserie die experimentellen Bildparameter sowie die Polarität der Probe, und damit der β -Charakter der Versetzung, eindeutig festgelegt werden. Daher waren in weiteren Bildsimulationen der β -Partialversetzung nur das P-Glide-Set- und das In-Shuffle-Set-Kernmodell zu berücksichtigen, die auf der Basis der linearen, isotropen Elastizitätstheorie aufgestellt wurden. Die isotrope Theorie liefert keine zufriedenstellende Beschreibung der Verzerrungsfelder. Werden jedoch die Verschiebungsfelder in der Richtung senkrecht zum Burgersvektor vernachlässigt, so ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung simulierter und experimenteller Bilder.

Kapitel 1

Versetzungen in plastisch verformtem InP – Einleitung und Literaturübersicht

Die Entdeckung der Verbindungshalbleiter durch Welker [214] schuf die Voraussetzung für die Entwicklung neuer, hochwertiger Halbleiterbauelemente. In den letzten Jahren haben insbesondere die III-V-Halbleiter GaAs und InP, die aus einem Element der dritten und einem der fünften Hauptgruppe bestehen, zunehmend an Bedeutung gewonnen. Für die Herstellung elektronischer Bauelemente bietet die, gegenüber den Elementhalbleitern Si und Ge, wesentlich höhere Elektronenbeweglichkeit von GaAs und InP einen Vorteil. Zudem sind die III-V-Verbindungshalbleiter wegen ihrer direkten Bandlücke auch als optoelektronische Bauelemente von großem Nutzen.

Mit zunehmender technologischer Nutzung der III-V-Halbleiter ging ein wachsendes Interesse der Erforschung des plastischen Verhaltens dieser Materialien einher. Da für die Herstellung von Bauelementen möglichst versetzungsarme Ausgangsmaterialien erforderlich sind, kommt dem Verständnis der Entstehung, Bewegung und Wechselwirkung von Versetzungen eine besondere Bedeutung zu. Die Eigenschaften der Versetzungen bestimmen maßgeblich das plastische Verformungsverhalten. Gerade in InP gibt es bisher wenige mikrostrukturelle Untersuchungen, was sicherlich auch auf die schwierige Handhabung des äußerst spröden Materials zurückzuführen ist. Insbesondere der stark ionischen Charakter der kovalenten Bindung in InP, der zu einer niedrigen Stapelfehlerenergie führt, sollte einen großen Einfluß auf die Eigenschaften der Versetzungen haben.

In der folgenden Literaturübersicht sind die bisher bekannten Resultate der Untersuchungen von Versetzungen dargestellt. Dabei steht speziell das Verständnis der Plastizität und der Eigenschaften von Versetzungen in InP im Vordergrund. Nach der Beschreibung der makroskopischen Untersuchungen der plastischen Verformung wird auf die mikroskopischen Untersuchungen der Versetzungen eingegangen. Daran schließt sich am Ende dieses Kapitels die Beschreibung der Zielsetzung dieser Arbeit an.

1.1 Plastische Eigenschaften von InP

Seit der Entdeckung der plastischen Verformbarkeit von Silizium und Germanium [79, 92], die bei Raumtemperatur extrem spröde sind, jedoch bei höheren Temperaturen durch An-

legen einer Spannung zu verformen sind, wurden zahlreiche weitere Untersuchungen auch an anderen Halbleitermaterialien wie InSb [169], GaAs [129, 175, 218] und schließlich auch InP [37, 40, 77, 78, 148, 167, 174, 177, 206, 207] durchgeführt. Als Hauptträger der Verformung wurde die Entstehung, Bewegung und Wechselwirkung von Versetzungen festgestellt, während andere mögliche Mechanismen wie Punktdefektbewegung und Zwillingbildung in der Regel eine untergeordnete Rolle spielen.

Daher ist zur Beschreibung des plastischen Verhaltens die Korrelation zwischen mikroskopischen Vorgängen im Kristallgitter und der makroskopischen Verformungskurve erforderlich, wobei auf definierte, reproduzierbare Bedingungen während der Messung geachtet werden muß.

Das wichtigste Modell der plastischen Verformung halbleitender Materialien geht auf Alexander und Haasen [12] zurück. Nach der Grundgleichung der plastischen Verformung (Orowan-Beziehung)

$$\dot{\epsilon} = \Phi \cdot \rho \cdot v \cdot b \quad (1.1)$$

wird die Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$ von der Versetzungsdichte ρ , der Versetzungsgeschwindigkeit v und dem Betrag des Burgersvektors b bestimmt. Φ ist ein Geometriefaktor, der die Abgleitung in der Gleitebene mit der Dehnung korreliert.

Die Vervielfachung der Versetzungen ist proportional zur Versetzungsdichte, zur effektiven Spannung¹ τ_{eff} und zur Versetzungsgeschwindigkeit [9, 12]:

$$d\rho \sim \rho \cdot \tau_{\text{eff}} \cdot v \cdot dt \quad (1.2)$$

Mit der Einführung der effektiven Spannung wird berücksichtigt, daß die an der Probe angelegte Spannung τ lokal durch die Wechselwirkung bzw. die Spannungsfelder der Versetzungen teilweise kompensiert wird:

$$\tau_{\text{eff}} = \tau - A \cdot \sqrt{\rho} \quad \text{mit:} \quad A = \frac{G \cdot b}{2 \cdot \pi \cdot (1 - \nu)} \quad (\nu: \text{Poissonzahl}), \quad (1.3)$$

wobei die Konstante A aus der elastische Wechselwirkung der Versetzungen berechnet wird. Die Spannung $\tau_a = A \cdot \sqrt{\rho}$, die athermische Spannung, ist bis auf die Temperaturabhängigkeit des Schubmoduls G nicht von der Temperatur abhängig. Die mittlere Geschwindigkeit v der Versetzungen, die von der effektiven Spannung verursacht wird, gehorcht einem empirisch aufgestellten Exponentialgesetz:

$$v = v_0 \cdot (\tau_{\text{eff}})^m \cdot \exp(-E/kT), \quad (1.4)$$

wobei v_0 ein konstanter Vorfaktor, E die Aktivierungsenergie, m der Spannungsexponent und T die Temperatur bedeuten.

Setzt man Gleichung 1.4 und 1.2 in die Orowan-Beziehung 1.1 ein, so erhält man zwei plastische Zustandsgleichungen, welche die Berechnung der Verformungskurven unter wohldefinierten Bedingungen unabhängig von der Versuchsführung wie z.B. Verformung unter konstanter Last oder Verformung unter konstanter Geschwindigkeit erlauben.

¹Im folgenden bedeutet die Spannung τ die auf die Gleitebene bezogene Spannung, während σ die gemessene Spannung ist. Es gilt: $\tau = m_s \cdot \sigma$, m_s : Schmidfaktor vgl. Kapitel 2.2.2.

Die meisten Untersuchungen des plastischen Verhaltens von Halbleitern erfolgte im dynamischen Druck- oder Zugversuch entlang der (123)-Achse mit konstanter Verformungsgeschwindigkeit, da unter diesen Bedingungen wegen der zu erwartenden Einfachgleitung leicht interpretierbare Versetzungsstrukturen entstehen. Schäfer et al. [169] zeigten für Germanium, daß aus Druck- und Zugversuch übereinstimmende Verfestigungskurven resultieren.

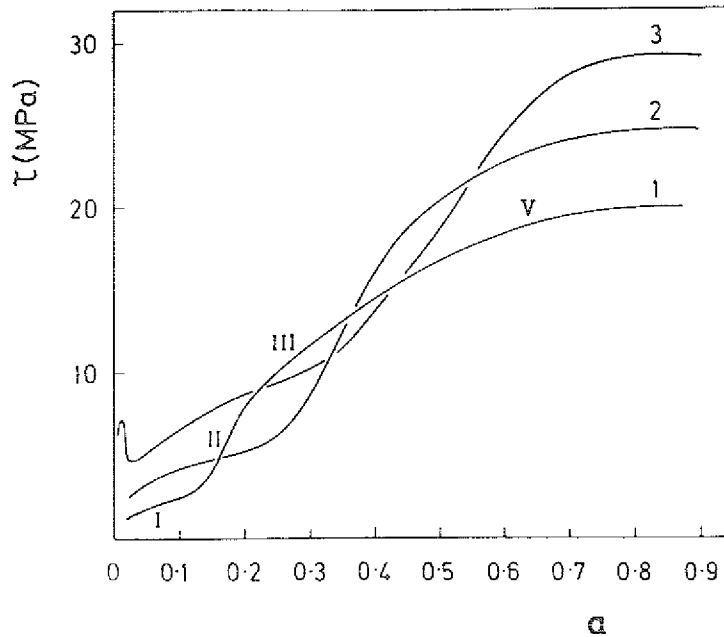


Abbildung 1.1: Verformungskurven in InP für verschiedene Verformungsgeschwindigkeiten $\dot{\epsilon}_1 < \dot{\epsilon}_2 < \dot{\epsilon}_3$. In den Kurven 1 und 2 sind die Streckgrenzen der Übersichtlichkeit wegen weggelassen (aus [174]).

Ähnlich wie in Metallen beobachtet man auch für Halbleiter Stadien unterschiedlicher Verfestigung mit steigendem Verformungsgrad. Abbildung 1.1 zeigt beispielhaft typische Verformungskurven von InP [174], in denen die Spannung gegen die Abgleitung aufgetragen ist. Beide Größen sind auf das primäre Gleitsystem bezogen (Definition siehe z.B. [93]). Typisch für die Verformung von Halbleitern ist die Ausbildung einer oberen und unteren Streckgrenze (erkennbar am lokalen Maximum bzw. Minimum der Verformungskurve 3) bevor der easy-glide-Bereich (I) durchlaufen wird. Die dynamischen Erholungsbereiche III und V, die an der Kurve 1 markiert sind, weisen deutlich kleinere Verfestigungskoeffizienten $\Theta = \partial\tau/\partial a$ auf als der Verfestigungsbereich II. Bereich IV, der sich zwischen Bereich III und V befindet, ist nicht deutlich ausgebildet. Die Ausdehnung der Bereiche und der Wert der gemessenen Spannung sind abhängig von der Temperatur und von der Verformungsgeschwindigkeit.

Nach der Theorie von Alexander und Haasen [12] gilt für die untere Streckgrenze:

$$\tau_{ly} = C \cdot \dot{\epsilon}^{(1/\alpha)} \cdot e^{(E/\alpha kT)}, \text{ mit } \alpha = 2 + m. \quad (1.5)$$

Während die unteren Streckgrenzen in InP [167, 177, 206], in Si [171, 186, 220], in InSb [169] und in GaAs [175, 218] sehr gut dieser Gesetzmäßigkeit gehorchen, ergibt sich für

Ge ein komplizierteres Bild, da eine Temperaturabhängigkeit des Spannungsexponenten m festgestellt wurde [124, 171].

Auch für die obere Streckgrenze wurde eine ähnliche Temperaturabhängigkeit wie Gleichung 1.5 [12] gefunden, wobei man jedoch berücksichtigen muß, daß gerade die obere Streckgrenze stark von der anfänglich vorhandenen Versetzungsdichte abhängt. Um eine definierte Versetzungsdichte im Ausgangsmaterial zu erzeugen, wurden daher häufig Vorverformungen bei höheren Temperaturen durchgeführt z.B. auch bei der Untersuchung der Verformung in InP [37, 78]. Siethoff [173] hat jedoch an Hand einer Analyse der in der Literatur verfügbaren Verformungsdaten gezeigt, daß vorverformte und unbehandelte III-V Halbleiter Unterschiede im Spannungs-Dehnungsverhalten aufweisen. Als Erklärung für diese Diskrepanz wurde die Bildung von Punktdefektagglomeraten, während der Vorverformung angeführt, welche die Versetzungsbewegung beeinflussen.

In den Bereichen höherer Verformungsstufen (Bereiche II bis V in Abbildung 1.1) ist das einfache Modell von Alexander und Haasen [12] nicht mehr anwendbar, da der Bildung komplizierter Versetzungsstrukturen andere Entstehungs- und Multiplikationsmechanismen zugrunde liegen. Durch Wechselwirkung der Versetzungen unterschiedlicher Gleitsysteme erfährt der Kristall eine Verfestigung in den Bereichen II und IV, an die sich zwei Erholungsstufen (Bereiche III und V) anschließen. Haasen [94] erklärte diese Erholungsstufen in Halbleitern durch unterschiedliche Mechanismen: Während im Bereich III durch Klettern von Stufenversetzungen eine lokale Erniedrigung der Versetzungsdichte erfolgt, ist die Erholungsstufe V auf die Annihilation quergleitender Schraubenversetzungen zurückzuführen. Theoretisch läßt sich der diffusionskontrollierte Kletterprozeß basierend auf einem Kriechmodell nach Mohamed und Langdon [147] beschreiben, dem eine kubische Abhängigkeit der Kriechrate von der Stapelfehlerenergie zugrunde liegt [174, 175]. Durch ein Modell nach Escaig [69], das zur Beschreibung der Erholung durch Quergleitung in kubisch-flächenzentrierten Metallen entwickelt wurde, kann auch der Bereich V der Verformungskurve von Halbleitern beschrieben werden [94, 175]. Für GaAs wurde Quergleiten auch als dynamischer Erholungsprozeß bei Hoch-Temperatur-Kriechversuchen angegeben [25, 26].

Auch bei Verformung unter konstanter Spannung (Kriechversuche) konnten mehrere Stadien bei steigender Dehnung unterschieden werden. Durch Ätzversuche, bei denen Versetzungen durch Anätzen sichtbar gemacht werden, konnte gezeigt werden, daß die Versetzungen in der ersten Verfestigungsstufe homogen verteilt sind. Bei noch größeren Dehnungen wird eine Subkornstruktur gebildet [28], bei der Bereiche geringerer Versetzungsdichte durch Versetzungswände getrennt sind. Insgesamt konnte von Blum [28] festgestellt werden, daß das Kriechverhalten von InP vergleichbar ist mit dem kubisch-flächenzentrierter Metalle.

Neben der Temperaturabhängigkeit der Streckgrenzen (Gleichung 1.5) ist auch der Einfluß der Dotierung mit Fremdatomen feststellbar. Für GaAs findet man sowohl eine Erhöhung der Fließspannung bei Dotierung mit Si als auch eine Erniedrigung bei Dotierung mit Zn, während Zugabe von Cr keine Änderung bewirkt [189]. Die hohe Konzentration isoelektronischer Dotierstoffe, wie z.B. In in GaAs, bewirkt eine Härtung, die sich in einer Erhöhung des Verformungswiderstandes bemerkbar macht [64]. Auch für InP wurde eine Änderung des Verformungsverhaltens bei Dotierung festgestellt. Von Brasen und

Bronner [37] wurde für S-dotierte InP Einkristalle eine deutlich höhere Fließspannung gemessen als für undotiertes Material. Völkl et al. [207, 206], die sowohl Kriechversuche als auch dynamische Druckversuche an InP durchgeführt haben, beobachteten ebenfalls eine Härtung von InP durch die Dotierung mit S aber auch durch die Dotierung mit Zn-Atomen.

Nach Brion et al. [39], die eine Härtung von Ge durch Dotierung beobachtet haben, muß man bei Lösung von Fremdatomen zwei Arten der Versetzungsbewegung unterscheiden: Bei hohen Versetzungsgeschwindigkeiten können die Fremdatome als unbewegliche Hindernisse betrachtet werden, was zu quasi-viskosem Gleiten der Versetzungen führt. Bei niedrigen Versetzungsgeschwindigkeiten sammeln sich dagegen die Dotierstoffatome im Spannungsfeld der Versetzungen (Cottrell-Wolke). Damit ist die Bewegung der Versetzungen durch die Diffusion der Cottrell-Wolke kontrolliert. Mit diesem Modell konnte auch der Einfluß der Dotierung auf die Verformung von InP erklärt werden [167, 207].

Zur Messung der Versetzungsgeschwindigkeit wird neben der In-Situ Messung im Elektronenmikroskop hauptsächlich die Doppel-Ätzmethode angewendet, die erstmalig von Johnston und Gilman an LiF durchgeführt wurde [119]. Durch einen Kratzer auf einer Kristalloberfläche werden bei plastischer Verformung lokal Versetzungen erzeugt, die durch sukzessives Anätzen mehrfach unterbrochener Verformungsexperimente sichtbar gemacht werden. Durch Anwendung dieser Technik konnte das Exponentialgesetz (Gleichung 1.4) zur Beschreibung der Versetzungsgeschwindigkeit für Ge aufgestellt werden [169]. Bei Ge und auch Si wurden nur geringfügige Unterschiede in der Versetzungsgeschwindigkeit von 60° -Versetzungen und Schraubenversetzungen beobachtet [8, 169, 187].

Im Gegensatz zu den Elementhalbleitern zeigen in den Verbindungshalbleitern z.B. InSb [123], GaAs (siehe z.B. [10, 183]) und InP [152, 219, 221] die verschiedenen Versetzungstypen, α -, β - und Schraubenversetzungen deutliche Geschwindigkeitsunterschiede (Definition der α -Versetzung siehe Abb. 2.3). Auf die Messungen in InP wird detaillierter im Kapitel 3.2.2 Seite 72 eingegangen. Für GaAs beobachteten Warren et al. [211] eine Asymmetrie im Rosettenbild angeätzter Versetzungen, die durch lokale Verformung der $\{100\}$ -Fläche durch einen Mikroindenter entstanden sind. Diese Asymmetrie wurde durch die unterschiedlichen Versetzungsgeschwindigkeiten der α - und β -Versetzungen erklärt.

Auch die verschiedenen Partialversetzungstypen einer aufgespaltenen Versetzung zeigen (siehe auch Kap. 2.2.2) unterschiedliche Versetzungsgeschwindigkeiten. Das macht sich vor allem bei Verformungen unter sehr hoher Spannung bemerkbar, bei denen unterschiedliche Aufspaltungsweiten der 60° -Versetzungen eines hexagonalen Versetzungsringes in Si beobachtet wurden. Danach ist die Beweglichkeit der 90° -Versetzung größer als die der 30° -Partialen [215]. Ähnliche Beobachtungen wurden auch für GaAs bei Verformung unter hohen Spannungen gemacht, wobei hier für jeden Partialversetzungstyp wieder zwischen α - und β -Versetzung unterschieden werden muß [10, 29, 54, 57]. Von Rabier und Boivin wurde ein Modell auf der Basis von Quergleitprozessen entwickelt, das die unterschiedlichen Beweglichkeiten der α - und β -Partialen von Schraubenversetzungen in III-V Halbleitern erklärt [164].

Theorien zur Versetzungsbewegung gehen davon aus, daß die Versetzungen geradlinig ent-

lang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen liegen, welche den Richtungen der höchsten Peierls-Potentialen entsprechen [107]. Auf atomarer Skala erfolgt die Bewegung der Versetzungen durch die Bildung von Doppel-Kinken, die sich entlang der Versetzungslinie voneinander entfernen und schließlich an Hindernissen gestoppt werden. Diesen elementaren Prozeß kann man durch ein Diffusionsmodell beschreiben, bei dem die Kinkenbildung thermisch aktiviert ist [15].

Von Sumino [187] wurde darauf hingewiesen, daß in Si in der Nähe der Probenoberfläche andere Versetzungsgeschwindigkeiten vorherrschen als im Volumen. Diese Oberflächeneffekte erschweren die Interpretation der durch die Doppel-Ätzmethode gewonnenen Geschwindigkeitsdaten [15]. Auch die mehrmalige Unterbrechung der Verformung führt zu Problemen, da die Versetzungen durch Anlagerung von Verunreinigungen in der erneuten Bewegung nach dem Meßprozeß behindert werden [188]. In-Situ-Meßmethoden wie die Röntgentopografie oder die Elektronenmikroskopie können hier Abhilfe schaffen.

Die ersten elektronenmikroskopischen In-Situ-Experimente an Halbleitern wurden an Si [132, 133] und Ge [134] durchgeführt. Dabei wurde eine sehr gleichmäßige Bewegung der Versetzungen festgestellt, wobei die Geschwindigkeit proportional zur Länge der Versetzungen ist. Dieser Längeneffekt kommt durch eine erhöhte Wahrscheinlichkeit der Bildung von Kinken mit steigender Länge der Versetzung zustande.

Für InSb [75, 76], GaAs [42] und InP [223] konnten ähnliche Beobachtungen gemacht werden. In InP wurden vorverformte, undotierte Proben benutzt, für die bei weiterer In-Situ-Verformung eine erhöhte Geschwindigkeit der α -Versetzungen im Vergleich zu β - und Schraubenversetzungen festgestellt wurde. β - und Schraubenversetzungen zeigten keine signifikanten Unterschiede in der Beweglichkeit. Diese Beobachtungen stimmen nicht mit den Meßwerten von Yonenaga [221] überein (siehe Abb. 3.22), die nach der Doppel-Ätzmethode ermittelt wurden. Abschließend sollte noch eine Arbeit von Carter et al. [44] erwähnt werden, in der eine Bewegung von Versetzungen in InP im aufgespaltenen Zustand während der Beobachtung im Elektronenmikroskop festgestellt wurde.

1.2 Mikrostrukturelle Eigenschaften der verformten Proben

Im folgenden Abschnitt werden die wichtigsten Arbeiten zur Analyse der durch plastische Verformung entstandenen Versetzungsstrukturen vorgestellt. Da in InP bisher nur sehr wenige Untersuchungen dieser Art durchgeführt worden sind, werden auch Ergebnisse anderer Halbleiter als Diskussionsgrundlage der in dieser Arbeit gewonnenen Resultate vorgestellt.

Die ausführlichsten Studien verformungsinduzierter Defekte in Halbleitern stammen von Alexander [4, 5, 6, 11] zur $\langle 123 \rangle$ -Zugverformung von Ge. Mittels Transmissionselektronenmikroskopie und Ätzgrübchenuntersuchungen wurden die Versetzungsanordnungen im Bereich I und II (vgl. Abb. 1.1) untersucht. Dabei ergibt sich für Ge eine Versetzungsstruktur, die der von kfz-Metallen sehr stark ähnelt. Im Bereich I wurden hauptsächlich Versetzungen mit Stufencharakter in der Hauptgleitebene gefunden, während Bereich II durch

eine heterogene Struktur aus Versetzungswänden mit Versetzungen unterschiedlicher Burgersvektoren charakterisiert ist. Ergänzende Ätzstudien zeigten eine inhomogene Versetzungsverteilung auch auf makroskopischer Skala (einige 10 μm).

In den TEM-Untersuchungen von Boivin et al. [30, 31] an GaAs wurde die Versetzungsstruktur in Abhängigkeit von der Dotierung und von der Verformungstemperatur untersucht. An der unteren Streckgrenze wurden bei hohen Temperaturen hauptsächlich Stufendipole beobachtet, während bei niedrigeren Temperaturen Schraubenversetzungen vorherrschten. Die Unterschiede in den Versetzungsgeschwindigkeiten bei verschiedener Dotierung machten sich ebenfalls in der Morphologie der Versetzungen bemerkbar. So wurden beispielsweise in n-dotiertem Material (bei 350 °C) an der unteren Streckgrenze hauptsächlich Schraubenversetzungen beobachtet, während in undotiertem und p-dotiertem GaAs die bei höheren Temperaturen vorherrschenden Strukturen gefunden wurden.

Durch Ätzstudien mehrfach unterbrochener Verformungen in InP konnten Müller et al. [148, 206] zeigen, daß die Versetzungsbildung bei einer Fließspannung einsetzt, die etwa 20 % unterhalb des Wertes der unteren Streckgrenze liegt. Beim Erreichen der oberen Streckgrenze ist bereits das gesamte Probenvolumen mit Versetzungen angefüllt, die jedoch auf Gleitlinien konzentriert sind. Aus diesen Beobachtungen kann eine kritische Spannung zur Versetzungsbildung abgeleitet werden, die insbesondere im Hinblick auf die Kristallzüchtung von Interesse ist [204, 205].

Von Gall et al. [77, 78] wurde die Versetzungsstruktur in undotiertem sowie S-dotiertem InP an der unteren Streckgrenze mittels TEM untersucht. Während nach Vorverformungen (bei 1023 K) hauptsächlich Stufendipole des Primärgleitsystems gefunden wurden, beobachteten sie an der unteren Streckgrenze nach Verformungen bei 573 K komplizierte Versetzungsanordnungen, die aus primären Schraubenversetzungen und nicht näher analysierten Versetzungen bestehen. Der Einfluß der S-Dotierung auf die Versetzungsstrukturen wurde nicht weiter erläutert.

Auch Brasen und Bronner [37] berichten über TEM-Untersuchungen an S-dotierten InP-Proben, die bei unterschiedlichen Temperaturen jeweils bis zu einer Dehnung von 34 % verformt wurden. Durch die Variation der Temperatur wurden die Proben bis in unterschiedliche Verfestigungsbereiche verformt. So wurde die bei 550 °C verformte Probe bis in den Bereich II (vgl. Abb. 1.1) und die bei 675 °C verformte Probe bis in den Bereich III gedehnt. Der Bereich II ist durch eine Zellstruktur gekennzeichnet, wobei die Zellwände entlang von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen angeordnet sind. Mit steigender Temperatur wurde eine geradlinigere, regelmäßige Anordnung der Versetzungen beobachtet, die durch die höhere Beweglichkeit der Versetzungen erklärt wurde. Vom Bereich III wird schließlich eine Aufnahme gezeigt, auf der eine deutlich geringere Versetzungsdichte zu erkennen ist. Das wird auf die Annihilation von Schraubenversetzungen durch Quergleiten und auf Kletterprozesse von 60°- und Stufenversetzungen zurückgeführt.

Vergleicht man diese Ergebnisse mit den Ätzstudien an InP von Blum [28], die bei noch höheren Temperaturen im Erholungsbereich eine ausgeprägte Subkornstruktur beobachteten, so kann die von Brasen und Bronner gezeigte Probenstelle im Bereich III nur als Inneres eines Subkorns gedeutet werden. In GaAs, das durch eine Vier-Punkt-Biegung

bis zu 39 % verformt wurde, ist von Laister und Jenkins ebenfalls die Ausbildung einer Zellstruktur festgestellt worden [129]. In ähnlichen Untersuchungen an kfz-Metallen von Steeds [182], Basinski [22] und Essmann [71] ist im Bereich III die Bildung einer Subkornstruktur im Erholungsstadium zu erwarten. Brion und Haasen [38] beobachteten in Si und Ge, die bei hohen Temperaturen bis in die Verformungsstufe IV verformt wurden, unterschiedliche Netzwerkstrukturen. Besonders häufig trat ein hexagonales Netzwerk aus Schraubenversetzungen auf, das als typisch für diese Verformungsstufe angesehen wurde. Schließlich sollten noch die Verformungsversuche erwähnt werden, bei denen die Proben unter sehr hohen Spannungen verformt wurden. Die Motivation dieser Versuche ist die Beobachtung der Form und Ausbreitung von Versetzungsringen, die unter hoher Spannung Linienrichtungen entlang der Peierls-Täler, also der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen, ausbilden. Dabei wurden in GaAs von Küsters et al. [126] hauptsächlich Schraubenversetzungen beobachtet, die den Versetzungstyp niedrigster Versetzungsgeschwindigkeit darstellen. Abhängig von der Dotierung wurde dann von de Cooman et al. unterschiedliche Formen der Versetzungsringe entsprechend den Versetzungsgeschwindigkeiten festgestellt [54, 57]. Bei sehr hohen Spannungen wurde die Bildung von Mikrozwillingen in GaAs beobachtet, das bei Raumtemperatur unter hydrostatischem Druck verformt wurde [17].

Auch in InP wird über die Bildung von makroskopischen Verformungszwillingen von Brown et al. [40] berichtet, die im Gegensatz zu anderen Arbeiten [37, 78, 139] auch bei kleinen Verformungsgeschwindigkeiten bei 730 °C Zwillingsbildung beobachteten. Vanderschaeve et al. [202] stellten ebenfalls die Bildung von Mikrozwillingen fest, allerdings bei In-Situ-Verformung bei 623 K im TEM. In diesem Fall wurde die Bildung der Zwillinge jedoch nur in der Nähe von Rissen gefunden. Die Entstehung der Zwillinge bei niedrigeren Temperaturen ist aufgrund der höheren, auftretenden Spannungen verständlich.

Eine wichtige Grundlage zur Modellierung der Verformung ist die Kenntnis der Stapelfehlerenergie, die insbesondere bei der theoretischen Erklärung der Erholungsmechanismen eine entscheidende Rolle spielt [43, 94]. Sowohl an Elementhalbleitern wie Si und Ge [87] sowie an $\text{Si}_x\text{Ge}_{1-x}$ -Legierungen [184, 185] als auch an GaAs (siehe Zitate in Gerthsen und Carter [82]) wurden die Stapelfehlerenergien aus Messungen der Aufspaltungsweiten dissoziierter Versetzungen mittels der Weak-Beam-Technik bestimmt. In der Arbeit von Gerthsen et al. wurden zusätzlich Untersuchungen aufgespaltener Versetzungen mittels hochauflösender TEM vorgenommen, die Informationen über die Kernstrukturen der Partialversetzungen liefern, so daß die Interpretation der Weak-Beam-Daten erleichtert wird.

Durch vergleichende Messungen an mehreren III-V-Halbleitern konnten Gottschalk et al. [90] feststellen, daß mit steigender Ionizität eine Verringerung der Stapelfehlerenergie verbunden ist. In dieser Arbeit findet sich auch der einzige bisher veröffentlichte Wert der Stapelfehlerenergie für InP ($18 \pm 3 \text{ mJ/m}^2$), der aus der Aufspaltungsweite von Stufenversetzungen berechnet wurde.

Obwohl für intrinsische und extrinsische Stapelfehler theoretisch gleiche Stapelfehlerenergien vorhergesagt werden [7, 104], werden in der Natur nur sehr selten extrinsische Stapelfehler experimentell beobachtet. So fanden Azzaz et al. [20] in InP bei Verformung unter hohem Druck ausgedehnte, extrinsische Stapelfehler. Auch Theodore et al. [194] be-

richtet über die Entstehung extrinsischer Stapelfehler allerdings in GaAs bei Verformung unter hohem Druck. Auch in einer hochauflösenden Untersuchung über Si wird von einem extrinsischen Stapelfehler einer aufgespaltenen 60° -Versetzung berichtet [195].

1.3 Hochauflösende TEM an strukturellen Defekten

Die Entwicklung der Elektronenmikroskope in den letzten Jahren, die zu einer deutlichen Verbesserung der Korrektur der Linsenfehler und damit zu einer Erhöhung der Auflösung geführt hat (siehe Kap. 2.2.4), ermöglicht die Untersuchung materialwissenschaftlicher Probleme auf atomarer Skala. Insbesondere zur Erforschung der atomaren Struktur von Defekten und Grenzflächen in Halbleitern wurde die hochauflösende Elektronenmikroskopie häufig eingesetzt [111, 112, 201].

Zunächst wurden zahlreiche Untersuchungen an defektfreiem Material durchgeführt, um die Bildentstehung bei der hochauflösenden Abbildung zu verstehen. Für tetraedrisch-koordinierte Halbleiter wurde von Glaisher [86] gezeigt, daß die meisten Gitterabbildungen mit komplizierten Bildkontrasten durch lineare und nicht-lineare Wechselwirkung der abgebeugten Elektronenwellen entstehen. In Arbeiten z.B. an Si [85, 160, 163] oder an III-V-Halbleitern [84, 97, 161] wurde jedoch gezeigt, daß es Abbildungsbedingungen gibt, in denen die beobachteten Kontraste mit den Atompositionen übereinstimmen. Speziell für InP wurden von Hillebrand und Scheerschmidt [103] anhand von Simulationsrechnungen Abbildungsbedingungen diskutiert, in denen die Kontrastmuster die Struktur des projizierten Potentials wiedergeben. Damit erhält man bei diesen speziellen Werten für Defokus und lokale Probendicke intuitiv interpretierbare Bilder, was insbesondere zur Ermittlung der Polarität in den Hochauflösungsbildern der III-V-Halbleiter wichtig ist.

Während in Halbleitern wie Si (z.B. [118, 160]), Ge (z.B. [36]) und GaAs [81, 196, 197] bisher zahlreiche Beispiele experimenteller Hochauflösungsbilder vorliegen, sind für InP nur wenige Arbeiten zu nennen: Wang et al. [209, 210] zeigten sowohl Bilder in der [100]-Projektion, die mit simulierten Bildern verglichen wurden, als auch Bilder in der [110]-Projektion. In den Aufnahmen von Ourmazd et al. [159, 161] in der [100]-Projektion ist die Identifizierung der beiden Untergitter im InP möglich. Buffat et al. [41] untersuchten hochauflösende Abbildungen von InP und GaAs an gespaltenen Proben, bei denen sich die sauberen Oberflächen und die definierte Probendicke als vorteilhaft erwiesen. Auch Teile der Resultate dieser Arbeit, welche die hochauflösende Abbildung der Versetzungen in der [121]-Projektion betreffen (siehe Abb. 5.2 und 5.7) wurden bereits veröffentlicht [139, 140].

Watanabe et al. [212, 213] untersuchte für verschiedene III-V-Halbleiter, unter anderem auch für InP, welchen Einfluß die Abschirmung der Kristallpotentiale durch die Valenzelektronen auf die Wechselwirkung der abbildenden Elektronen mit der Probe hat. Dazu wurden vergleichende Simulationsrechnungen ausgeführt, in denen sog. Abschirmpotentiale an Stelle der Kristallpotentiale in Blochwellenrechnungen verwendet wurden. Aus dem Vergleich der Simulationsrechnungen mit experimentellen Bildern zeigte sich, daß in

den Kristallen höherer Ionizität, zu denen auch InP gehört, keine Berücksichtigung der Abschirmeffekte erforderlich ist.

Schließlich sind noch drei Arbeiten über InP zu erwähnen, die sich mit der Oxidation von InP beschäftigen. Lu und Smith [137] haben aus dem Vergleich der Oxidbildung im Elektronenmikroskop und der Temperung der Proben außerhalb des Elektronenmikroskops geschlossen, daß die Bildung von In_2O_3 durch eine Verbesserung des Vakuums in der Nähe der Probe deutlich reduziert werden kann. Auch von Williams et al. [216] und Petford-Long et al. [162] wurde hauptsächlich die Bildung von In_2O_3 unter Elektronenbestrahlung beobachtet.

Ziel der meisten hochauflösenden Untersuchungen an Versetzungen ist die Aufklärung der atomaren Struktur der Versetzungskerne. Die Kenntnis der strukturellen Eigenschaften der Versetzungskerne eröffnet ein Verständnis anderer elementarer Eigenschaften von Versetzungen, wie z.B. der Versetzungsbewegung oder auch der elektronischen Zustände von Versetzungen. An dieser Stelle sei auf Übersichtsartikel verwiesen, die sich eingehend mit den Eigenschaften der Versetzungskerne in kristallinen Materialien, insbesondere in Halbleitern, beschäftigen [66, 67]

Bisher wurden theoretisch berechnete Modelle der Versetzungskerne dazu verwendet, um z.B. die elektronischen Zustände in Si zu bestimmen, die durch die Versetzungen in der Bandlücke verursacht werden [45, 131, 146]. Diese strukturellen Modelle der Versetzungskerne beruhen meist auf Minimierung der Gesamtenergie, wobei für die atomaren Bindungen unterschiedliche Wechselwirkungspotentiale angenommen werden können [101, 120]. Auf der Basis dieser Berechnungen ergibt sich für die Kernstruktur von Versetzungen in Si, daß die 30° -Partialversetzung in der Glide-Set-Konfiguration eine niedrigere Energie aufweist als in der Shuffle-Set-Konfiguration (siehe Kap. 2.2.2) [101]. Außerdem wird für die Bindungen im Kern verschiedener Versetzungstypen vorhergesagt, daß eine starke Rekonstruktion der Bindungen vorliegt, wodurch freie Bindungen („dangling-bonds“) vermieden werden [101, 120, 146].

Experimentelle Untersuchungen von Versetzungen mittels der hochauflösenden Elektronenmikroskopie bestätigen teilweise die theoretischen Vorhersagen. So deutet der Vergleich simulierter Hochauflösungsbilder mit experimentellen Aufnahmen in Arbeiten von Anstis et al. [19], von Bourret et al. [32] und von Olsen und Spence [157] darauf hin, daß die 30° -Versetzungen in Si in der Glide-Set-Konfiguration vorliegen. Für diesen Versetzungstyp wurde von Gerthsen et al. [83] in GaAs ebenfalls eine gute Übereinstimmung simulierter und experimenteller Bilder für das Glide-Set-Modell gefunden. Bei ähnlichen Untersuchungen an GaAs von de Cooman et al. [58] an aufgespaltenen Schraubenversetzungen wurde dagegen festgestellt, daß trotz ausgeprägter Unterschiede in den simulierten Bildern des Shuffle-Set- und des Glide-Set-Modells keine signifikanten Merkmale im experimentellen Bild auftreten, die eine Verifizierung eines der beiden Modelle erlauben. Das Fehlen signifikanter Kontrastdetails wird auf verschiedene Ursachen, wie das Auftreten amorpher Schichten auf den Probenoberflächen, Verzerrungskontraste um die Schraubenversetzung und mögliche Kinken entlang der Versetzungslinie zurückgeführt.

Von Kilaas und Gronsky [122] wurde der Einfluß amorpher Schichten auf den Bildkontrast mit Hilfe von Bildsimulationen untersucht. Gerade bei dünnen Proben (< 4 nm) machen

sich amorphe Schichten negativ als Rauschen auf den Bildern bemerkbar, was insbesondere bei Abbildung von Defekten eine erhebliche Rolle spielen kann. Von Anstis et al. [18] wurde für Si ebenfalls durch Bildsimulationen festgestellt, daß erst bei einer bestimmten Dicke der amorphen Schicht im Verhältnis zur Probendicke keine Unterscheidung zwischen Glide-Set- und Shuffle-Set-Modell einer 30° -Partialversetzung möglich ist. Danach ist noch bei einer 2.4 nm dicken amorphen Schicht auf einem 3.8 nm dicken kristallinen Material eine Unterscheidung zwischen den beiden Modellen möglich. Zusätzlich zu den amorphen Schichten können auch Ausscheidungen entlang der Versetzungslinien die Auflösung der Kerne beeinträchtigen. So wurde für Si eine Ansammlung von Sauerstoff-Verunreinigungen in der Nähe der Versetzungskerne beobachtet [34].

Obwohl 60° -Versetzungen im allgemeinen in 30° - und 90° -Partialversetzungen aufgespalten sind, wird in der Literatur auch über hochauflösende Abbildungen an nicht-aufgespaltenen 60° -Versetzungen in Si und in GaAs berichtet [83, 110, 113, 163, 192]. Da es sich in allen Untersuchungen um Proben handelt, die durch Ar-Ionendünnung präpariert worden waren, wurde diese Beobachtung auf einen präparationsinduzierten Effekt zurückgeführt [111]. Von Tanaka et al. [192] wird jedoch darauf hingewiesen, daß auch durch die Elektronenbestrahlung im Elektronenmikroskop eine Verkleinerung der Aufspaltungsweite von 60° -Versetzungen in GaAs beobachtet wurde, so daß es sich möglicherweise doch um einen Elektronenstrahl-induzierten Effekt handelt.

Für die aufgespaltene Form der 60° -Versetzung wird von Gerthsen et al. [83] festgestellt, daß der Kern der 90° -Partialversetzung delokalisiert ist, während die 30° -Partialversetzung durch einen stark lokalisierten Kern charakterisiert ist. Diese Eigenschaft von 60° -Versetzungen wird auch von CdTe [138] berichtet.

Neben den bisher beschriebenen Versetzungen, der aufgespaltenen Schraubenversetzung und der 60° -Versetzung, wurden auch andere Versetzungstypen, z.B. die Lomer-Versetzung, mittels hochauflösender Elektronenmikroskopie untersucht. Dabei konnte anhand der hochauflösenden Abbildung von Bourret et al. [33] ein Strukturmodell für die Lomer-Versetzung in Si entwickelt werden. Auch Dipolversetzungen mit [110]-Linienrichtung [163], sowie Z-Dipole (siehe z. B. [55, 56, 47, 180]) wurden bisher als Gitterabbildung veröffentlicht.

Der Vollständigkeit halber sei noch eine Arbeit über InP erwähnt, welche die Defekte nach der Implantation von Si untersucht [226]. Durch hochauflösende Elektronenmikroskopie an [100]-Proben konnten in die kristalline InP-Matrix eingebettete amorphe Bereiche beobachtet werden, die zum Teil Rekristallisation zeigten.

1.4 Zielsetzung dieser Arbeit

Die bisherigen Untersuchungen an InP und an den übrigen III-V-Halbleitern, die einerseits das plastische Verhalten und andererseits die mikroskopischen Eigenschaften von Versetzungen betreffen, lassen zahlreiche Fragen offen. Die vorliegende Arbeit soll einen Beitrag zum Verständnis der Verformungsmechanismen liefern, die auf mikroskopischer Skala auf der Entstehung und Bewegung von Versetzungen beruhen. Daher steht neben der Analyse der Versetzungsstruktur die detaillierte Untersuchung der Eigenschaften

einzelner Versetzungstypen im Vordergrund. Die Zielsetzung umfaßt folgende Punkte:

1. Entwicklung der Versetzungsstruktur mit zunehmender Verformung

Während die Anfangsstadien der plastischen Verformung von Elementhalbleitern und auch von GaAs ausführlich untersucht wurden, beruhen die Interpretationen der Erholungsbereiche (Bereich III und Bereich V) lediglich auf Studien der Ätzgrübchenverteilungen an den Oberflächen der verformten Proben. Daher wurden in dieser Arbeit auch InP-Proben bis zum Bereich III verformt, um durch die Charakterisierung der Versetzungen die mikroskopischen Mechanismen der Erholung zu verstehen. Aus den InP-Proben, deren plastische Verformung in früheren Stadien abgebrochen wurde, läßt sich zudem die Entwicklung der Defektstruktur mit zunehmender Verformung ermitteln.

2. Bestimmung der Stapelfehlerenergie in undotiertem und Zn-dotiertem InP

Die Stapelfehlerenergie, die von den Bindungsenergien abhängt und somit eine material-spezifische Größe ist, bestimmt maßgeblich die Bewegung von Versetzungen und somit auch die plastischen Eigenschaften. Bisher wurde lediglich eine Messung der Stapelfehlerenergie in undotiertem InP durchgeführt, die von aufgespaltenen Stufenversetzungen bestimmt wurde. Für GaAs gibt es Untersuchungen, die auf einen Einfluß der Dotierung auf die Stapelfehlerenergie hinweisen. Daher wurde in dieser Arbeit der mögliche Einfluß einer Zn-Dotierung auf die Stapelfehlerenergie bzw. die Aufspaltungsweiten der Versetzungen in InP untersucht. Außer der Ermittlung der Stapelfehlerenergie in Zn-dotiertem Material wurde auch der Wert des undotierten Materials aus Messungen der Aufspaltungsweiten zahlreicher unterschiedlicher Versetzungstypen bestimmt.

3. Eigenschaften der Versetzungskerne

Die hochauflösende Elektronenmikroskopie bietet eine Methode zur Untersuchung der Versetzungen auf atomarer Skala. Bisher beschränken sich die hochauflösenden Charakterisierungen auf Versetzungen mit Linienrichtungen parallel zur $\langle 110 \rangle$ -Richtung und wurden zudem hauptsächlich an Si, seltener an GaAs, durchgeführt. Aus den konventionellen Analysen zeigt sich jedoch, daß gerade Stufenversetzungen mit Linienrichtungen entlang der $[121]$ -Richtung die Anfangsstadien der plastischen Verformung dominieren. Außer den hochauflösenden Studien an unterschiedlichen Versetzungstypen in der $\langle 110 \rangle$ -Projektion wurden daher in dieser Arbeit auch Versetzungen mit $\langle 112 \rangle$ -Linienrichtungen untersucht.

Kapitel 2

Experimentelle Techniken

Der experimentelle Teil beschreibt kurz die Verformungsexperimente um dann auf die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) einzugehen. Dabei werden die unterschiedlichen elektronenmikroskopischen Techniken zur Charakterisierung von Versetzungen, konventionelle TEM, Weak-Beam-Technik und hochauflösende TEM, beschrieben. Um ein besseres Verständnis der Analyse der Versetzungen zu ermöglichen, werden auch kurz elementare Eigenschaften von Versetzungen in der Zinkblende-Struktur vorgestellt.

2.1 Verformungsexperimente

Zur Untersuchung der Eigenschaften von Versetzungen wurden InP-Einkristalle bei konstanter Geschwindigkeit plastisch verformt.

Probengeometrie und Präparation: Das Ausgangsmaterial der plastischen Verformungsversuche bestand aus undotierten (Fa. Siemens, Fa. Crismatec) sowie aus Zn-dotierten¹ InP-Einkristallen. Aus dem in $\langle 111 \rangle$ -Richtung gezogenen LEC-Material (Liquid-Encapsulated-Czochralski) wurden quaderförmige Proben mit den Abmessungen $20 \cdot 5 \cdot 5 \text{ mm}^3$ (bzw. $8 \cdot 4 \cdot 4 \text{ mm}^3$ für das Zn-dotierte Material) präpariert. Durch Aufnahme von Röntgenbeugungsbildern nach dem Laue-Verfahren konnten die Verformungsproben so orientiert und anschließend gesägt werden, daß die Längsachse der Quader parallel zur $[3\bar{2}1]$ -Richtung und eine Seitenfläche parallel zur (111) -Ebene ist. Wegen der begrenzten Genauigkeit in der Probenorientierung lassen sich die Achsen der Proben auf etwa 1° festlegen. In der Schemazeichnung der Probengeometrie in Abbildung 2.1 ist die $(1\bar{1}1)$ -Ebene markiert, in der durch die spezielle Wahl der Verformungsachse nach dem Schmid'schen Schubspannungsgesetz [108, 151] in der $[10\bar{1}]$ -Richtung die größte Spannung anliegt (vgl. Tabelle 2.1).

Nach dem Sägen wurden die Probenflächen glatt geschliffen und mit Diamantpaste, zunächst mit einer $3 \mu\text{m}$ - dann mit einer $1 \mu\text{m}$ -Körnung, poliert. Besondere Sorgfalt wurde dabei auf die Planparallelität der Kopfflächen verwandt, um im Verformungsversuch ein gleichmäßiges Aufsetzen der Druckstempel zu bewirken. Um eine räumlich konzentrierte Bildung von Versetzungen während der Verformung zu vermeiden, wurde darauf geachtet, daß insbesondere die Probenkanten kratzerfrei waren.

Verformung: Die plastischen Verformungsexperimente wurden am Institut für Metallphysik der Universität Göttingen durchgeführt. Für die plastische Verformung der Pro-

¹Details der Verformung des Zn-dotierten Materials finden sich bei Völkl et al. [206, 207].

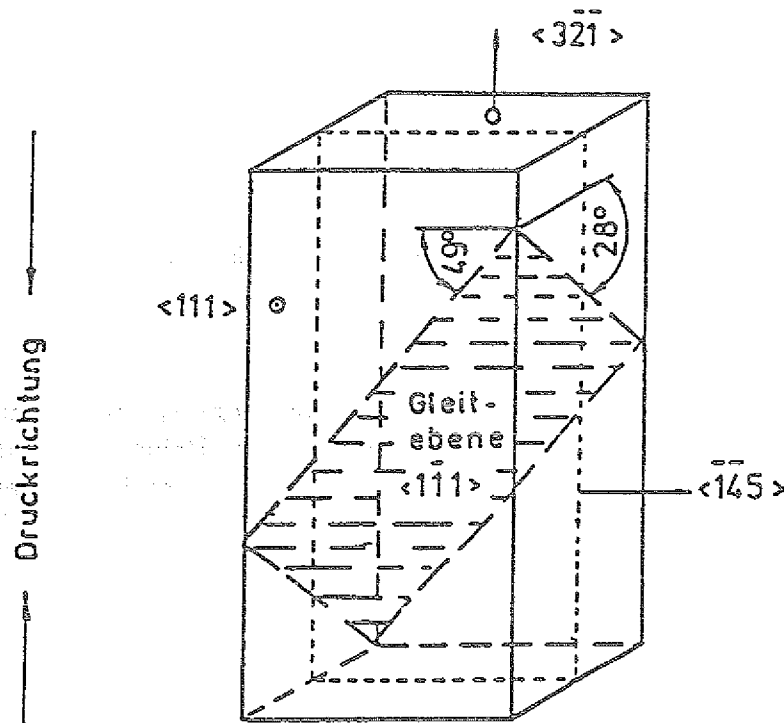


Abbildung 2.1: Probengeometrie der Verformungsproben

ben stand eine Instron-Apparatur zur Verfügung. Die Proben wurden bei 500 °C bzw. 600 °C verformt. Das entspricht einer normierten Temperatur von 0.54 T_m bzw. 0.65 T_m ($T_m=1335$ K Schmelztemperatur). Die Temperatur ließ sich auf 3 K genau regeln. Mit einer Druckmeßdose, die vor jedem Druckversuch kalibriert wurde, wurde die Kraft aufgenommen. Während der Versuche wurden die InP-Proben mit Argon umspült.

2.2 Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Alle elektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden mit zwei Mikroskopen durchgeführt, die mit emissionstarken Lanthanhexaborid (LaB_6) Kathoden ausgestattet sind. Die hochauflösenden Aufnahmen wurden mit dem JEOL 4000EX Elektronenmikroskop bei einer Beschleunigungsspannung von 400 kV aufgenommen. Der Kippwinkelbereich des Doppelkipphalters, ein Top-Entry Halter, ist hier auf $\pm 15^\circ$ beschränkt, so daß in der Praxis nur Aufnahmen in der niedrig indizierten Orientierung entsprechend der gewählten Probennormalen möglich sind. Die konventionelle Charakterisierung der verformten Proben erfolgte mit dem JEOL 2000EX Elektronenmikroskop bei einer Elektronenenergie von 200 keV. Hier erlaubt der Doppelkipphalter eine Verkippung der Proben um $\pm 45^\circ$ und $\pm 60^\circ$ in zwei orthogonalen Richtungen, so daß Untersuchungen in mehreren niedrig indizierten Raumrichtungen erfolgen können.

2.2.1 Probenpräparation

Aus den verformten InP-Einkristallen wurden TEM-Proben unterschiedlicher Orientierung präpariert. Da durch die plastische Verformung entlang der $[3\bar{2}\bar{1}]$ -Richtung zunächst hauptsächlich Versetzungen des Hauptgleitsystems entstehen, wurden die konventionellen Untersuchungen an $(1\bar{1}1)$ -Proben, also an Probenfolien parallel zur Hauptgleitebene, durchgeführt. Voraussetzung für die Charakterisierung von Versetzungen durch hochauflösende TEM ist die Beobachtung der Versetzung entlang ihrer Linienrichtung, die zudem wegen des begrenzten Auflösungsvermögens des Mikroskops eine niedrig indizierte Richtung sein muß. Es wurden daher Proben mit $\langle 110 \rangle$ - und $\langle 112 \rangle$ -Normalen präpariert, die den in diesen Proben häufig auftretenden Linienrichtungen verschiedener Versetzungstypen entsprechen.

Durch Aufnahme von Röntgenbeugungsbildern wurde die gewünschte Probenorientierung eingestellt, um anschließend mit einer Fadensäge (Fa. Well, Typ 3241) Scheiben dieser Orientierung vom verformten Einkristall abzusägen. Hier hat sich wegen der außerordentlich starken Sprödigkeit des Materials eine minimale Scheibendicke von 0.8 mm bei einer Dicke des Diamantdrahtes von 0.17 mm als günstig erwiesen. Aus den Scheiben wurden dann mit einem Ultraschallbohrer (Fa. Gatan, Modell 601) kreisförmige Proben eines Durchmessers von 3 mm herausgebohrt, so daß die durch die TEM-Probenhalter vorgegebene Größe entsteht. Für die nun folgenden Schleif- und Polierprozesse wurden die Proben bei ca. 100 °C mit einem in Aceton löslichen Klebewachs auf einen Metallzylinder aufgeklebt. Mittels eines Schleifhalters (Fa. Gatan, Modell 623) erfolgte dann eine sukzessive Glättung der Oberfläche zunächst auf einer Schleifmaschine mit SiC-Schleifpapier der Körnungen 1200, 2400 und 4000, dann auf einer Poliermaschine mit 1 µm-Diamantpaste. Schließlich entsteht eine kratzerfreie, spiegelnde Probenoberfläche. Nach erneutem Erhitzen des Metallzylinders auf 100 °C wurde die Probe entfernt, in Aceton gereinigt und mit der polierten Seite wieder auf den Zylinder aufgeklebt.

Für die weitere Dünnung der Proben wurden zum einen Proben mit planparallelen Oberflächen, zum anderen jedoch konkav geschliffene Proben, sog. „gedimpelte“ Proben, benötigt. Bei den **planen Proben** erfolgte nach dem Abschleifen auf ca. 100 µm die gleiche Behandlung wie die der ersten Seite, so daß nun beide Seiten der Proben spiegelnd und kratzerfrei sind. Die Proben wurden dann einige Stunden in Aceton gestellt, um eine möglichst schonende Ablösung vom Metallzylinder zu erreichen. Durch nochmaliges Spülen in Aceton und in reinem Alkohol wurden letzte Kleberreste entfernt.

Die konkave Form der **gedimpelten Proben** entstand durch ein Schleifrad (Durchmesser = 1 cm), auf das eine 3 µm Diamantpaste aufgetragen wurde. Das Schleifrad des Muldenschleifgerätes oder sog. Dimplers (Fa. Gatan Modell 656) dreht sich über dem ebenfalls rotierenden Probenteller, so daß eine sphärische Vertiefung in der Probe bis zu einer Restdicke von ca. 50 µm eingeschliffen wurde. Mit einem Polierrad wurde nun zunächst mit 1 µm- und dann mit 0.25 µm-Diamantpaste eine kratzerfreie, spiegelnde Oberfläche erzielt. Nach den Schleif- und Poliergängen wurden die Proben mit Isopropanol gereinigt. Wie bei den planen Proben erfolgte auch hier die Ablösung vom Metallzylinder durch Aceton.

Um elektronentransparente Bereiche zu erhalten, dürfen die Probendicken bei konven-

tionellen Proben 1–2 μm , bei Hochauflösungsproben 30 nm nicht überschreiten. Daher ist eine weitere Dünnung der bisher rein mechanisch behandelten Proben erforderlich. Hier bieten sich zwei prinzipiell unterschiedliche Dünnungsmethoden an, die chemische Dünnung und die Dünnung durch Beschuß mit Ionen:

Chemisches Dünnen:

Für die Dünnung von InP werden in der Literatur zahlreiche Rezepturen angegeben (Übersichtarbeiten: [72, 24]), die je nach Probenorientierung polierende oder auch ätzende Wirkung zeigen. Zwei dieser Ätzlösungen, die $\text{HCl}:\text{HNO}_3$ -Ätze [2, 199] und die $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ -Lösung [2, 178, 199, 200], erwiesen sich als besonders gut geeignet zur Präparation von [100]-, [110]-, und [112]-Proben, da glatte, saubere Oberflächen erzeugt werden. Da die {111} Flächen des InP polar sind, unterscheiden sich die {111} In-Ebenen chemisch von den $\{\bar{1}\bar{1}\bar{1}\}$ P-Ebenen (siehe Abb. 2.2). Daher zeigen diese beiden Oberflächen unterschiedliches Ätzverhalten [80, 208, 199]. Durch $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ wird die P-Seite glatt, während auf der In-Seite Ätzgrübchen erzeugt werden [21]. Ätzen in $\text{HCl}:\text{HNO}_3$ bewirkt auf beiden Flächen die Bildung von Grübchen, die sich jedoch in ihrem Habitus unterscheiden [199, 149, 208]. Dieses asymmetrische Verhalten der P- und In-Oberflächen erlaubt die Festlegung der Polarität aus angeätzten Oberflächen. Wegen ihrer unregelmäßigen Oberflächenstruktur sind chemisch gedünnte {111}-Proben jedoch ungeeignet für elektronenmikroskopische Untersuchungen. Im folgenden werden die beiden chemischen Dünnungsmethoden beschrieben, nach denen die InP-Proben für die hochauflösende TEM präpariert wurden:

1. $\text{HCl}:\text{HNO}_3$ 1:1 (60 °C) ²

Zur Präparation wurden ausschließlich plane Proben verwendet, da die chemische Dünnung der gedimpelten Proben zu steile Lochränder ergibt, so daß nur kleine elektronentransparente Bereiche entstehen. Die frisch angesetzte $\text{HCl}(37\%):\text{HNO}_3(65\%)$ 1:1 Lösung wurde in einem doppelwandigen Glasgefäß auf 60 °C erwärmt. Wenn nur noch schwache Blasenbildung zu beobachten war, wurden die Proben in einem Teflonhalter in die Lösung gesenkt. Durch eine Maske wird gewährleistet, daß nur die mittlere Region einer Probenseite mit der Ätzlösung in Kontakt kommt. Während der Dünnung kann die Probe mit einem Mikroskop in Durchsicht beobachtet werden, so daß eine Lochbildung klar erkennbar ist. Nach ca. 5 min wurde die Probe aus der Lösung genommen, in destilliertem Wasser und reinem Alkohol gründlich gespült und mit der anderen Seite wieder in die Lösung gesenkt. Sobald die Entstehung eines kleinen Loches an rötlich schimmernden Bereichen erkennbar war, wurde die Probe entnommen, und wieder in Wasser und Ethanol gespült. Wegen der hohen Ätzrate — 100 μm werden in etwa 10–15 min abgetragen — ist eine schnelle Entnahme der Probe erforderlich.

Der Vorteil dieser Präparationsmethode ist, daß nur geringe Ansprüche an die Vorbehandlung der Proben gestellt werden. Auch die Dünnung rauherer, mit Kratzern behafteter Oberflächen führt zu guten Ergebnissen. Die einfache Reinigungsprozedur nach der eigentlichen Dünnung führt in der Regel zu saubereren Oberflächen mit

²Die chemische Dünnung in $\text{HCl}:\text{HNO}_3$ wurde in einem Abdünnapparat vorgenommen, der am Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik in Halle (ehemals Institut für Festkörperphysik und Elektronenmikroskopie der Akademie der Wissenschaften) entwickelt wurde (A. Hoepfner, private Mitteilung).

einem sehr dünnen amorphen Belag. Daher ist diese Dünnungsmethode insbesondere für Hochauflösungsproben geeignet.

2. $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ 1% ³

Voraussetzung zur Dünnung der Proben mit 1% $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ sind saubere, kratzerfreie Oberflächen. Außerdem sollte die Dicke der Probe 50 μm nicht überschreiten. Daher wurden hauptsächlich gedimpelte Proben verwendet. Vor der chemischen Dünnung wurden die Proben in Aceton und dann in Methanol, die jeweils bis zum Sieden erhitzt wurden, ca. 10 min gereinigt. Anschließend wurden die Proben auf ein Objektträgerglas mit Wachs so aufgeklebt und bedeckt, daß nur eine kleine Fläche in der Mitte der Probe frei von Wachs war. Da das Klebewachs durch $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ nicht angegriffen wird, bildet die Wachsabdeckung der Probe eine Maske. In frisch angesetzter 1% $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ -Lösung erfolgte dann die Dünnung unter ständigem Rühren für etwa 2 min. Anschließend wurde die Probe ca 20 s in 20% NH_3 -Lösung gespült und dann ca. 20 s in destilliertem Wasser gereinigt. In siedendem Aceton erfolgte die Ablösung vom Objektträger. Vor dem erneuten Aufkleben mit der bisher unbehandelten Seite nach oben wurde die Probe erneut in siedendem Methanol gereinigt. Die nun folgenden Schritte, 15 s Ätzen in $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$, Spülen in NH_3 -Lösung, Reinigen in H_2O und anschließende Kontrolle im Lichtmikroskop, wurden so oft wiederholt, bis ein Loch in der Probe entstanden war. Nach der Ablösung in Aceton wurden die Proben abschließend in Aceton und in Methanol, die wiederum bis zum Siedepunkt erhitzt wurden, gereinigt. Gerade die letzten beiden Reinigungsschritte haben sich als sehr kritisch herausgestellt. Denn einerseits sollen die Wachsrückstände vollständig entfernt werden, andererseits werden die Proben durch den Siedevorgang stark mechanisch beansprucht, was nicht selten zum Ausbrechen dünner Probenbereiche führt. Daher wurde in der Regel auf die oben beschriebene Dünnung durch $\text{HCl}:\text{HNO}_3$ zurückgegriffen.

Für die Nachdünnung bereits präparierter Proben ist die chemische Abtragung durch $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ jedoch bestens geeignet. Denn sowohl das Ansetzen der Lösung wie auch die Durchführung der Dünnung kann unproblematisch und schnell erfolgen. Auch die geringe Ätzrate, die sich zudem durch Verringerung des Br_2 -Gehaltes leicht erniedrigen läßt, macht die Abtragung von dünnen Oberflächenschichten möglich. Natürlich läßt sich dieser Prozeß nicht beliebig oft an einer Probe wiederholen, da jede Nachdünnung zu einer Vergrößerung des Keilwinkels und damit zu einer Verringerung der elektronentransparenten Bereiche führt. Zur Nachdünnung wurden die Proben für ca. 20 s mit einer Pinzette in die frisch angesetzte 0.5% $\text{Br}_2:\text{CH}_3\text{OH}$ -Lösung gehalten. Anschließend erfolgte eine Spülung in NH_3 -Lösung und Reinigung in H_2O und Ethanol. Um die erneute Bildung von Oxidschichten zu vermeiden, wurde die Probe direkt in das Transmissionselektronenmikroskop eingebaut.

Zur Verbesserung der Oberflächenqualität vor der chemischen Dünnung wurde eine chemische Reinigung in $\text{H}_2\text{SO}_4:\text{H}_2\text{O}_2:\text{H}_2\text{O}$ -Lösung ausprobiert, die nur die Oxidschichten und Verunreinigungen entfernt, das InP jedoch wenig angreift [1, 156]. Nach einigen Versuchen mit unterschiedlichen Zusammensetzungen konnte jedoch nur eine Aufräuhung der

³Die angewandte Dünnungsprozedur geht auf A. Ourmazd und M. Bode (private Mitteilung) zurück.

Oberflächen beobachtet werden, so daß von weiterer Anwendung dieser Reinigungsmethode abgesehen wurde.

Dünnen durch Ionenbeschuß:

Die chemisch gedünnten Proben zeichnen sich in der Regel durch sehr dünne amorphe Oberflächenschichten aus und sind daher für die hochauflösende Transmissionselektronenmikroskopie besonders gut geeignet. Wegen der schlechten Probenqualität chemisch gedünnter {111}-Proben wurde für diese Probenorientierungen auf die Dünnung durch Ionenbeschuß zurückgegriffen. Da bei der Dünnung durch Argon-Ionen, die standardmäßig zur Präparation von Si, Ge, GaAs, usw. eingesetzt werden, In-Inseln auf InP-Proben zurückbleiben, wurde die von Chew und Cullis [46, 63] vorgeschlagene Dünnung durch Iod-Ionen angewandt. Die I^+ -Ionen bewirken im Gegensatz zu den Ar^+ -Ionen neben der mechanischen Abtragung eine chemische Reaktion mit In, die zur Bildung flüchtiger In-I-Verbindungen führt [63]. Dadurch wird die Bildung von In-Inseln auf den Probenoberflächen vermieden. Während der Dünnung in einer Ionenmühle (Fa. Gatan, Modell 600), die speziell für die Dünnung mit I^+ umgerüstet werden kann, wurden die Proben mit flüssigem Stickstoff gekühlt. Es hat sich nach der systematischen Variation der möglichen Parameter herausgestellt, daß bei einer Beschleunigungsspannung von 4 kV, einem Einfallswinkel von 12° und einem Strahlstrom von 0.1 mA die besten Oberflächenqualitäten erreicht werden. Vor jedem Dünnvorgang wurden die Ionenkanonen neu justiert, so daß die Ionen genau das Zentrum der Probe treffen. Schlecht justierte Strahlen machen sich empfindlich in der Probenqualität bemerkbar, d.h. das abgetragene Material und andere Verunreinigungen z.B. des Probenhalters werden auf der Probenoberfläche abgelagert. Nach dem Dünnen wurde darauf geachtet den Iod-Zufluß sofort abzustellen, da sich sonst Iod auf den Proben niederschlägt. Auch nach dem Aufwärmen sollte die Probe länger (mindestens 1 h) in der Ionendünnungsanlage verweilen, da evtl. auftretende Iodreste auf der Probe abgepumpt werden.

Neben der Dünnung allein mit I^+ -Ionen ist auch eine Vordünnung mit Ar^+ mit anschließender Nachdünnung (5 min) durch I^+ möglich. Hier hat sich jedoch gezeigt, daß die durch Ar^+ entstandenen Schäden nie ganz entfernt werden.

Eine weitere Möglichkeit InP Proben zu präparieren besteht in der CAIBE-Technik, dem "Chemically Assisted Ion Beam Etching" [3]. Hier wird die eigentliche Dünnung der InP Proben durch mechanische Abtragung durch Ar^+ -Ionen vorgenommen, während ein feiner, gasförmiger I_2 -Strahl für die chemische Abtragung der In-Atome sorgt. Die nach diesem Verfahren in einer Ionendünnungsanlage (Fa. Gatan) präparierten Proben zeigten ebenfalls keine Bildung von In-Inseln.

Zusammenfassend läßt sich sagen:

1. Die Proben für die hochauflösende TEM wurden nach der mechanischen Behandlung durch $HCl:HNO_3$ 1:1 chemisch gedünnt. Als Nachdünnung bei mehrmaliger Verwendung der Probe wurde die chemische Dünnung in $Br_2:CH_3OH$ vor jeder Mikroskopsitzung angewendet.
2. Bei den Proben für die konventionellen Untersuchungen bestand der letzte Dünnungsschritt im Beschuß mit Iod-Ionen. Diese Methode ist auch zur eventuell nötigen Nachdünnung bei mehrmaliger Benutzung der gleichen Probe geeignet.

2.2.2 Charakterisierung der Versetzungen

InP kristallisiert in der Zinkblende-Struktur (ZnS), die aus zwei um ein Viertel der Raumdiagonalen verschobenen kubisch-flächenzentrierten Gittern besteht. Wie in Abbildung 2.2 dargestellt, ist jedes dieser kubisch-flächenzentrierten Gitter von je einer Atomsorte, In und P, besetzt. Da die elastische Verzerrungsenergie einer Versetzung

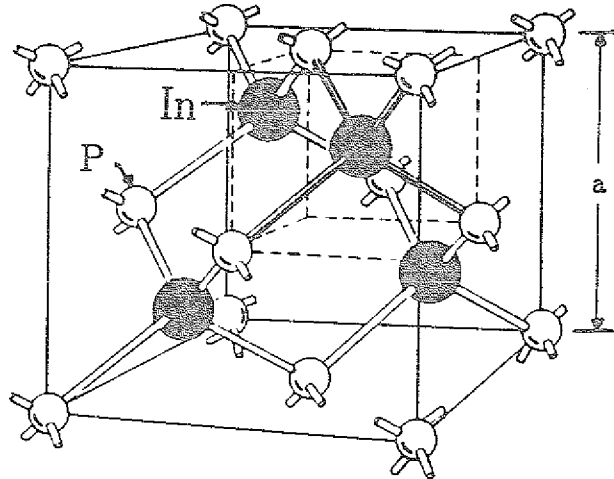


Abbildung 2.2: Kubische InP-Einheitszelle

proportional zum Quadrat des Burgersvektors ist [107, 108], treten in InP hauptsächlich Versetzungen mit Burgersvektoren \mathbf{b} vom Typ $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ auf, die den kürzesten Translationsgittervektoren der ZnS-Struktur entsprechen. Eine weitere charakteristische Größe zur Beschreibung einer Versetzung ist ihre Linienrichtung \mathbf{u} , die häufig aus energetischen Gründen entlang niedrig indizierter kristallographischer Richtungen verläuft. Der Winkel Θ , den Burgersvektor \mathbf{b} und Linienrichtung \mathbf{u} einschließen, definiert die unterschiedlichen Versetzungstypen, wie z.B. 0° - (Schrauben-) Versetzung, 60° -Versetzung oder 90° - (Stufen-) Versetzung. Ist die von \mathbf{b} und \mathbf{u} aufgespannte Ebene eine der vier $\{111\}$ -Ebenen, so ist die Versetzung in dieser Ebene beweglich, da Versetzungen nur auf dichtest gepackten Gitterebenen gleiten, die in der InP-Struktur die $\{111\}$ -Ebenen sind. Alle Versetzungen, die durch Gleitprozesse entstanden sind, gehören einem der 12 möglichen Gleitsysteme (siehe Tab. 2.1) z.B. $(111)[\bar{1}\bar{1}0]$ an, d.h. die Versetzung mit dem Burgersvektor $\frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$ liegt in der (111) -Ebene.

Die bisher beschriebenen Eigenschaften der Versetzungen berücksichtigen nicht die Besetzung der beiden kfz-Gitter mit unterschiedlichen Atomsorten. In Abbildung 2.3a, in der das InP-Gitter in der (110) -Projektion dargestellt ist, sind die beiden Atomsorten unterschiedlich gekennzeichnet, so daß die Doppelstruktur der $\{111\}$ -Ebenen aus je einer In- und einer P-Ebene zu erkennen ist. Man kann nun zwei Typen von Versetzungen unterscheiden, α - und β - Versetzungen, die aufgrund ihrer Kernstrukturen unterschiedliche Eigenschaften z.B. in ihrer Beweglichkeit haben. Durch Entfernen der angedeuteten Abschnitte 1234 bzw. 1564 in Abbildung 2.3a entsteht eine α -Versetzung, die damit durch

Gleitsystem	Schmidfaktor	Gleitebene
$(\bar{1}\bar{1}1)[10\bar{1}]$	0.47	Hauptgleitebene
$(\bar{1}\bar{1}1)[110]$	0.12	
$(\bar{1}\bar{1}1)[0\bar{1}\bar{1}]$	0.35	
$(111)[10\bar{1}]$	0	Quergleitebene
$(111)[1\bar{1}0]$	0	
$(111)[01\bar{1}]$	0	
$(1\bar{1}\bar{1})[0\bar{1}\bar{1}]$	0.18	unerwartete Gleitebene
$(1\bar{1}\bar{1})[101]$	0.35	
$(1\bar{1}\bar{1})[110]$	0.18	
$(11\bar{1})[011]$	0.07	konjugierte Gleitebene
$(11\bar{1})[1\bar{1}0]$	0.29	
$(11\bar{1})[101]$	0.12	

Tabelle 2.1: Gleitsysteme in InP

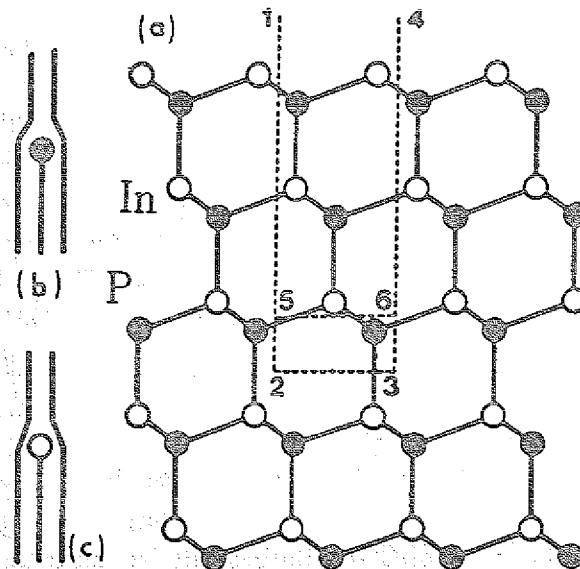


Abbildung 2.3: Definition der α -Versetzung in der (110)-Projektion. Durch Entfernen des Ausschnitts 1564 entsteht die P-Glide-Set-Versetzung (b), durch Entfernen des Ausschnitts 1234 wird die In-Shuffle-Set-Versetzung gebildet.

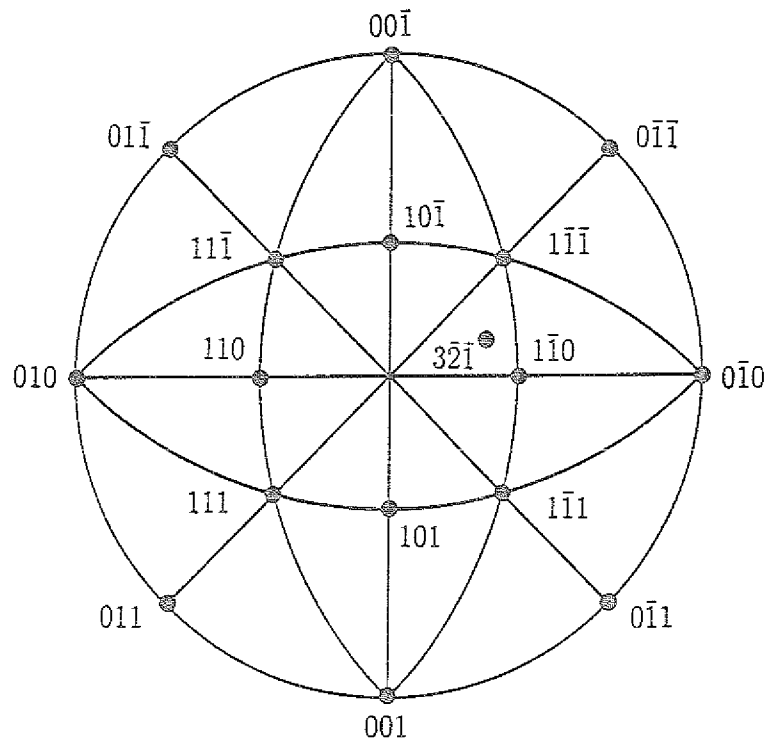


Abbildung 2.4: Stereographische Projektion des $[100]$ -Pols mit den vier Gleitebenen und der Ausgangsorientierung der Probenachse

eine von der P-Seite eingeschobenen Netzebene gekennzeichnet ist. Die β -Versetzung ist genau umgekehrt definiert und besteht somit aus einer von der In-Seite eingeschobenen Netzebene [13, 14]. Für beide Typen existieren prinzipiell wiederum zwei mögliche Kernmodelle, das Glide-Set- und das Shuffle-Set-Modell. Die P-Glide-Set-Konfiguration erhält man durch Entfernen des Ausschnitts 1564 (Abb. 2.3), wobei die Versetzung zwischen dicht benachbarten $\{111\}$ -Doppelebenen mit einer Reihe von P-Atomen endet. Wird dagegen der Ausschnitt 1234 herausgeschnitten, so liegt die Versetzung im In-Shuffle-Set-Modell vor, in dem die eingeschobene Ebene zwischen den Doppelebenen mit einer Reihe von In-Atomen endet.

Durch die plastische Verformung entlang der $[3\bar{2}\bar{1}]$ -Richtung sind die Spannungen, die in den verschiedenen Gleitsystemen auftreten, unterschiedlich groß. Die Spannung τ in einem Gleitsystem ergibt sich aus der außen angelegten Spannung σ durch Multiplikation mit dem Schmidfaktor [107, 108] (vgl. Fußnote Seite 10). Aus Tabelle 2.1 ist ersichtlich, daß das Gleitsystem $(1\bar{1}\bar{1})[10\bar{1}]$ den größten Schmidfaktor hat und daher das Hauptgleitsystem ist. In der stereografischen Projektion (Abb. 2.4) sind Druckachse, Gleitebenen und Gleitrichtungen eingetragen. Während der Verformung bewegt sich die Druckachse auf dem Großkreis durch $[1\bar{1}\bar{1}]$ und $[10\bar{1}]$ auf die $[1\bar{1}\bar{1}]$ -Richtung zu, so daß beim Überschreiten der Symmetralen $[010]$ - $[0\bar{1}0]$ der Schmidfaktor des unerwarteten Gleitsystems $(1\bar{1}\bar{1})[101]$ größer als der des Hauptgleitsystems wird. Die Bezeichnungen der Gleitebenen stammen aus Beschreibungen von Zugversuchen und wurden aus historischen Gründen auch für Druckversuche übernommen.

Im folgenden wird beschrieben, wie die experimentelle Charakterisierung der Versetzungen durchgeführt wurde.

Burgersvektoranalyse: Zur Untersuchung der Burgersvektoren wurden Bilder mit unterschiedlichen $\{220\}$ -, $\{111\}$ -, $\{112\}$ -, $\{113\}$ - und $\{004\}$ -Reflexen im dynamischen Zweistrahlfall aufgenommen. Dabei wurde bei kleinen positiven Anregungsfehlern gearbeitet, da bedingt durch die Verkleinerung der anormalen Absorption eine höhere Transmission erreicht wird [166]. Zur Bestimmung des Burgersvektors nutzt man aus, daß die Netzebenen, die den Burgersvektor der Versetzungen enthalten, nicht oder nur wenig gekrümmt sind. Dadurch verschwindet der Kontrast der Versetzung bei Abbildung mit $g \cdot b = 0$ [68, 106]. Durch zwei solcher „Auslöschungsbedingungen“ ist der Burgersvektor also eindeutig zu bestimmen. Die Analyse der Burgersvektoren erfolgte nur an $(1\bar{1}\bar{1})$ -Proben. Durch die großen Kippbereiche war es möglich, die Probe so weit entlang der (220) -Kikuchi-Bänder zu verkippen [68, 106], daß die $[110]$ -Pole parallel zum Elektronenstrahl sind. Damit stehen neben den Reflexen des $[1\bar{1}\bar{1}]$ -Poles die Reflexe des $[101]$ -, des $[1\bar{1}0]$ - und des $[01\bar{1}]$ -Poles zur Verfügung, so daß alle möglichen $\{220\}$ - sowie $\{111\}$ -Reflexe zur Abbildung herangezogen werden können. Dadurch konnten für jede Versetzung mit Burgersvektor $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ mindestens zwei Auslöschungsbedingungen eingestellt werden.

Analyse der Linienrichtung: Die Bestimmung der Linienrichtungen gerader oder nur leicht gekrümmter Versetzungen erfolgte durch Großwinkelkipperimente. In drei verschiedenen Probenorientierungen wurde der Winkel zwischen einer Raumrichtung z.B. der Kippachse und der Versetzungslinie gemessen. Aus den drei Projektionen läßt sich die Linienrichtung dann eindeutig mit Hilfe stereografischer Projektionen bestimmen [100].

Bestimmung der Versetzungsdichte: Die Versetzungsdichte ist als die Gesamtlänge aller Versetzungen pro Volumen definiert. Zur Ermittlung der Versetzungsdichte wurden zwei Methoden angewandt. Bei relativ niedrigen Versetzungsdichten ($\leq 10^8 \text{ cm}^{-2}$) erfolgte ihre Bestimmung durch die Messung der Gesamtversetzungslänge in einem hinreichend großen Volumen (mindestens $5 \mu\text{m}^3$). Da diese Methode nur bei Proben angewandt wurde, in denen fast alle Versetzungen parallel zur Probenoberfläche verliefen, ist keine Korrektur bedingt durch die Messung projizierter Versetzungslängen erforderlich. Da bei hohen Versetzungsdichten wegen der Überlagerung der Kontraste keine Messung der Versetzungslänge möglich ist, wurde hier die „Zufallslinienmethode“ [96] in einer Modifizierung nach [182] angewendet. Die Versetzungsdichte ergibt sich durch die Anzahl der Schnittpunkte N der Versetzungen mit einem Kreis des Radius r , der willkürlich in die elektronenmikroskopische Aufnahme gelegt wird. Nach Multiplikation mit einem Faktor $\frac{4}{\pi}$, der die zufällige Anordnung der Versetzungen in der Folie berücksichtigt, ergibt sich für die Versetzungsdichte:

$$\rho = \frac{2 \cdot N}{\pi \cdot r \cdot t} \quad (2.1)$$

Die lokale Probendicke t wurde für beide Methoden an Hand der auftretenden Extinktionskonturen im idealen Bragg-Fall (Anregungsfehler $s = 0$) bestimmt. Da der Verlauf der Dickenkonturen stark von der exakten Orientierung der Probe abhängt, ist diese Abschätzung mit Fehlern behaftet. Eine weitere Begrenzung in der Genauigkeit der Angabe der Versetzungsdichte ist die lokal inhomogene Verteilung der Versetzungen. Daher

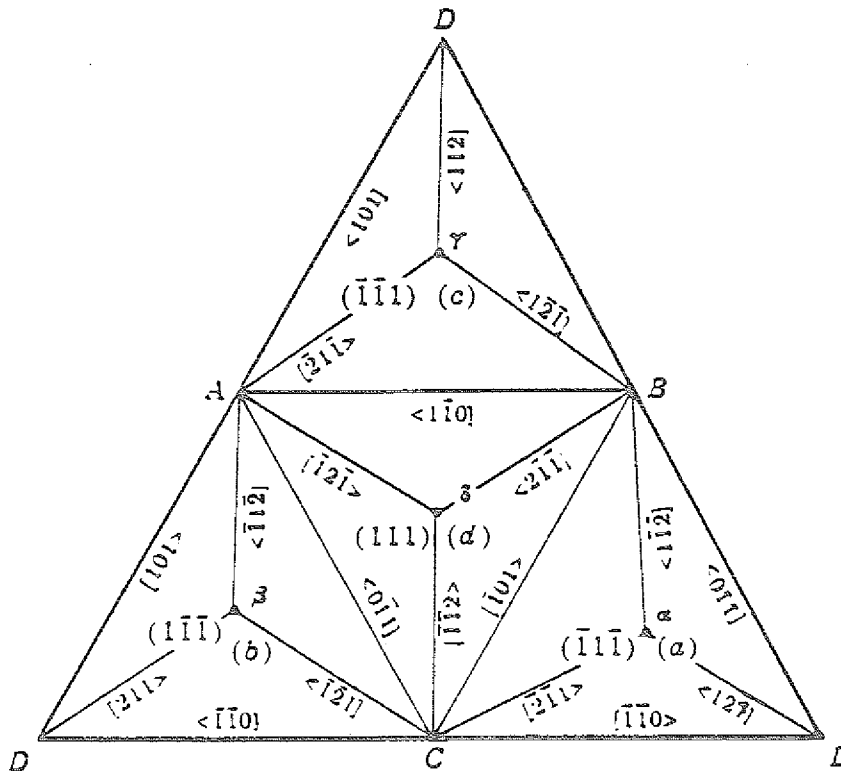


Abbildung 2.5: Thompson-Tetraeder, aufgeklappt an Ecke D

kann die Versetzungsdichte nur bis auf einen Faktor 2 genau angegeben werden. Da jedoch nur die Größenordnung der Versetzungsdichte von Interesse ist, ist diese Meßunsicherheit tolerierbar.

2.2.3 Untersuchung der Aufspaltungsweiten

Vollständige Versetzungen, deren Burgersvektor ein Translationsvektor des Gitters ist, können ihre elastische Verzerrungsenergie durch Aufspaltung in Partialversetzungen minimieren. Da die Burgersvektoren der Partialversetzungen keine Translationsvektoren des Gitters sind, begrenzen Partialversetzungen immer einen intrinsischen oder extrinsischen Stapelfehler [107]. Die Größe der Aufspaltungsweite im Gleichgewicht hängt von der Stapelfehlerenergie des jeweiligen Materials ab. Die Dissoziation einer Versetzung mit Gesamt-Burgersvektor $\mathbf{b} = \frac{a}{2}[10\bar{1}]$ in Shockley-Partialversetzungen kann durch folgende Vektorgleichung beschrieben werden:

$$\frac{a}{2}[10\bar{1}] = \frac{a}{6}[1\bar{1}\bar{2}] + \frac{a}{6}[21\bar{1}] \quad (2.2)$$

Mit Hilfe des Thomson-Tetraeders, das in Abbildung 2.5 aufgeklappt dargestellt ist, lassen sich mögliche Versetzungsreaktionen einfach ablesen. Die Kanten des Tetraeders beschreiben die $\langle 110 \rangle$ -Richtungen, die Flächen stellen die $\{111\}$ -Ebenen dar. Der $[10\bar{1}]$ -

Burgersvektor, welcher der Strecke BC entspricht, kann demnach in Partialversetzungen der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Ebene oder der (111) -Ebene aufspalten.

Die Dissoziation von Versetzungen in Partialversetzungen wurde mittels der von Cockayne und Ray [51, 50, 49] entwickelten Weak-Beam-Dunkelfeld-Technik analysiert. Die Kontrastbreite einer Versetzung hängt stark von der Verkipfung der Probe aus der exakten Bragg-Lage ab. So beträgt im dynamischen Zweistrahlfall die Kontrasthalbwertsbreite etwa $\xi_g/3$, wobei für InP beispielsweise die Extinktionslänge ξ des Abbildungsvektors $\mathbf{g} = (220)$ $\xi_{(220)} = 66$ nm beträgt (Beschleunigungsspannung: 200 kV). Durch starke Verkipfung entlang einer systematischen Reihe von Reflexen $H \cdot \mathbf{g}$ entsteht eine Weak-Beam-Aufnahme, in der die Kontrastbreiten der Versetzungen klein werden, so daß auch nah benachbarte Versetzungen noch getrennt aufgelöst werden können. Gilt für den Anregungsfehler

$$|\mathbf{s}| \geq 0.2 \text{ nm}^{-1}, \quad (2.3)$$

so reduziert sich die Kontrastbreite der Versetzungen auf Werte kleiner als 1.5 nm [50]. Die Position der Kontraste entspricht jedoch nicht der Position der Versetzungskerne und muß daher mit der Weak-Beam-Formel [51] korrigiert werden:

$$\Delta = \sqrt{\Delta_{mess}^2 - \frac{4}{ab} + \frac{(b-a)}{ab}} \quad (2.4)$$

$$a = -s_g / \left[\frac{\mathbf{g}}{2\pi} \cdot \left(\mathbf{b}_1^p + \frac{\mathbf{b}_{1e}^p}{2(1-\nu)} \right) \right] \quad (2.5)$$

$$b = -s_g / \left[\frac{\mathbf{g}}{2\pi} \cdot \left(\mathbf{b}_2^p + \frac{\mathbf{b}_{2e}^p}{2(1-\nu)} \right) \right] \quad (2.6)$$

Die korrigierte Aufspaltungsweite Δ (Δ_{mess} = gemessene Aufspaltungsweite) hängt sowohl vom Anregungsfehler s_g als auch vom Abbildungsvektor \mathbf{g} ab. Andererseits wird die Korrektur durch die Anordnung der Partial-Burgersvektoren \mathbf{b}_1^p und \mathbf{b}_2^p sowie deren Stufenkomponenten \mathbf{b}_{1e}^p und \mathbf{b}_{2e}^p bestimmt. Im allgemeinen ist jedoch die Zuordnung des jeweiligen Partial-Burgersvektors zu einer der beiden Partialversetzungen nicht möglich, so daß dies im letzten Term der Korrekturformel 2.4 zu einer Unsicherheit führt. Damit erhält man aus der Korrekturformel zwei Lösungen Δ_1 und Δ_2 für den Abstand der Versetzungen. Daraus ergibt sich eine zusätzliche Unsicherheit in der Aufspaltungsweite von $\pm(\Delta_1 - \Delta_2)/2$. Nur in den Spezialfällen der Schrauben- und Stufenversetzungen ergibt sich wegen der gleichen Werte von a und b keine Abhängigkeit von der Geometrie der Versetzungstypen.

Ist die oben angegebene Bedingung 2.3 für den Anregungsfehler erfüllt, so läßt sich der Abstand der Versetzungskerne Δ gemäß 2.4 bis auf eine Unsicherheit von ± 0.7 nm angeben. Eine neuere Veröffentlichung [136] zeigt, daß bei Mittelung mehrerer Meßwerte entlang einer Versetzungslinie auch bei kleinerem Anregungsfehler

$$|\mathbf{s}_g| \geq 0.07 \text{ nm}^{-1} \quad (2.7)$$

eine maximale Unsicherheit der Aufspaltungsweitenmessung von ± 0.7 nm erreicht werden kann.

Zur experimentellen Ermittlung der Aufspaltungsweiten wurden Versetzungen ausgewählt, die folgende Bedingungen erfüllen:

1. Beobachtung der Versetzung in hinreichend dünnen Probenregionen, so daß eine Weak-Beam-Abbildung bei großem Anregungsfehler möglich ist.
2. Keine starke Krümmung der Versetzungslinie, so daß die Aufspaltungsweite wiederholt entlang der Versetzungslinie bei gleichbleibendem Versetzungstyp, d.h. konstantem Winkel zwischen Burgersvektor und Linienrichtung, gemessen werden kann.
3. Großer Abstand zu benachbarten Versetzungen (≥ 200 nm), um mögliche Einflüsse der Verzerrungsfelder auf die Gleichgewichtsaufspaltungsweite zu minimieren.

Zur Abbildung der Partialversetzungen wurde der Abbildungsvektor $\mathbf{g} = \langle 220 \rangle$ gewählt, der parallel zum Burgersvektor \mathbf{b} ist, so daß $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$ beträgt. Die Richtung des Burgersvektors wurde an Hand der Doppelkontraste im Hellfeldbild ermittelt, die bei der Abbildungsbedingung $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 2$, $s = 0$ auftreten. Die Bestimmung der Aufspaltungsweite erfolgte unter Beachtung der Bedingung (2.7) für den Anregungsfehler, so daß eine Abbildungsbedingung $\mathbf{g}/H \cdot \mathbf{g}$ mit $H \geq 5$ gewählt wurde (vgl. Tabelle 2.2). Dabei wurde speziell darauf geachtet, daß außer dem H -ten Reflex kein anderer Reflex stark angeregt war. Um die Aufspaltungsweite möglichst exakt zu ermitteln, wurde eine Kali-

Anregungsfehler $s_{(220)}$	Anregungsparameter H
-0.146 nm^{-1}	4
-0.175 nm^{-1}	5
-0.201 nm^{-1}	6

Tabelle 2.2: Werte des Anregungsfehlers bei unterschiedlichen Abbildungsbedingungen mit $\mathbf{g} = (220)$ bei 200kV

brierung der Mikroskopvergrößerung vorgenommen (siehe Anhang B). Dadurch beträgt der Fehler bei einer 100 000-fachen Vergrößerung etwa 0.5% und ist somit gegenüber den anderen Unsicherheiten vernachlässigbar. Der Wert der Aufspaltungsweite wurde aus mindestens 5 Meßwerten an unterschiedlichen Stellen entlang der Versetzungslinie gemittelt. Der Meßfehler, der sich aus der Ablesegenauigkeit der Meßlupe ergibt, schwankt je nach Vergrößerung zwischen $f(\Delta_{mess}) \approx 0.2 - 0.6$ nm. Damit setzt sich der Gesamtfehler $f(\Delta)$ in der Bestimmung der Aufspaltungsweiten aus drei Anteilen zusammen, der Meßunsicherheit $f(\Delta_{mess})$, der generellen Unsicherheit der Weak-Beam-Methode von ± 0.7 nm und der Unsicherheit der Korrekturformel 2.4 von $\pm(\Delta_1 - \Delta_2)/2$:

$$f(\Delta) = \pm \{ f(\Delta_{mess}) + 0.7 \text{ nm} + (\Delta_1 - \Delta_2)/2 \} \quad (2.8)$$

Zusätzlich zur Abbildung der Partialversetzungen wurden Weak-Beam-Aufnahmen mit $\mathbf{g} = (111)$, $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ gemacht, bei denen der Kontrast der Versetzungen verschwindet, der

eingeschlossene Stapelfehler jedoch hell abgebildet wird. Insbesondere bei Abbildungen von Versetzungsdipolen ist dadurch eine eindeutige Identifizierung der Partialversetzungen einer aufgespaltenen Versetzung möglich.

2.2.4 Kontrastentstehung bei der hochauflösenden TEM

Ziel der hochauflösenden TEM ist im allgemeinen die Bestimmung von Atompositionen im Festkörper. Vor allem hinsichtlich der Charakterisierung von Versetzungen ist die genaue Kenntnis der atomaren Positionen notwendig, weil dadurch die Bestimmung atomarer Modelle des Versetzungskerns wie z.B. Shuffle-Set- oder Glide-Set-Modelle (siehe Kap. 2.2.2) ermöglicht wird. In der Regel gibt eine hochauflösende Abbildung, die ein Interferenzmuster von Elektronenwellen darstellt, jedoch nicht die projizierte atomare Struktur wieder. Der beobachtete Kontrast hängt neben den Mikroskop-Parametern, auf die im folgenden Abschnitt näher eingegangen wird, von der lokalen Proben Dicke und der Brennweite der Objektivlinse ab. Daher sind zur Interpretation der Hochauflösungsbilder Bildsimulationen erforderlich (Kapitel 4), die durch den Vergleich von berechnetem und experimentellem Bildkontrast die Bestimmung der atomaren Struktur erlauben. In der Regel ist eine eindeutige Festlegung atomarer Positionen nur durch mehrere Bilder möglich, die von der gleichen Probenstelle bei unterschiedlicher Defokussierung der Objektivlinse aufgenommen werden (im folgenden als Defokusserie bezeichnet, siehe auch Anhang D). Aber auch ohne die Kenntnis der exakten Atompositionen können Aussagen über die Eigenschaften von Versetzungen gemacht werden, die z.B. die Ausdehnung der Verzerrungsfelder um die Versetzungskerne, die Aufspaltungsweite dissoziierter Versetzungen oder die Lokalisierung der Versetzungskerne betreffen.

Bildsimulationen stellen einen unverzichtbaren Bestandteil der elektronenmikroskopischen Bestimmung atomarer Strukturen dar. Dazu werden im folgenden Abschnitt die grundlegenden Ideen der Kontrastentstehung vorgestellt. Die praktische Ausführung der Simulationsrechnungen erfolgte mit dem EMS-Programmpaket, das im Anhang C beschrieben wird. Einzelheiten der praktischen Durchführungen der hochauflösenden TEM wie z.B. die Justage oder die Aufnahme von Defokusserien werden ebenfalls im Anhang D beschrieben.

Die Bildentstehung kann durch zwei unterschiedliche Schritte beschrieben werden:

1. Wechselwirkung der Elektronen mit der Probe: Eine einfallende Elektronenwelle $\Psi_0(\mathbf{r})$ (\mathbf{r} = Ortsvektor) wird dynamisch an der zu untersuchenden Probe gebeugt, so daß man an der Unterseite der Probe eine Austrittswellenfunktion $\Psi_e(\mathbf{r})$ erhält.
2. Abbildung durch das Mikroskop: Durch die Übertragungseigenschaften des Mikroskops wird die Austrittswellenfunktion $\Psi_e(\mathbf{r})$ zu einer Wellenfunktion in der Bildebene $\Psi(\mathbf{r})$ modifiziert. Das Produkt der Wellenfunktion und ihrem konjugiert-komplexen ergibt die Bildintensität $I(\mathbf{r}) = \Psi(\mathbf{r})\Psi^*(\mathbf{r})$, die der beobachteten Größe entspricht.

Berechnung der Austrittswellenfunktion

Der erste Schritt der Bildsimulation besteht in der Berechnung der Austrittswellenfunktion an der Unterseite der Probe. Hierfür stehen zwei unterschiedliche Methoden zur Verfügung:

1. Das **Blochwellenverfahren** [27, 109] geht von der Lösung der relativistisch korrigierten Schrödingergleichung für die Wellenfunktion $\Psi(\mathbf{r})$ im Kristallpotential $V(\mathbf{r})$ aus:

$$\nabla^2 \Psi(\mathbf{r}) + \frac{2me}{\hbar^2} [E^* + V(\mathbf{r})] \Psi(\mathbf{r}) = 0, \quad (2.9)$$

wobei m die Elektronenmasse, E^* die Energie und e die Elementarladung bedeuten. Ein periodisches Kristallpotential läßt sich mittels der reziproken Gittervektoren \mathbf{h} als Fourierreihe entwickeln:

$$V(\mathbf{r}) = \sum_{\mathbf{h}} V_{\mathbf{h}} e^{2\pi i \mathbf{h} \cdot \mathbf{r}}. \quad (2.10)$$

Die Koeffizienten $V_{\mathbf{h}}$ sind proportional zu den Strukturfaktoren $F_{\mathbf{h}}$, $V_{\mathbf{h}} \sim F_{\mathbf{h}}^T$, die durch den temperaturabhängigen Debye-Waller-Faktor M korrigiert werden müssen: $F_{\mathbf{h}}^T = F_{\mathbf{h}} \exp(-M g^2/4)$. Diese Korrektur berücksichtigt die thermischen Bewegungen der Atome, wobei die Werte für den Debye-Waller-Faktor M in Tabellen nachgeschlagen werden können [95].

Die Schrödinger-Gleichung im periodischen Potential wird durch einen Blochwellenansatz gelöst, bei dem angenommen wird, daß die Wellenfunktion $\Psi(\mathbf{r})$ ebenfalls periodisch ist. Die allgemeine Lösung ist dann eine Superposition von Blochwellen mit verschiedenen Wellenvektoren $\mathbf{k}^{(j)}$ und den Blochwellenkoeffizienten $C_g^{(j)}$:

$$\Psi(\mathbf{r}) = \sum_j C_0^{(j)} \sum_g C_g^{(j)} \exp \left[2\pi i (\mathbf{k}^{(j)} + \mathbf{g}) \cdot \mathbf{r} \right]. \quad (2.11)$$

Durch Einsetzen des Blochwellenansatzes in die Schrödingergleichung erhält man ein Gleichungssystem für die Blochwellenkoeffizienten $C_g^{(j)}$, das exakt gelöst werden kann, wenn unendlich viele Blochwellen einbezogen werden. In der Praxis konvergiert die Lösung für InP ((110)-Orientierung, Dicke: 25 nm) bei Einbeziehung von 200 Blochwellen.

2. Im **Multi-Slice-Verfahren** [62, 116, 117] wird die Wechselwirkung zwischen Probe und einfallender Elektronenwelle dadurch beschrieben, daß die Phase der Welle abrupt an einer Beugungsebene geändert wird, von der aus sich dann die modifizierte Wellenfunktion weiter ausbreitet. Durch die Zerlegung des Kristalls in endlich viele Scheiben der Dicke Δz , die jeweils aus einer Beugungsebene und einem dazwischenliegenden, leerem „Ausbreitungsraum“ bestehen, wird die Modifizierung der Eingangswelle als sequentieller Prozeß beschrieben.

Die Wirkung der infinitesimal dünnen Beugungsebene auf die Wellenfunktion $\Psi_0(x, y, 0)$ mit Wellenvektor \mathbf{k}_0 wird durch eine Phasengitterfunktion $Q(x, y)$ beschrieben:

$$\Psi_1(x, y) = \Psi'_0(x, y, \Delta z) \cdot Q(x, y), \quad (2.12)$$

$$Q(x, y) = \exp\left(\frac{2\pi i m e}{h^2 k_0} V_p(x, y) \Delta z\right). \quad (2.13)$$

In die Phasengitterfunktion geht neben der Scheibendicke Δz das projizierte Potential V_p ein, das sich durch Integration des Kristallpotentials über die Schichtdicke Δz ergibt.

Die Ausbreitung der Elektronenwelle in den einzelnen Scheiben ist nach dem Huygensschen Prinzip eine Überlagerung einzelner Kugelwellen, die von der Beugungsebene ausgehen. Mathematisch wird dies durch die Faltung ($*$ = Faltungsoperator) der Wellenfunktion mit dem Fresnelpropagator $P(x, y)$ in parabolischer Näherung beschrieben [61]:

$$\Psi'_0(x, y) = \Psi_0(x, y) * P(x, y) \quad (2.14)$$

$$P(x, y) = \frac{i}{\lambda \Delta z} \exp\left(\frac{\pi i k (x^2 + y^2)}{\Delta z}\right). \quad (2.15)$$

Werden nun insgesamt n Scheiben der Dicke Δz zu einer Gesamtdicke der Probe $t = n \Delta z$ aufeinandergestapelt, so kann durch einen iterativen Prozeß die Austrittswellenfunktion $\Psi_n(x, y)$ berechnet werden. Dabei gilt für die i -te Wellenfunktion, die man direkt unterhalb der i -ten Beugungsebene erhält:

$$\Psi_i(x, y) = [\Psi_{(i-1)}(x, y) * P_{(i-1)}(x, y)] \cdot Q_i(x, y) \quad i = 1 \dots n. \quad (2.16)$$

Da die Faltungsoperation eine Integration über alle Punkte der Ebene beinhaltet und somit sehr rechenintensiv ist, wird die Fouriertransformierte der Multi-Slice-Formel 2.16 berechnet. Dadurch läßt sich die Faltung in der Multi-Slice-Formel 2.16 gemäß dem Faltungstheorem als einfache Multiplikation ausführen. Durch spezielle Wahl von $N = 2^{2n}$ ($n = 1, 2 \dots$) Stützstellen in der x - y -Ebene, an denen die Wellenfunktionen jeweils berechnet werden, läßt sich zudem der Algorithmus der „schnellen Fouriertransformation“ (fast fourier transform: FFT) anwenden, wodurch die Rechenzeit der Multi-Slice-Methode proportional zu $N \log_2 N$ wird. Im Gegensatz dazu ist beim Blochwellenverfahren die Rechenzeit proportional zu N^2 , so daß vor allem bei großen Einheitszellen, mit vielen Stützpunkten, die Benutzung des Multi-Slice-Algorithmus von Vorteil ist.

Voraussetzung zur Berechnung der Austrittswellenfunktion ist die Definition der Kristallstruktur, aus der sich dann durch die Strukturfaktoren das Kristallpotential $V(\mathbf{r})$ und damit dann auch das projizierte Potential $V_p(x, y)$ berechnen läßt. Um neben der idealen Kristallstruktur auch Bilder von Defekten berechnen zu können, die keine periodische Struktur aufweisen, werden sogenannte Superzellen definiert. In der Superzelle werden die Atompositionen explizit mit ihren Koordinaten (x, y, z) angegeben, so daß also mit jedem atomaren Strukturmodell, z.B. mit dem einer Versetzung, Bildsimulationen durchgeführt werden können. Die Superzelle, die oft aus mehreren hundert Atomen zusammengesetzt ist, wird in der Rechnung als Einheitszelle einer periodischen Struktur behandelt. Wegen der großen Anzahl der Atome einer Superzelle ist eine Bildberechnung mit dem Blochwellenverfahren nicht mehr praktikabel, so daß auf das Multi-Slice-Verfahren zurückgegriffen werden muß.

Neben der elastischen Streuung der Elektronen wird die Austrittswellenfunktion jedoch auch durch inelastische Streuprozesse bestimmt. Als wichtigste Ursachen sind hier die Plasmonenanregung, Elektron-Elektron-Streuung und Phononenstreuung zu nennen. Diese bewirken einerseits eine Streuung der Elektronen in große Winkelbereiche, so daß sie nicht mehr zum Bild beitragen, und andererseits Energieverluste, die zu Inkohärenz der Elektronenwellen führen. In der Bildsimulation wird die Absorption durch Einführung imaginärer Kristallpotentiale berücksichtigt, wobei der Absorptionskoeffizient als Verhältnis von imaginärem zu realem Streupotential definiert ist.

Abbildung durch das Mikroskop

Die Abbildung der Austrittswellenfunktion, die sich aus zahlreichen Wellen unterschiedlicher Raumfrequenzen \mathbf{g} zusammensetzt, bewirkt eine zusätzliche Phasenverschiebung $\chi(g)$ in Abhängigkeit von der Raumfrequenz g (wobei $g = |\mathbf{g}|$), die durch die Eigenschaften der Objektivlinse bestimmt wird:

$$\Psi(\mathbf{r}) = A_0 e^{-2\pi i \mathbf{k}_0 \cdot \mathbf{r}} + \sum_{\mathbf{g} \neq 0} A_g e^{-2\pi i (\mathbf{k}_0 + \mathbf{g}) \cdot \mathbf{r}} \cdot e^{i(\Phi_g + \chi(g))}. \quad (2.17)$$

Hierin bedeuten A_0 die Amplitude der nicht abgelenkten Welle der Raumfrequenz \mathbf{k}_0 und A_g die Amplituden der abgelenkten Wellen. Diese Beschreibung der Elektronenwelle $\Psi(\mathbf{r})$ geht von der Kohärenz der Elektronenwellen aus. Die zusätzlich zu Φ_g auftretenden Phasenverschiebungen $\chi(g)$ der abgelenkten Strahlen kommen durch zwei unterschiedliche Effekte zustande: durch die Defokussierung, also die Änderung der Linsenbrennweite, und durch die sphärische Aberration.

Die sphärische Aberration, die einen nicht vermeidbaren Linsenfehler darstellt, bedeutet eine stärkere Brechkraft der Linse für Strahlen, die unter größerem Winkel und demnach weiter entfernt von der optischen Achse einfallen. Aus geometrischen Betrachtungen ergibt sich für die durch die sphärische Aberration bedingte Phasenverschiebung [166]:

$$\chi_1(g) = \frac{\pi}{2} C_s \lambda^3 g^4, \quad (2.18)$$

wobei C_s die sphärische Aberrationskonstante und λ die Elektronenwellenlänge bedeuten. Neben der starken Abhängigkeit mit der vierten Potenz von der Raumfrequenz wird die Phasenverschiebung durch die sphärische Aberrationskonstante bestimmt, die als fester Geräteparameter durch die Konstruktion der Objektivlinse vorgegeben ist.

Für die Abbildung durch Elektronenlinsen gilt wie für lichteoptische Linsen die Gaußsche Linsengleichung $(f_{\text{Linse}})^{-1} = a^{-1} + b^{-1}$ ($b = \text{Bildweite}$). Sowohl durch Änderung der Brennweite f_{Linse} als auch durch Änderung der Gegenstandsweite a , die zu einem effektiven Defokus⁴

$$\Delta f = \Delta f_{\text{Linse}} - \Delta a$$

zusammengefaßt werden, wird eine Phasenverschiebung in der Bildebene erreicht. Diese Phasenverschiebung ist proportional zum Defokus und zum Quadrat der Raumfrequenz:

$$\chi_2(g) = -\pi \Delta f \lambda g^2. \quad (2.19)$$

⁴Im folgenden gilt: $\Delta f < 0 \hat{=}$ Überfokus; $\Delta f > 0 \hat{=}$ Unterfokus

Die Aberrationsfunktion $\chi(g) = \chi_1(g) + \chi_2(g)$ setzt sich nun aus den beiden Anteilen der Phasenverschiebung zusammen:

$$\chi(g) = \frac{\pi}{2} (C_s \lambda^3 g^4 - 2 \Delta f \lambda g^2), \quad (2.20)$$

Im Fall des schwachen Phasenobjektes (siehe z.B. [179]), für das die Bedingung $A_0 \gg A_g$ erfüllt ist, gilt für die Intensitätsverteilung in der Bildebene:

$$I(\mathbf{r}) = A_0^2 + \sum_{g>0} A_0 A_g \cos(2\pi \mathbf{g} \cdot \mathbf{r}) \sin \chi(g). \quad (2.21)$$

Somit geht der Sinus der Aberrationsfunktion in die Intensität ein. Daher werden die Übertragungseigenschaften des Elektronenmikroskops in der kohärenten Kontrasttransferfunktion $\sin \chi(g, \Delta f)$ beschrieben, die in Abbildung 2.6 für zwei Defokuswerte (Beschleunigungsspannung 400 kV, $C_s = 1.06$ mm) dargestellt ist. Aus den Oszillationen der Kontrasttransferfunktion ist erkennbar, daß die unterschiedlichen Raumfrequenzen völlig unterschiedlich zum Bild beitragen. Ein besonders gutes Übertragungsverhalten findet man im Scherzer Defokus [170] (Abb. 2.6 a), bei dem ein breites Transferband bis zu etwa 6 nm^{-1} reicht. Bei großen Unterfokuswerten ist die Kontrasttransferfunktion dagegen durch starke Oszillationen charakterisiert, die jedoch die Übertragung großer Raumfrequenzen in den Transferbändern erlauben.

Bisher wurde nicht berücksichtigt, daß reale Elektronenwellen nur partielle zeitliche und räumliche Kohärenz zeigen.

In der partiellen zeitlichen Kohärenz wird die Kohärenzlänge dadurch begrenzt, daß die aus der Quelle emittierten Elektronen eine gewisse Energiebreite $\Delta E \approx 1 \text{ eV}$ haben und Schwankungen der Hochspannung ΔU unterliegen, so daß keine monochromatischen Elektronen vorhanden sind. Da die Brennweite der Objektivlinse von der Elektronenwellenlänge abhängt, bewirken diese Schwankungen in der Energie der Elektronen neben der Schwankung im Linsenstrom ΔI eine Defokusstreuung Δ_f [179]:

$$\Delta_f = C_c \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta E}{E}\right)^2 + \left(\frac{\Delta U}{U}\right)^2 + \left(\frac{2 \Delta I}{I}\right)^2}, \quad (2.22)$$

wobei C_c die chromatische Aberrationskonstante ist.

Die partielle räumliche Kohärenz kommt dadurch zustande, daß die reale Elektronenquelle nicht punktförmig sondern ausgedehnt ist. Der Elektronenstrahl, der durch die Fokussierung auf die Objektebene leicht konvergent ist, ist demnach aus Elektronen aus virtuellen Punktquellen zusammengesetzt. Diese virtuellen Punktquellen befinden sich in der Kondensorblende. Dadurch kommt es zu einer inkohärenten Überlagerung der einzelnen Hochauflösungsbilder jeder Quelle. Eine charakteristische Größe zur Beschreibung dieses Effektes ist der Semi-Konvergenzwinkel α , der den maximalen Winkel der Elektronenstrahlen mit der optischen Achse angibt. Durch die Strahlkonvergenz entstehen im Beugungsbild einer kristallinen Probe keine Beugungspunkten sondern Beugungsscheiben, deren Durchmesser direkt mit der Ausdehnung der Quelle (also dem Durchmesser der Kondensorblende) und daher mit dem Semi-Konvergenzwinkel verknüpft ist. Dieser

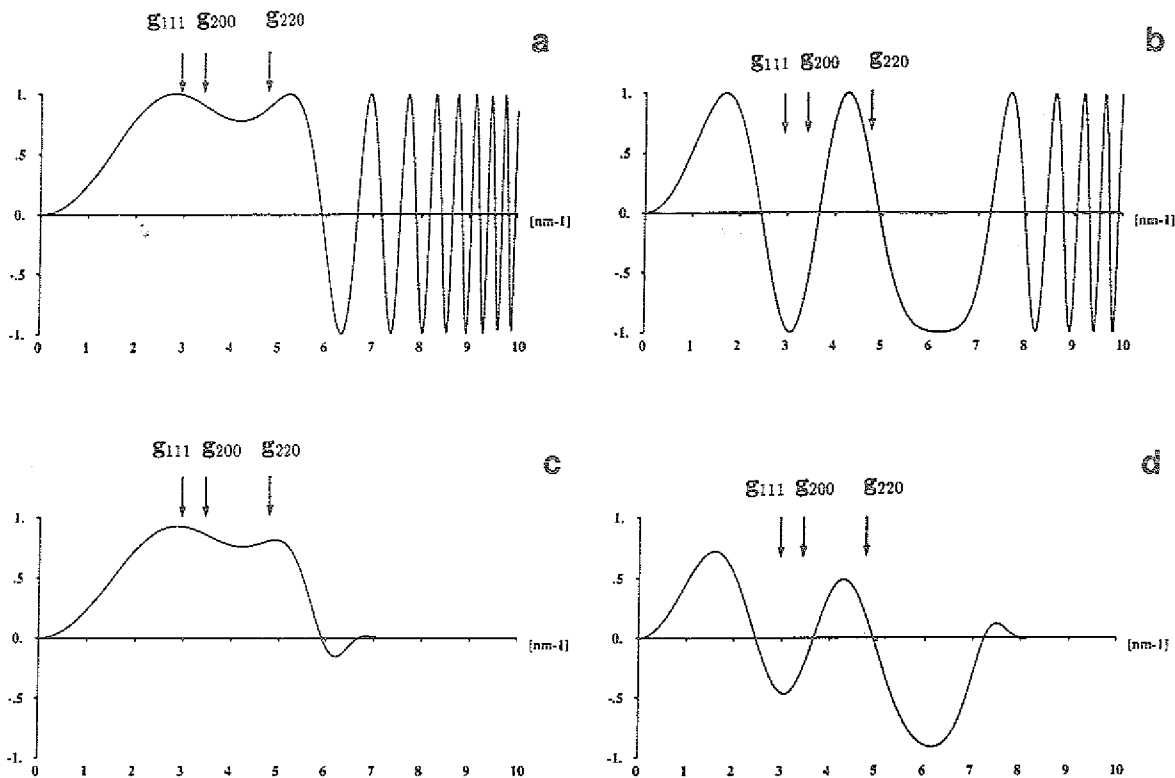


Abbildung 2.6: Kohärente Kontrasttransferfunktion des JEOL 4000EX bei Unterfokuswerten (a) 50 nm und (b) 110 nm, (c) und (d) gleiche Defokuswerte unter Berücksichtigung der Dämpfung aufgrund der partiellen zeitlichen und räumlichen Kohärenz. Die Pfeile markieren die reziproken Gitterabstände von InP.

kann deswegen durch Vermessen der Scheibendurchmesser bestimmt werden. Beide Effekte, sowohl die partielle zeitliche als auch die partielle räumliche Kohärenz, bewirken eine Dämpfung höherer Raumfrequenzen. Die Auswirkung der Dämpfungsterme ist in Abbildung 2.6 c und d zu erkennen, wo vor allem bei höheren Defokuswerten eine drastische Reduktion der Intensitäten bei hohen Raumfrequenzen zu erkennen ist, welche die Auflösung limitiert.

Die einfache Beschreibung der Übertragungseigenschaften des Mikroskops durch die Kontrasttransferfunktion gilt nur im Fall linearer Bildentstehung mit $A_0 \gg A_g$ (Gl. 2.21). Für den realistischen Fall, daß die Amplituden A_g der abgebeugten Strahlen nicht mehr klein im Vergleich zu A_0 sind, erhält man den Fall der nicht linearen Bildentstehung. Hierbei trägt die Interferenz verschiedener abgebeugter Strahlen untereinander signifikant zum Bildmuster bei. Die mathematische Berücksichtigung dieser Effekte erfordert nach Ishizuka [115] die Einführung von Transmissions-Kreuzkoeffizienten, welche die paarweise Interferenz aller am Abbildungsprozeß beteiligter Partialwellen unter Berücksichtigung der Dämpfung beschreiben.

Kapitel 3

Strukturelle Eigenschaften von plastisch verformtem InP

Dieses Kapitel gliedert sich in zwei Abschnitte, von denen der erste die Resultate der Versetzungscharakterisierung durch konventionelle Transmissionselektronenmikroskopie enthält. Die Diskussion der experimentellen Ergebnisse schließt sich im zweiten Abschnitt an.

3.1 Experimentelle Resultate

Zunächst wird in diesem Abschnitt eine typische Spannungs-Dehnungskurve des Druckversuches bei konstanter Verformungsgeschwindigkeit vorgestellt. Die Ergebnisse der elektronenmikroskopischen Untersuchungen werden in den anschließenden Abschnitten wiedergegeben.

3.1.1 Ergebnisse der Verformungsexperimente

Die Verformungsbedingungen aller durchgeführten Druckversuche sind in Tabelle 3.1 aufgelistet. Durch die Wahl relativ niedriger Temperaturwerte, die zwischen 500 °C und 660 °C liegen, wird die Entstehung einer hohen Dichte an Versetzungen gewährleistet. Zudem ist durch die identischen Verformungsbedingungen der Zn-dotierten Proben, die von Völkl [206] verformt wurden, und der undotierten Proben ein direkter Vergleich der unterschiedlichen Materialien möglich. In den Abbildungen 3.1 und 3.2 sind beispielhaft die Verformungskurven zweier Proben gezeigt, in denen die gemessene Spannung σ gegen die Dehnung ϵ aufgetragen ist. Alle anderen Verformungskurven zeigen prinzipiell den gleichen Verlauf, die Absolutwerte der unteren Streckgrenzen, die in Tabelle 3.1 aufgeführt sind, unterscheiden sich jedoch gemäß der verschiedenen Verformungstemperaturen. Die Verformungskurve der Probe I (Abb. 3.1) verdeutlicht, daß die Spannung nach dem quasi-linearen Anstieg bis zur oberen Streckgrenze σ_{uy} (upper yield) bis auf das lokale Minimum (untere Streckgrenze σ_{ly}) abfällt. In Abbildung 3.2, der Verformungskurve von Probe III, ist erkennbar, daß sich bei weiterer Verformung der Bereich I (Easy-Glide) an die untere Streckgrenze anschließt. Der Bereich I ist durch einen konstanten Anstieg, also einen konstanten Verfestigungskoeffizienten, $\Theta_I = d\sigma/d\epsilon$, gekennzeichnet. Im ersten Verfestigungsbereich (Bereich II) steigt der Verfestigungskoeffizient stark an, um in der ersten

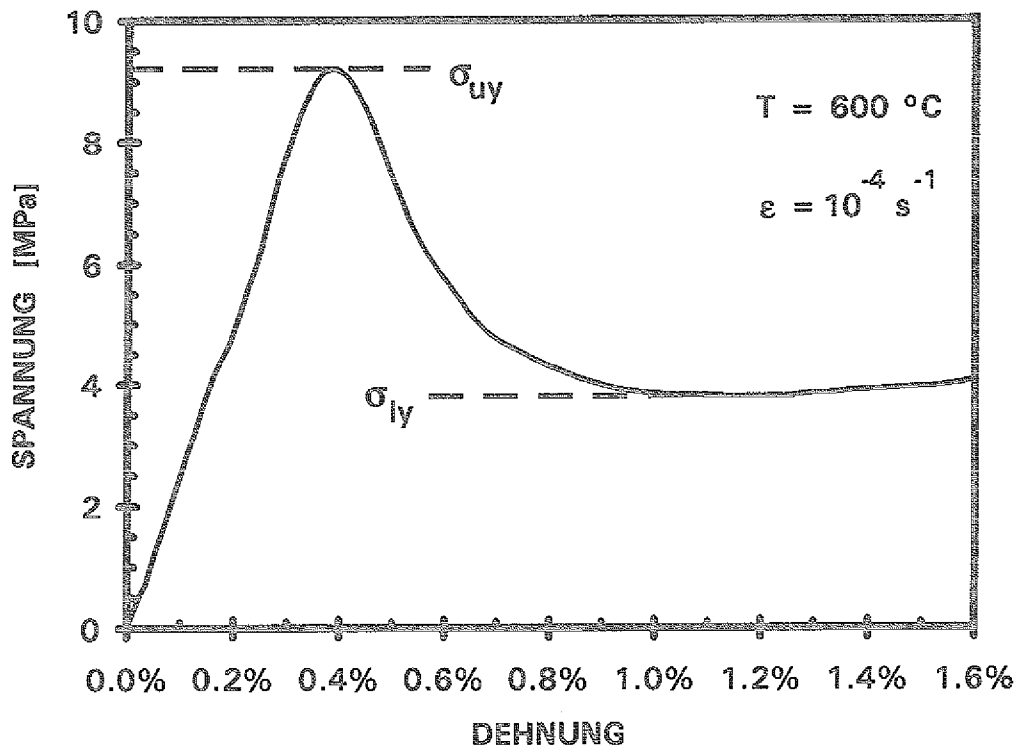


Abbildung 3.1: Spannungs-Dehnungskurve der Probe Ia 4 (vgl. Tabelle 3.1)

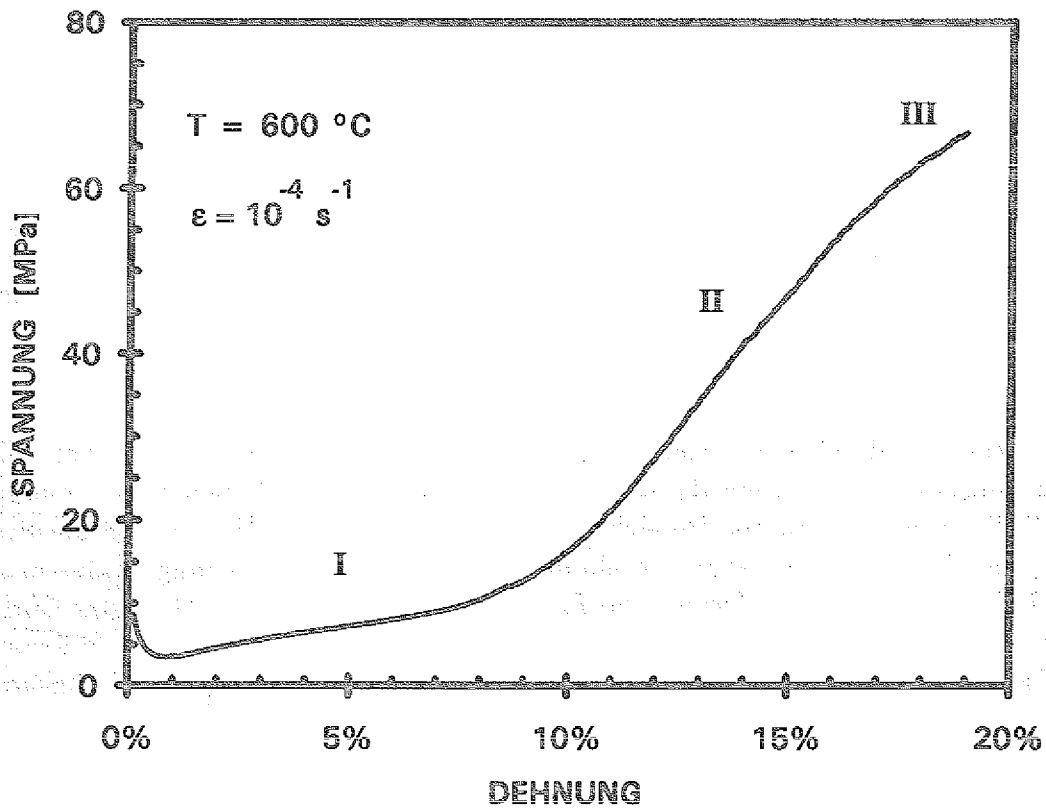


Abbildung 3.2: Spannungs-Dehnungskurve der Probe III (vgl. Tabelle 3.1)

Probe	Dotierung	T [°C]	$\dot{\epsilon}$ [s ⁻¹]	τ_{ly} [MPa]	Bereich	TEM
I _a 1(Zn)	Zn $2 \cdot 10^{18}$ cm ⁻³	661	$1 \cdot 10^{-4}$	3.98	I	*
I _a 2(Zn)	Zn $6 \cdot 10^{16}$ cm ⁻³	600	$1 \cdot 10^{-4}$	3.1	I	*
I _a 3	undotiert	500	$7.8 \cdot 10^{-5}$	4.61	I	
I _a 4	undotiert	600	$8.0 \cdot 10^{-5}$	1.76	I	
I _b 1	undotiert	500	$7.7 \cdot 10^{-5}$	4.56	I	*
			$3.91 \cdot 10^{-4}$	6.34		
			$1.54 \cdot 10^{-3}$	8.78		
			$6.49 \cdot 10^{-3}$	13.32		
I _b 2	undotiert	500	$7.34 \cdot 10^{-5}$	3.13	I	*
			$3.67 \cdot 10^{-4}$	4.54		
			$1.50 \cdot 10^{-3}$	6.49		
			$7.57 \cdot 10^{-3}$	10.08		
I _b 3	undotiert	500	$7.25 \cdot 10^{-5}$	4.37	I	
			$3.67 \cdot 10^{-4}$	6.35		
			$7.37 \cdot 10^{-4}$	7.44		
II	undotiert	600	$7.9 \cdot 10^{-5}$	1.49	II	*
III	undotiert	600	$8.2 \cdot 10^{-5}$	1.56	III	*

Tabelle 3.1: Verformungsbedingungen: Für jede Probe sind die Verformungstemperatur T , die Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\epsilon}$, die untere Streckgrenze τ_{ly} und der Verformungsgrad angegeben, * kennzeichnet die mit TEM analysierten Proben.

Erholungsstufe (Bereich III) wieder abzunehmen. Dies ist am deutlichen Abknicken der Verformungskurve der Probe III in Abbildung 3.2 erkennbar. Neben den hier besprochenen Verformungen bis in den Bereich I und bis in den Bereich III, wurden die Proben II und I_a bei gleicher Temperatur und ähnlicher Verformungsgeschwindigkeit bis in den Bereich II bzw. Bereich I verformt. Die Proben I_b sind im Unterschied zu den übrigen bis in den Bereich I verformten Proben durch eine sukzessive Erhöhung der Verformungsgeschwindigkeit gekennzeichnet. Mit der Erhöhung der Verformungsgeschwindigkeit ist bei gleichbleibender Temperatur eine Erhöhung der Spannung verbunden.

3.1.2 Versetzungsstruktur der unverformten Proben

Im unverformten, undotierten Material konnten bis auf Ablagerungen von kleinen In_2O_3 -Ausscheidungen nur an einer Stelle der Probe Defekte beobachtet werden. Die Ausscheidungen konnten an Hand von Zusatzreflexen in den Beugungsbildern als In_2O_3 identifiziert werden. Stereoaufnahmen [68, 106] zeigen ihre Lokalisierung auf den Probenoberflächen. Diese Ausscheidungen, die auch in den verformten Proben gefunden wurden, entstehen vor allem bei Ionen-gedünnten Proben. Bei dem anderen Defekt handelt es sich wahrscheinlich um eine mit Hohlräumen dekorierte Versetzung. Möglicherweise ist die Entstehung auf präparationsinduzierte Prozesse zurückzuführen, dem jedoch keine weitere Beachtung geschenkt wurde, da in keiner der verformten Proben ähnliche Defekte beobachtet werden konnten.

3.1.3 Versetzungsstruktur im Bereich I

Zunächst wird die Versetzungsstruktur in den Zn-dotierten Proben $I_a1(\text{Zn})$ und $I_a2(\text{Zn})$ (siehe Tabelle 3.1) vorgestellt, die über die untere Streckgrenze hinaus bis in den Easy-Glide Bereich verformt wurden. Anschließend werden die Ergebnisse der elektronenmikroskopischen Untersuchungen der undotierten Proben I_b1 und I_b2 vorgestellt, die bei 500°C und stufenweiser Erhöhung der Verformungsgeschwindigkeit verformt wurden. Da kein Einfluß der Dotierstoffkonzentration auf die Versetzungsstruktur zu beobachten ist, werden die Ergebnisse zusammengefaßt dargestellt.

Auf der Übersichtsaufnahme der Versetzungsstruktur (Abb. 3.3) ist erkennbar, daß durch die plastische Verformung eine hohe Dichte von Versetzungen entstanden ist. Die räumliche Anordnung der Versetzungen ist leicht inhomogen. Die Versetzungsdichte, die an mehreren Stellen gemessen wurde, beträgt etwa $5 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$. Die Versetzungsstruktur ist durch geradlinige Versetzungen und Versetzungsdipole charakterisiert, von denen die meisten entlang der $[121]$ -Richtung liegen. Häufig sind auch Multipole entlang dieser Richtung zu beobachten. Versetzungslinienrichtungen parallel zu $\langle 110 \rangle$ -Richtungen treten dagegen seltener auf. Die Versetzungslinien sind nicht überall glatt, sondern sind durch das Auftreten von Kinken oder „leicht gezacktem“ Verlauf gekennzeichnet.

In der Hellfeldaufnahme 3.3 b ist der Abbildungsvektor $g = [20\bar{2}]$ parallel zur Hauptgleitrichtung. Fast alle Versetzungen zeigen den charakteristischen Doppelkontrast, der bei Abbildungsbedingungen beobachtet wird, für die g parallel zum Burgersvektor b ist. Das wird auch aus der Analyse der Burgersvektoren nach dem in Kapitel 2.2.2 beschriebenen Verfahren bestätigt. Danach haben etwa 95% der Versetzungen den Burgersvektor $b = \frac{a}{2}[10\bar{1}]$, der zum Hauptgleitsystem gehört, so daß der dominante Versetzungstyp in diesem Verformungsbereich die Stufenversetzung ist. Seltener werden dagegen Schrauben- und 60° -Versetzungen beobachtet. Für einige, wenige Versetzungen konnte noch ein weiterer Burgersvektor $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ in der $(1\bar{1}1)$ -Ebene ermittelt werden.

Neben den langgestreckten Versetzungen treten zahlreiche, kleine Versetzungsringe (Durchmesser ca. 50 nm) auf, die teilweise in Reihen entlang von $\langle 112 \rangle$ -Richtungen angeord-

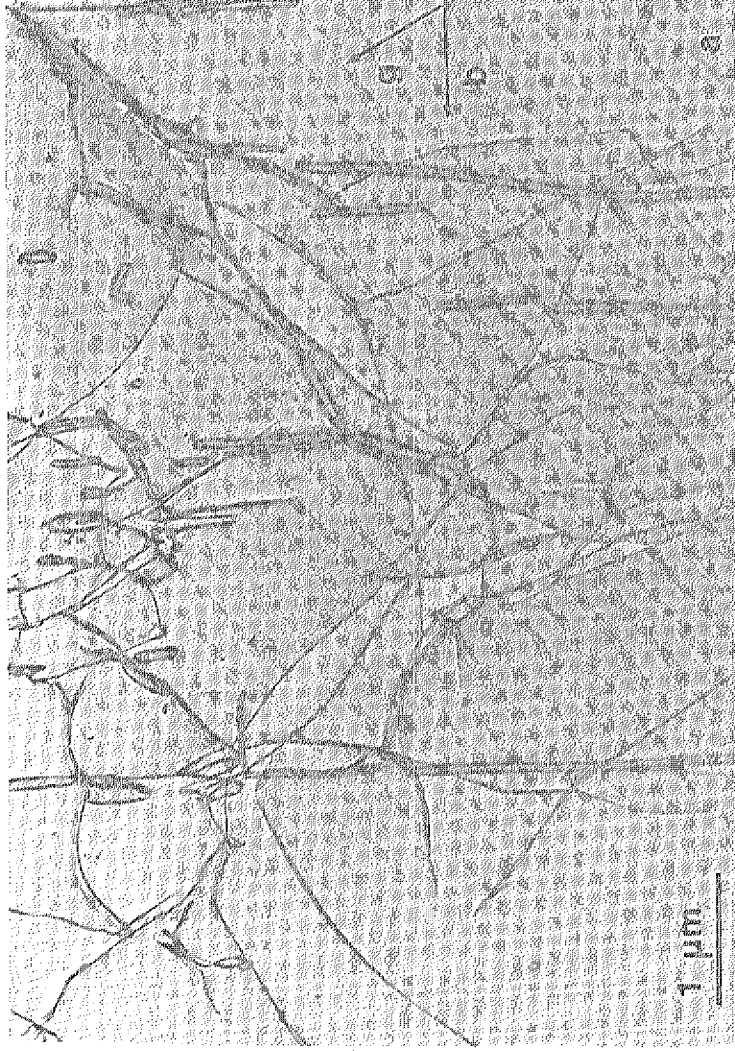


Abbildung 3.3: Überblick über die Versetzungsstruktur im Bereich I Hellfeldaufnahmen im $[1\bar{1}1]$ -Pol (a): $g = [220]$, $b = \frac{a}{2}[10\bar{1}]$ primärer Burgersvektor, (b): $g \parallel b$, $g = [20\bar{2}]$

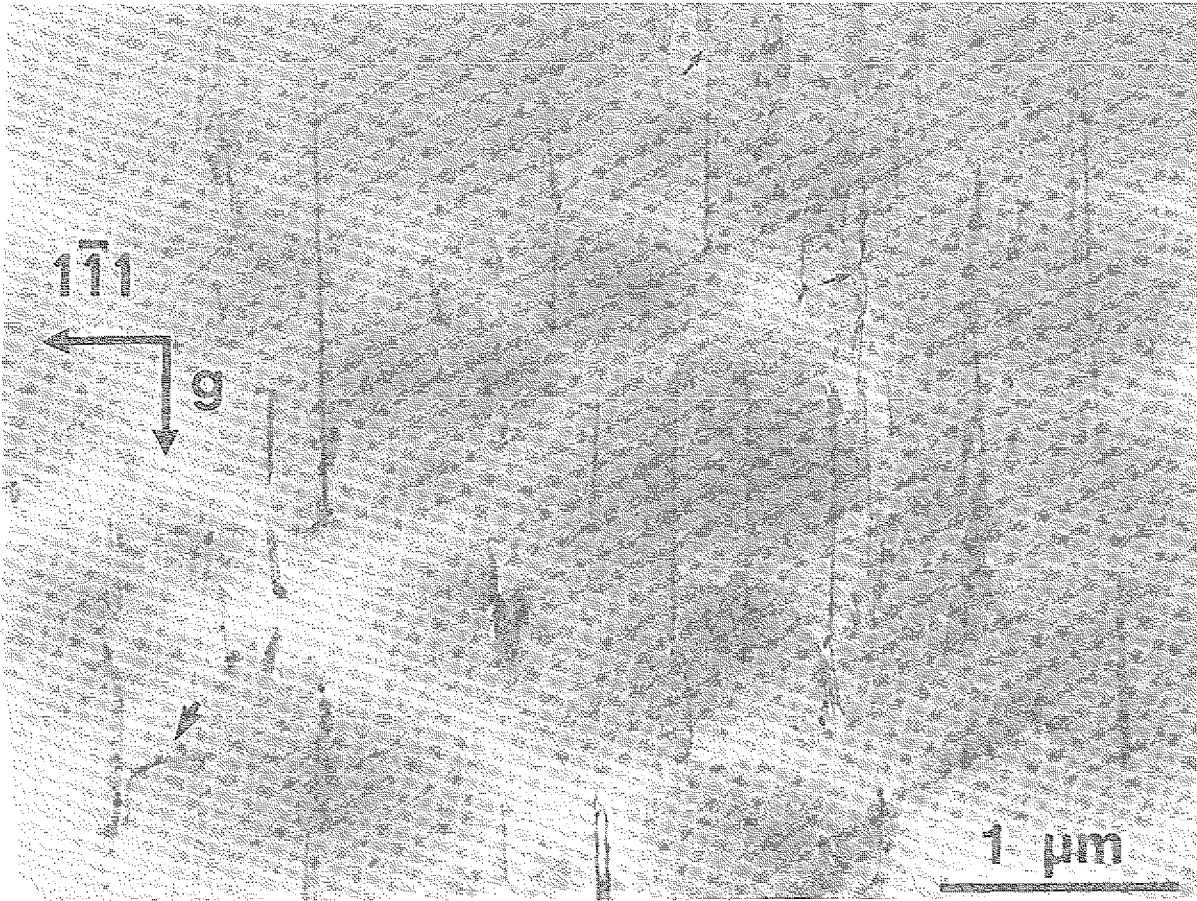


Abbildung 3.4: Versetzungen im $[121]$ -Pol, Bereich I, Abbildungsvektor $g = [20\bar{2}]$

net sind. Dies ist besonders gut in der Abbildung 3.3 b zu erkennen, in der die $[121]$ -Richtung senkrecht zum Abbildungsvektor verläuft. Hier ist eine Einschnürung an einem Versetzungsdipol erkennbar (Pfeil), die auf einen möglichen Entstehungsmechanismus der Ringreihen aus Versetzungsdipolen hinweist. Seltener sind auch Aufreihungen der Versetzungsringe entlang von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen zu beobachten.

Aus der ausgedehnten Länge der Versetzungen (Abb. 3.3), ist ersichtlich, daß fast alle Versetzungen senkrecht zur Foliennormalen verlaufen und damit in der $(1\bar{1}1)$ -Ebene liegen. Ganz selten sind auch Versetzungen anderer Gleitebenen zu beobachten. Dieses Ergebnis wird durch Aufnahmen bestätigt, in denen die Probennormale parallel zur $[121]$ -Richtung, also senkrecht zur $[1\bar{1}1]$ -Richtung, ist. Hier liegen nahezu alle Versetzungen parallel zu den Spuren der Hauptgleitebene $(1\bar{1}1)$ (Abb. 3.4). An einigen Versetzungen ist jedoch ein Wechsel der Gleitebene am gezackten Verlauf der Linien zu erkennen (kleine Pfeile). In der Abbildung links unten ist eine Versetzung zu beobachten, die über eine größere Strecke nicht in der $(1\bar{1}1)$ -Ebene verläuft, so daß es sich hier um einen Versetzungsring handeln könnte.

Fast alle Versetzungen sind in Partialversetzungen aufgespalten. Nur an kleineren Verset-

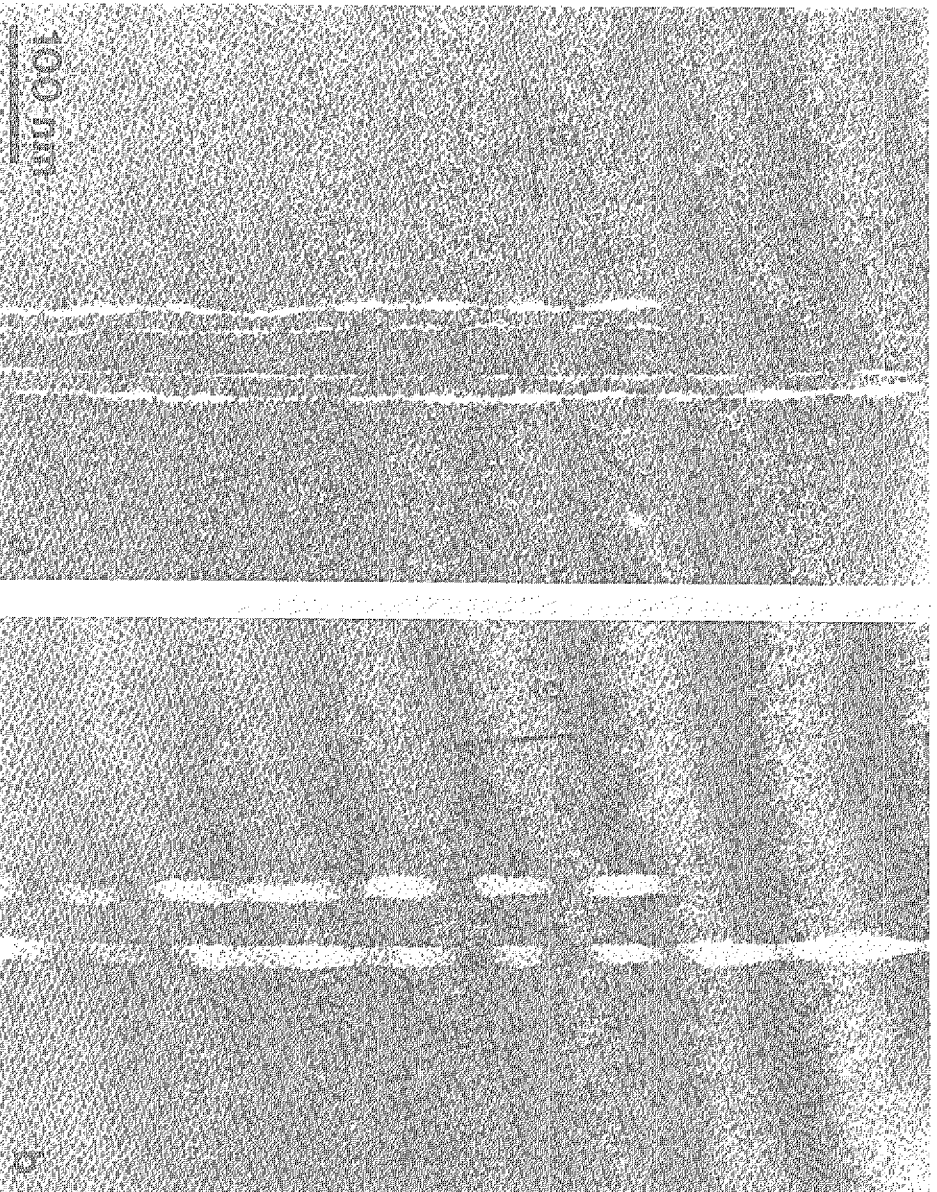


Abbildung 3.5. Weak-Beam-Dunkelfeldaufnahme eines Stufendipols : (a) $\mathbf{g} \parallel \mathbf{b}$, $\mathbf{g} = [20\bar{2}]$
 Abbildung der Partialversetzungen, (b) $\mathbf{g} \perp \mathbf{b}$, $\mathbf{g} = [111]$ Abbildung der Stapelfehler

zungsringen konnte keine Dissoziation beobachtet werden. In den Weak-Beam-Dunkelfeldabbildungen 3.5 wird am Beispiel eines Stufendipols diese Aufspaltung verdeutlicht. In Abbildung 3.5 a ist der Abbildungsvektor parallel zum Burgersvektor, so daß die vier Partialversetzungen des Stufendipols als helle Linien abgebildet werden (s. Kapitel 2.2.3). Aufgrund der Asymmetrie im Verzerrungsfeld zeigen die Partialen einer Versetzung unterschiedlich starken Kontrast [125, 135]. In diesem Fall ist der Kontrast der äußeren Partialen des Dipols stärker als der Kontrast der inneren Partialen. Die Lage der „starken“ bzw. „schwachen“ Partialen relativ zur Versetzungslinienrichtung hängt zum einen vom Vorzeichen des Abbildungsvektors sowie vom Vorzeichen des Anregungsfelders ab, zum anderen hängt sie auch vom Vorzeichen des Gesamt-Burgersvektors ab. Dadurch ist es möglich das Vorzeichen des Burgersvektors zu bestimmen und so bei Kenntnis der Polarität den α - bzw. β -Charakter einer Versetzung festzulegen (vgl. Kap. 2.2.2). Obwohl im Rahmen dieser Arbeit keine systematischen Untersuchungen des α - bzw. β -Charakters der Versetzungen vorgenommen wurden, war es in Einzelfällen möglich in einer Mikroskopisierung α - und β -Versetzungen zu beobachten. Es zeigte sich für diese

beiden Versetzungstypen kein signifikanter Unterschied in der Aufspaltungsweite.

Entlang der Versetzungslinien, z.B. in Abbildung 3.5, sind Schwankungen der Aufspaltungsweite zu beobachten, häufig findet man auch sog. Konstriktionen, d.h. lokale, undissoziierte Stellen der Versetzung. In Abbildung 3.5 b sind die Stapelfehler, die von den Partialversetzungen aufgespannt werden, hell abgebildet. Auf beiden Teilabbildungen ist eine Änderung der Aufspaltungsweite an den Durchstoßpunkten der Versetzungen durch die Probenoberfläche zu erkennen. Quantitative Auswertungen der Aufspaltungsweiten unterschiedlicher Versetzungstypen finden sich in Kapitel 3.1.6.

Die bei 500 °C unter erhöhter Verformungsgeschwindigkeit komprimierten Proben I_b1 und I_b2 (s. Tabelle 3.1) zeigen eine ähnliche Versetzungsstruktur wie die übrigen, bis in den Easy-Glide Bereich verformten Proben. Auch hier wird die Versetzungsstruktur von Stufendipolen und Stufenversetzungen dominiert, die zum Hauptgleitsystem gehören. In Abbildung 3.6 sind diese Versetzungen senkrecht zum Abbildungsvektor $[20\bar{2}]$, also entlang der $[121]$ -Richtung angeordnet. Einige der Dipolversetzungen sind jedoch durch Linienrichtungen entlang von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen gekennzeichnet. Die Versetzungsdichten wurden zu $6 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ bestimmt. Es fällt auf, daß vermehrt zu Reihen angeordnete Versetzungsringe auftreten, die sich nicht nur entlang von $\langle 112 \rangle$ - sondern auch entlang von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen erstrecken (Pfeile).

Weitere Analysen haben ergeben, daß neben Stufenversetzungen auch Schrauben- und 60° -Versetzen des Hauptgleitsystems vorkommen. Die Dominanz von Versetzungen, deren Linienrichtungen in der Hauptgleitebene liegen, wird durch Aufnahmen an $[110]$ -orientierten Proben verdeutlicht. In Abbildung 3.7 liegen ähnlich wie bei den Zn-dotierten Proben fast alle Versetzungen auf den Spuren der Hauptgleitebene, also senkrecht zur $[\bar{1}\bar{1}1]$ -Richtung. Nur die mit Pfeilen markierten Versetzungen zeigen aus der $(\bar{1}\bar{1}1)$ -Ebene heraus.

Neben dem primären Burgersvektor wurden jedoch auch andere Burgersvektoren der Hauptgleitebene gefunden. Weak-Beam-Analysen haben gezeigt, daß — wie im Fall der Zn-dotierten Proben — nahezu alle Versetzungen in Partialversetzungen aufgespalten sind. Abbildung 3.8 zeigt eine aufgespaltene Versetzung mit Schraubencharakter, die an einer Stelle eingeschnürt ist. Hier ist eine Reihe kleiner Versetzungsringe zu beobachten, die räumlich mit der Einschnürung korreliert ist.

Im Gegensatz zu den Proben I_a1(Zn) und I_a2(Zn), die mit niedrigeren Verformungsraten und demzufolge bis zu niedrigeren Spannungen verformt wurden, kann man in den Proben I_b1 und I_b2 neue Versetzungstypen beobachten. Diese sind genau entlang der $[011]$ - und entlang der $[110]$ -Richtung orientiert und zeichnen sich durch einen sehr schwachen Kontrast bei Abbildung mit $\langle 220 \rangle$ -Reflexen der Hauptgleitebene aus. Eine vollständige Auslöschung beobachtet man, wenn der Abbildungsvektor parallel zur Linienrichtung ist. Entlang der $[10\bar{1}]$ -Richtung, also der Richtung des primären Burgersvektors, konnten diese Versetzungen nicht beobachtet werden. Abbildung 3.9 zeigt ein Beispiel für das Kontrastverhalten einer solchen Versetzung (A). In Abbildung 3.9 b ist sowohl Versetzung A als auch Versetzung B in Kontrast. Der starke Kontrastunterschied zwischen der „schwachen Linie“ A und Versetzung B ist deutlich zu erkennen. In Abbildung 3.9 d ist die Versetzung völlig ausgelöscht, in Abbildung c ist im Vergleich mit Abbildung a ein

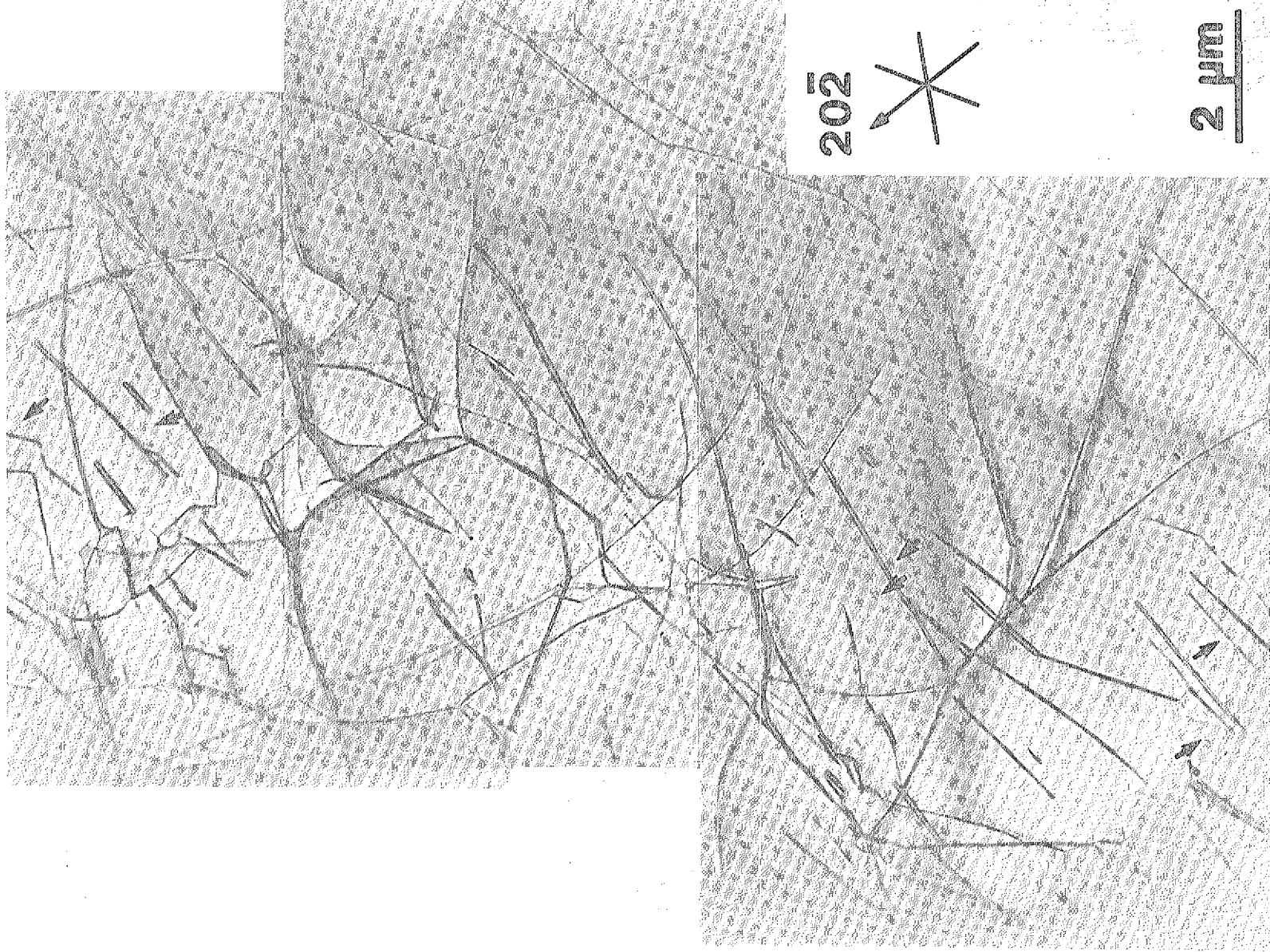


Abbildung 3.6: Übersichtsaufnahme Probe I₃1, Hellfeldaufnahme $g = [20\bar{2}]$, Pfeile deuten auf Ringreihen

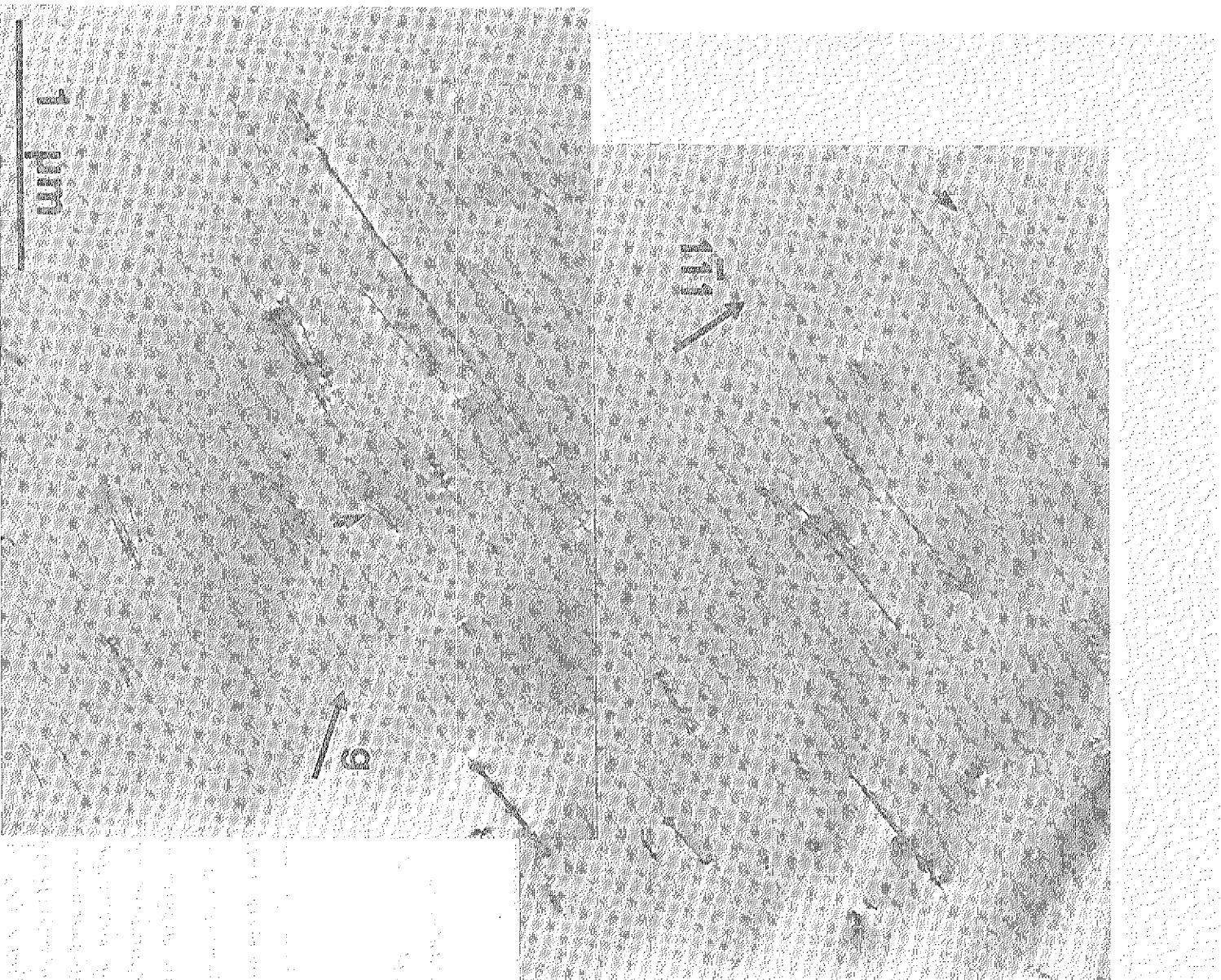


Abbildung 3.7: Übersichtsaufnahme Probe I₆I im [110]-Pol, $g = [2\bar{2}0]$

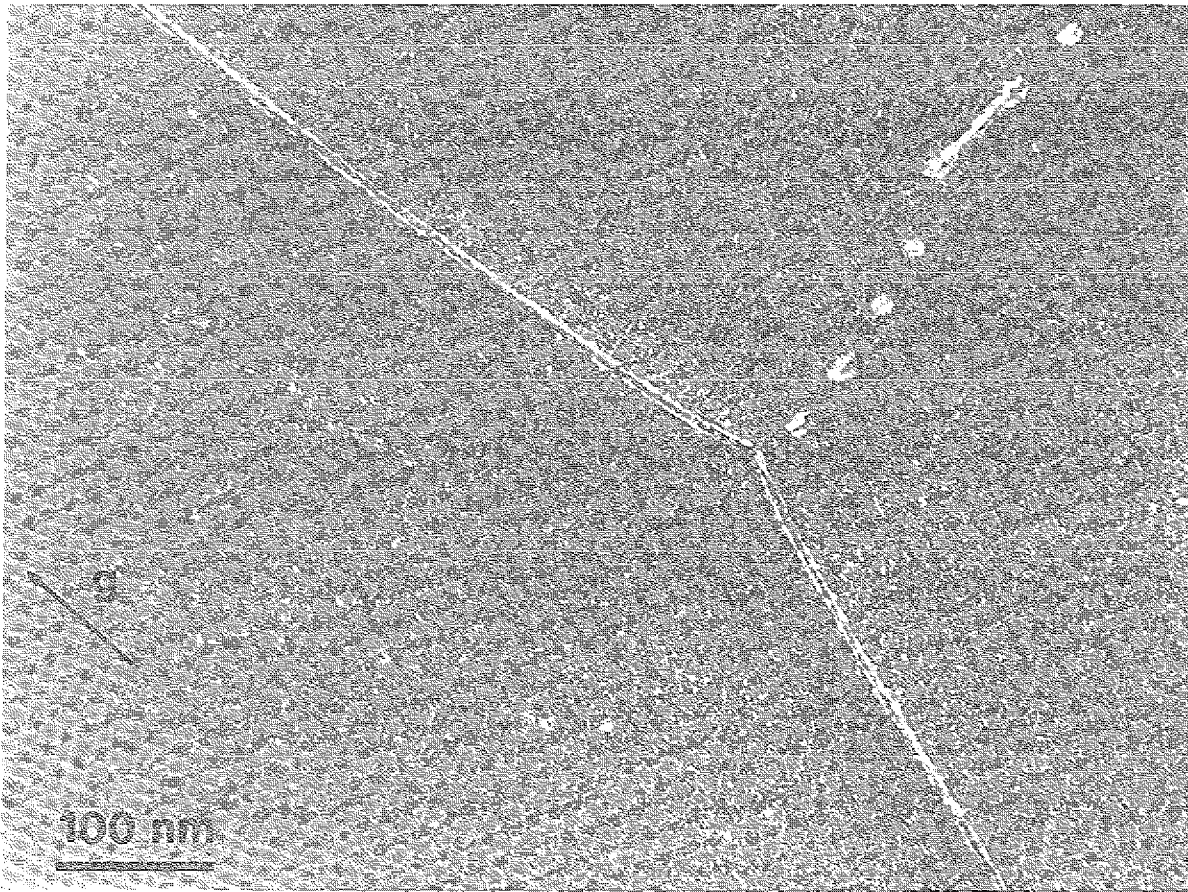


Abbildung 3.8: Weak-Beam-Aufnahme einer Schraubenversetzung $g \parallel b$, $g = [20\bar{2}]$. Abbildung der Partialversetzungen. Senkrecht zur Linienrichtung erstreckt sich eine Reihe kleiner Versetzungsringe.

schwacher Restkontrast erkennbar. Der gezackte Verlauf der Versetzung B ist räumlich mit einer Versetzungsringreihe (Pfeil in Abb. a) korreliert.

Bewegung von Versetzungen unter dem Elektronenstrahl

An einigen Versetzungen konnte eine Bewegung während der Beobachtung im Elektronenmikroskop festgestellt werden. Abbildung 3.10 zeigt ein Beispiel einer Versetzung, die über etwa $1 \mu\text{m}$ in etwa 2 s aus dem Elektronenstrahl wandert, woraus eine Versetzungsgeschwindigkeit von $0.5 \cdot 10^{-4} \text{ ms}^{-1}$ abgeschätzt werden kann. Die Bildfolge a-f, die mittels einer Videokamera aufgenommen wurde, zeigt einzelne Stadien der Bewegung. Bild a zeigt die Ausgangssituation, in der die mit Pfeil gekennzeichnete Versetzung sehr nah bei einer unbeweglichen Versetzungsanordnung (gekennzeichnet mit *) zu finden ist. In den folgenden Bildern ist zu erkennen, daß diese Versetzung nach rechts aus dem Elektronenstrahl läuft, bis sie schließlich die Endposition in Bild f erreicht, in der keine Weiterbewegung durch längere Elektronenbestrahlung zu induzieren war. Zur Aufnahme der Bilder e und f mußte die Probenposition etwas verändert werden, so daß der feste

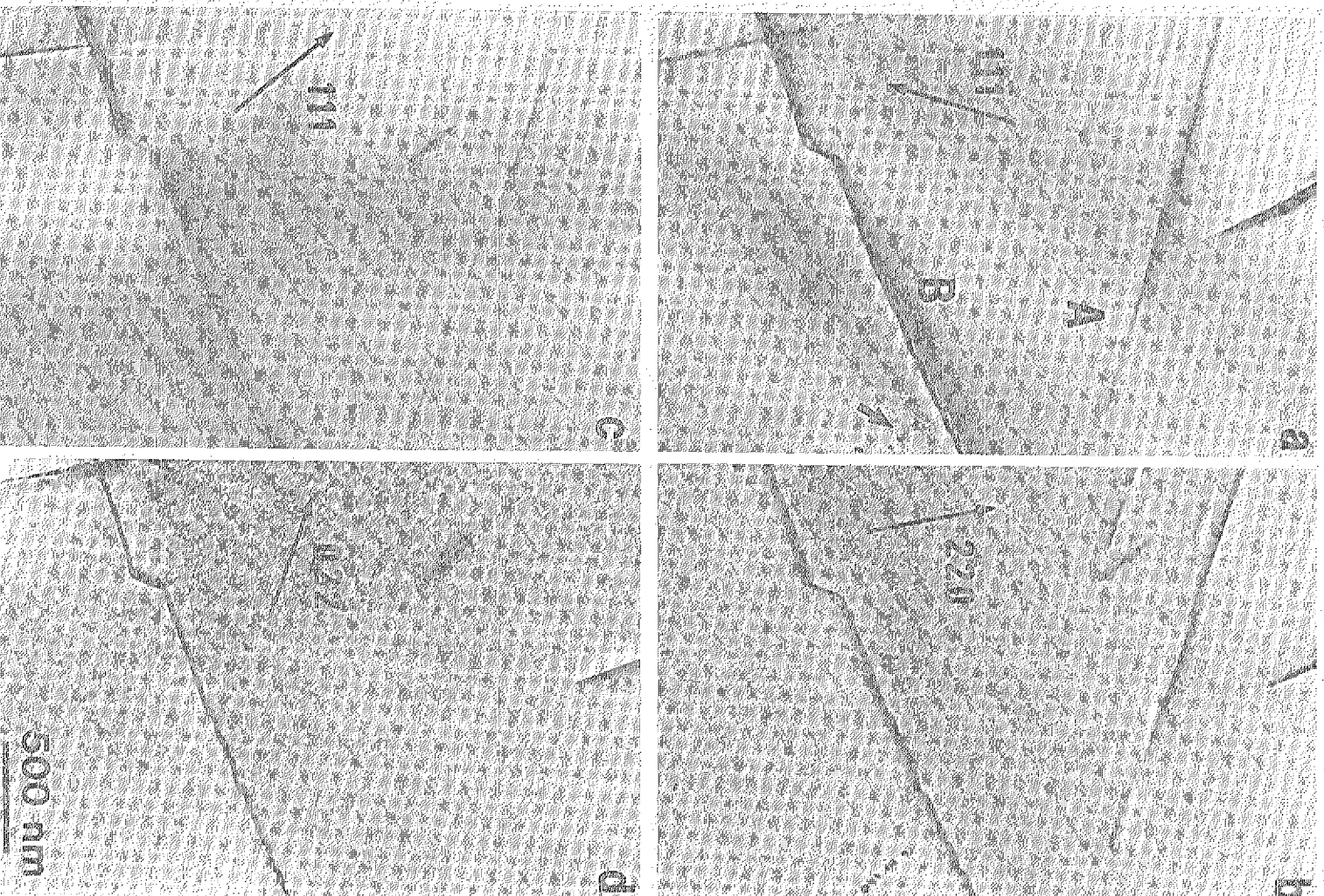


Abbildung 3.9: Analyse einer „schwachen Linie“: Versetzung A außer Kontrast in (c) und (d), schwacher Kontrast im Vergleich zu Versetzung B in (a) und (b). Der sprunghafte Verlauf von Versetzung B mit einer Reihe kleiner Versetzungsringe ist in (a) mit einem Pfeil gekennzeichnet.

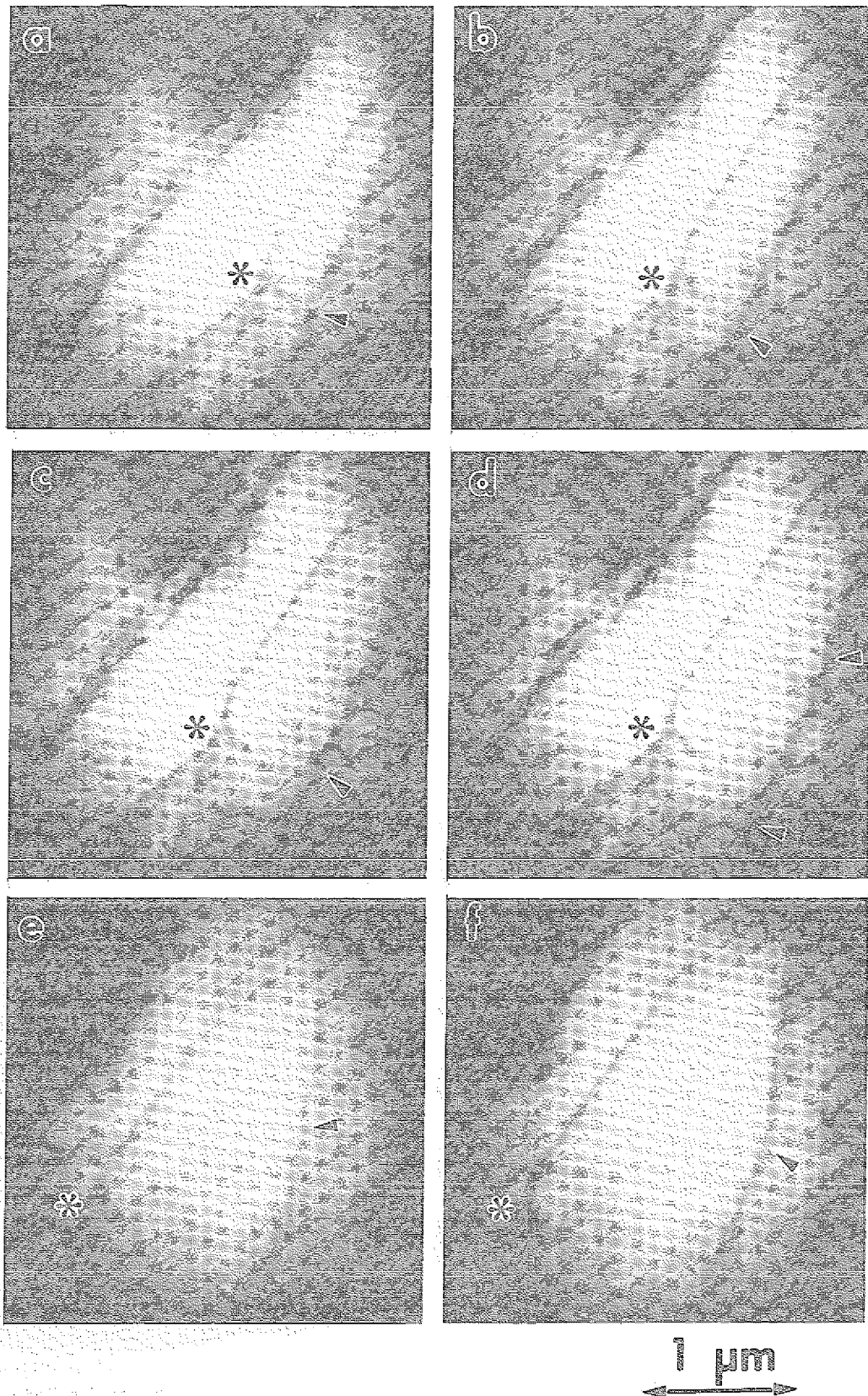


Abbildung 3.10: Bewegung einer Versetzung unter Elektronenbestrahlung (1): Die Bilder (a)–(f) geben einen Zeitraum von 2 s wieder, in denen die Versetzung (Pfeil) etwa 1 μm zurücklegt. * kennzeichnet einen festen Bezugspunkt. Die Bildebene entspricht der Hauptgleitebene.

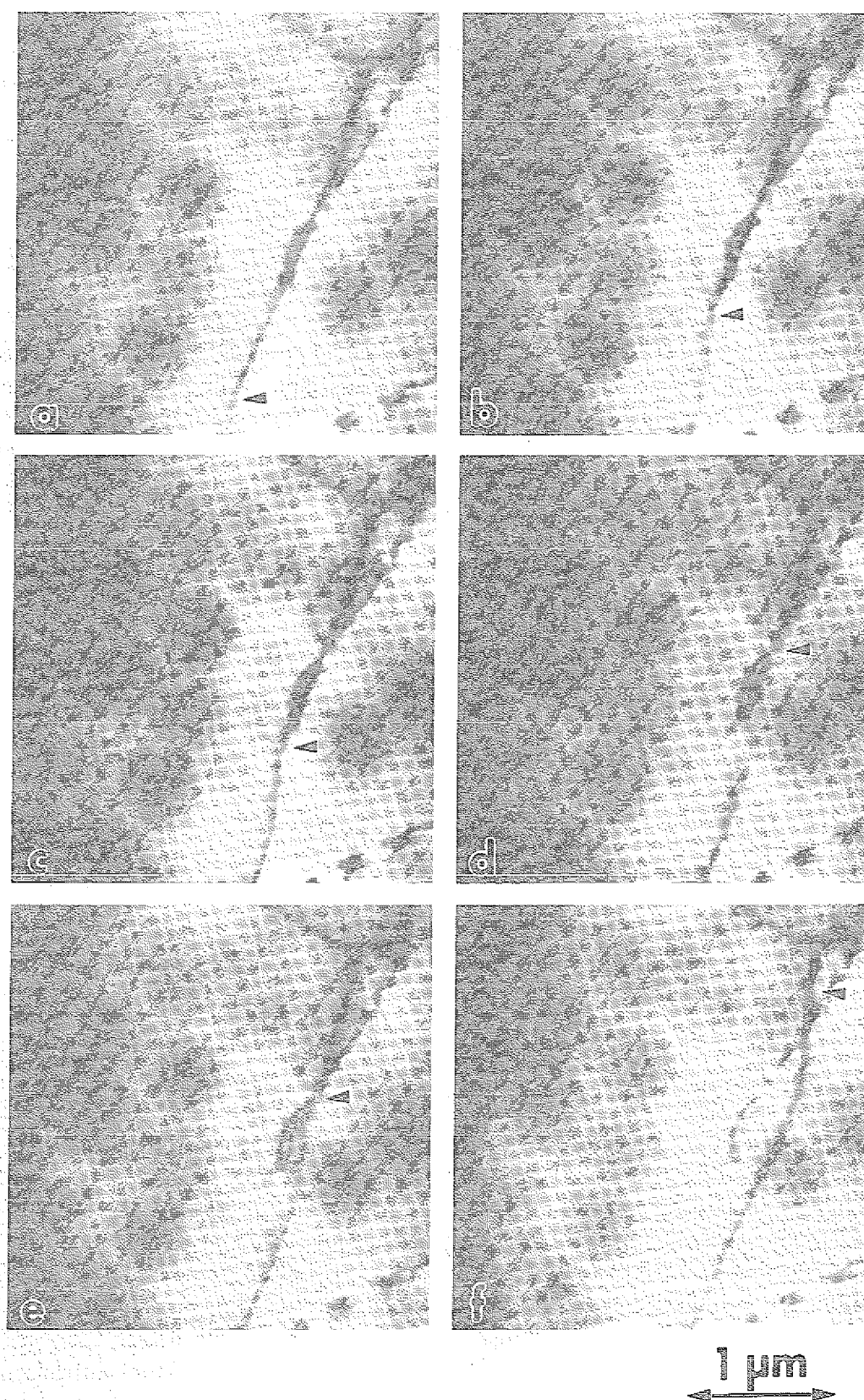


Abbildung 3.11: Bewegung einer Versetzung unter Elektronenbestrahlung (2): Innerhalb 1 s (a)–(f) bewegt sich die mit Pfeil gekennzeichnete Versetzung sukzessive entlang ihrer Linie um etwa 200 nm nach rechts. Die Bildebene entspricht der Hauptgleitebene.

Bezugspunkt * etwas nach links verschoben ist. Die Bewegung erfolgt nicht kontinuierlich, sondern ruckweise werden Teile der Versetzung verschoben, während andere Teile zunächst in ihrer Position verharren, um dann plötzlich nachgezogen zu werden. In Bild d ist dies an der Ausbeulung der Versetzung zwischen den beiden mit Pfeilen markierten Punkten zu erkennen. Auch in Bild e zeigt sich, daß die mit einem Pfeil gekennzeichnete Stelle der Versetzung „hinterherhinkt“.

In der Bewegung der Versetzung in Abbildung 3.11 ist dieses Verhalten ebenfalls zu erkennen. Hier bewegt sich eine Versetzung entlang ihrer Linie um etwa 200 nm nach rechts. Diese Verlagerung erfolgt durch die Verschiebung einer makroskopischen Kinke entlang der Versetzungslinie. Dabei ist jedoch festzustellen, daß auch hier eine ruckartige Bewegung zu beobachten ist. So ist an dem unscharfen Bild des unteren Versetzungsteils in Abbildung 3.11 b zu erkennen, daß dieser Teil der Versetzung in Bewegung ist. In Abbildung c ist dagegen eine „Pause“ der Bewegung zu erkennen, die dann ruckartig in Abbildung d fortgesetzt wird. Abbildung f zeigt schließlich den Endzustand, in dem die gesamte Versetzung bis hin zur Versetzung im oberen Teil des Bildes innerhalb 1 s bewegt wurde. Auch hier war nach längerer Elektronenbestrahlung keine weitere Bewegung zu beobachten.

Abschließend sollte bemerkt werden, daß die Bewegung von Versetzungen nur in chemisch gedünnten Proben beobachtet werden konnte, während dieser Effekt nicht in Ionen-gedünnten Proben auftrat. Leider zeigen chemisch gedünnte (111)-Proben jedoch die Bildung von Ätzgrübchen bzw. -hügeln, was sich in den Abbildungen 3.10 und 3.11 an den lokalen Helligkeitsschwankungen bemerkbar macht.

3.1.4 Versetzungsstruktur im Bereich II

Im ersten Verfestigungsbereich der Verformung ist die Versetzungsstruktur durch ein dichtes Netzwerk von Versetzungen gekennzeichnet. Abbildung 3.12 zeigt eine Übersichtsaufnahme der Defektstruktur im Bereich II der plastischen Verformung. Charakteristisches Merkmal ist die rechtwinklige Struktur des Versetzungsnetzwerks. Die typische Maschenlänge in Bereichen hoher Versetzungsdichte beträgt etwa $0.5 \mu\text{m}$; dies entspricht einer Versetzungsdichte von etwa 10^9 cm^{-2} . Es ist jedoch eine Schwankung der Versetzungsdichte zu beobachten, denn in der Abbildung ist unten rechts eine deutlich größere Maschenlänge erkennbar, die eine reduzierte Versetzungsdichte widerspiegelt. Neben den Netzwerkversetzungen sind Versetzungsringe zu beobachten, die häufig lang gestreckte Formen parallel zur [121]-Richtung (senkrecht zum Abbildungsvektor) aufweisen. Vereinzelt sind auch Dipol-, bzw. Multipolbündel parallel zur [121]-Richtung erkennbar (Pfeil unten rechts), deren Ausdehnung jedoch kleiner als die der im Bereich I beobachteten Dipole ist. Auch die Anordnung von Versetzungsringen zu Reihen wurde nicht beobachtet.

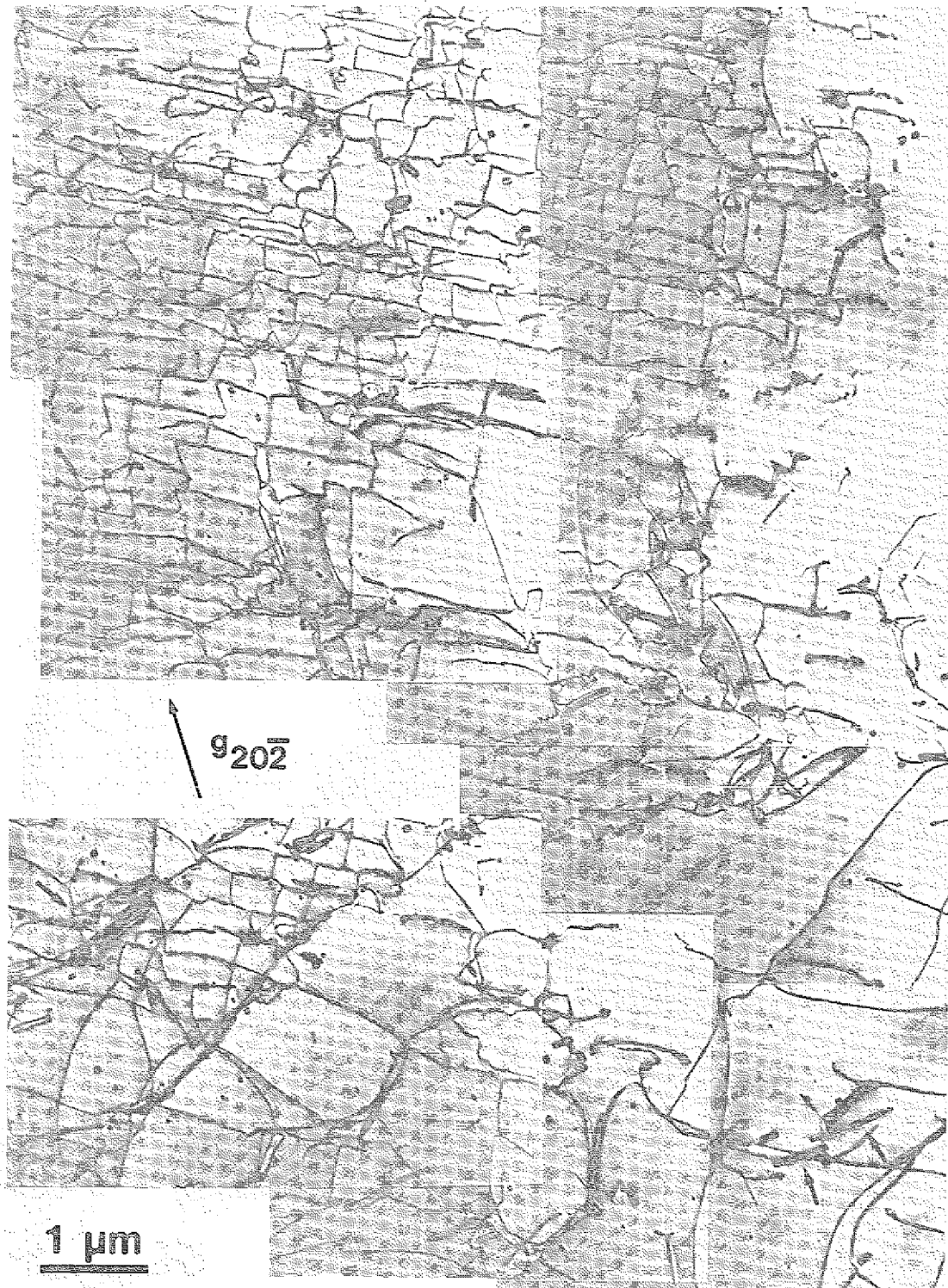


Abbildung 3.12: Übersichtsaufnahme der Versetzungsstruktur im Bereich II: Hellfeldaufnahme, Abbildungsvektor $g = [20\bar{2}]$, Bildebene entspricht der Hauptgleitebene. Pfeile deuten auf Versetzungsringe und auf Dipole entlang der $[121]$ -Richtung.

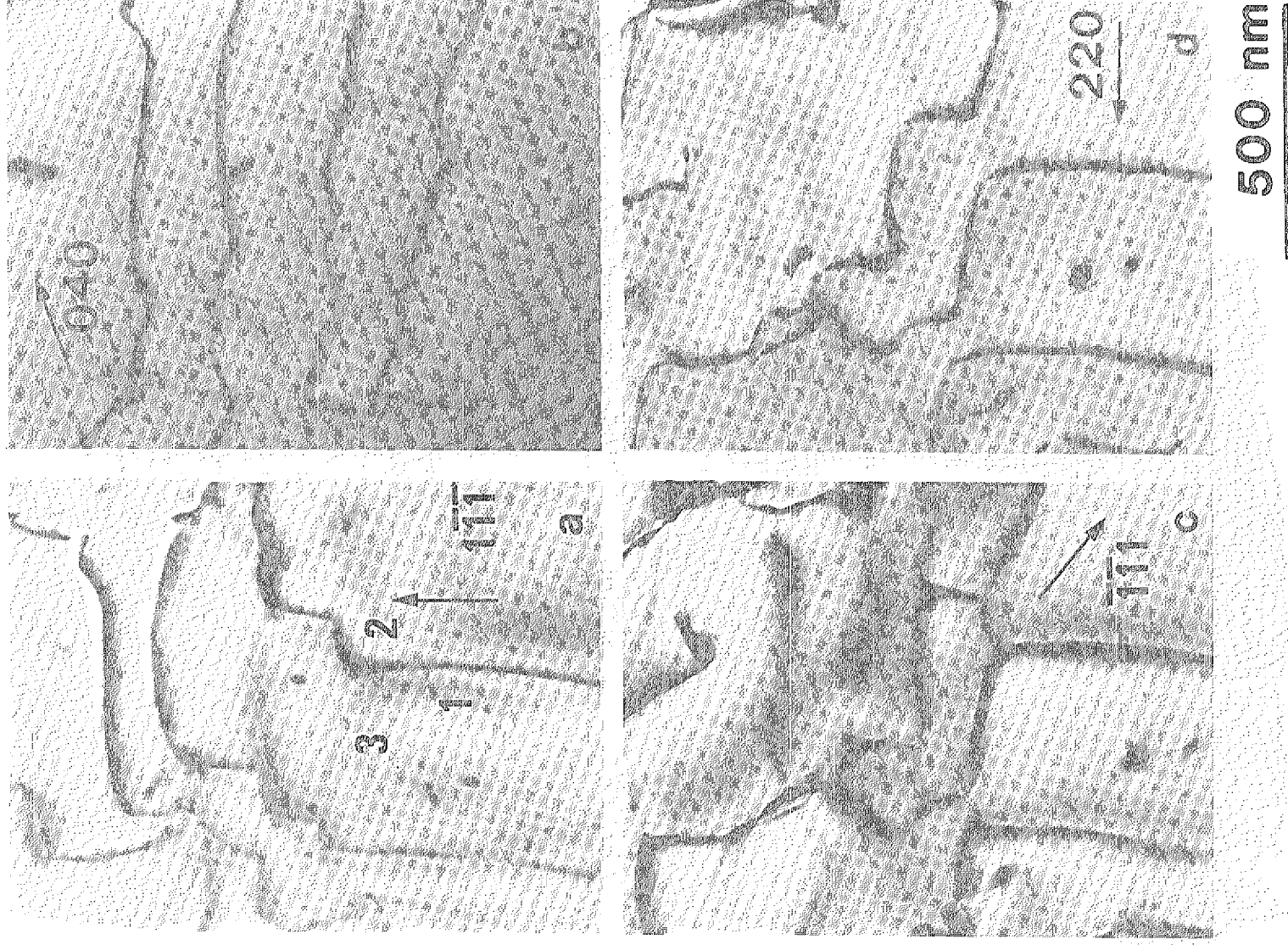


Abbildung 3.13: Analyse des Versetzungsnetzwerks im Bereich II:
 (a)–(d) Hellfeldaufnahmen mit unterschiedlichen Abbildungsvektoren.

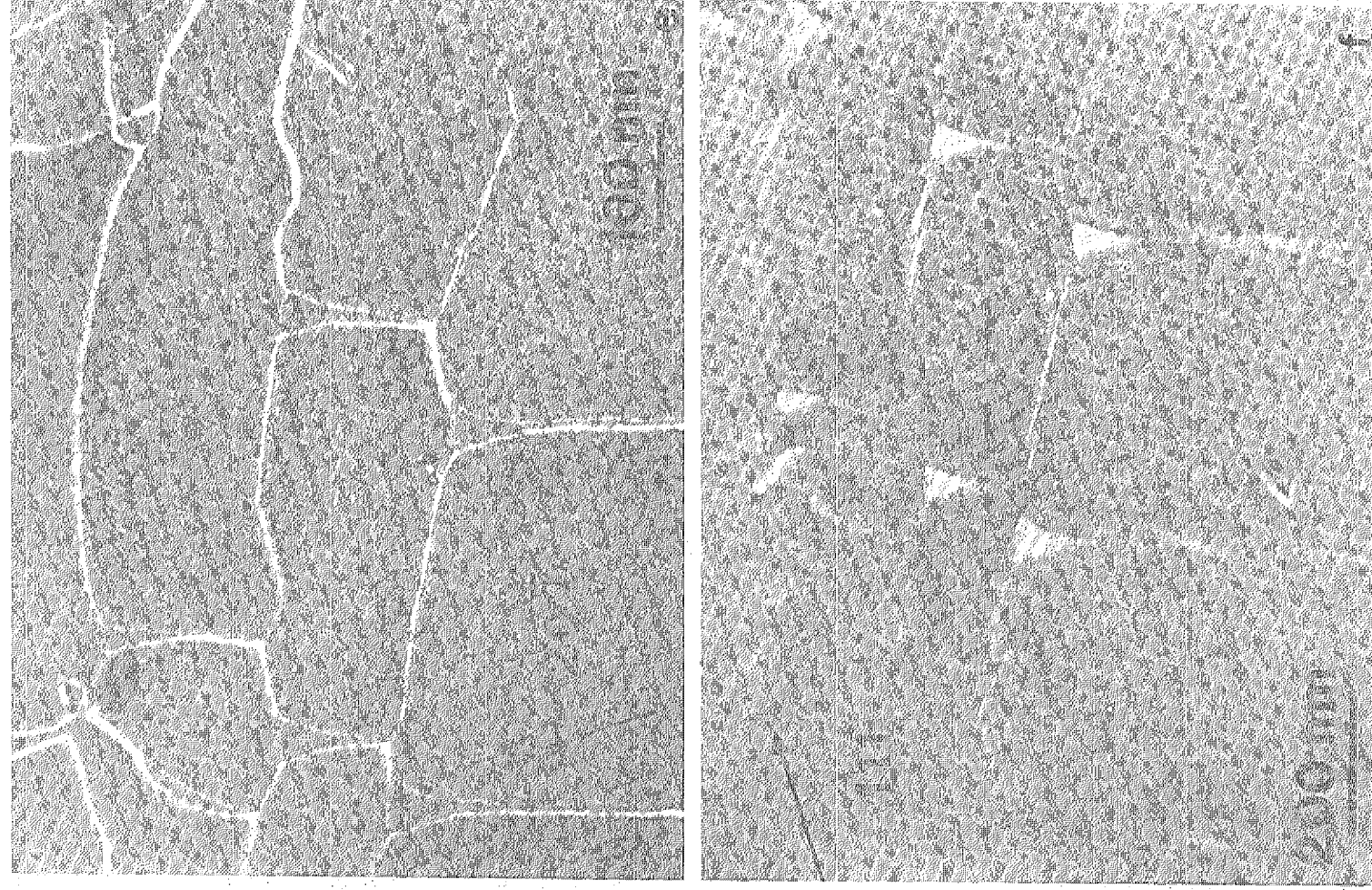


Abbildung 3.13: Analyse des Versetzungsnetzwerks im Bereich II: (e)–(f) Weak-Beam-Aufnahmen der Partialversetzungen (e) und der Stapelfehler in der Hauptgleitebene (f).

Abbildung 3.13 zeigt die Analyse eines typischen Versetzungsknotens aus den Versetzungen 1, 2 und 3. Die Abbildungen (a)–(d) stellen exemplarisch vier Auslöschungsbedingungen dar. Das völlige Verschwinden des Kontrasts der Versetzung 2 in Abbildung 3.13 d deutet darauf hin, daß $\mathbf{g} \cdot \mathbf{b} = 0$ ist und auch $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{u}) = 0$ ist, so daß der Burgersvektor $\frac{a}{2}[1\bar{1}0]$ betragen sollte (\mathbf{u} : Linienrichtung). Dies wird durch die zweite Auslöschungsbedingung (Abb. 3.13 c) bestätigt, in der die Versetzung allerdings einen schwachen Restkontrast aufweist. Eine Analyse der Linienrichtung zeigt jedoch, daß sie in etwa parallel zur $[121]$ -Richtung verläuft, und damit um 30° von der idealen Linienrichtung $\mathbf{u} = [110]$ abweicht, für die die Bedingung $\mathbf{g} \cdot (\mathbf{b} \times \mathbf{u}) = 0$ erfüllt ist. Benachbarte Versetzungen mit dem gleichen Kontrastverhalten haben dagegen die „ideale“ $[110]$ -Linienrichtung, so daß es sich bei diesen Versetzungen um Lomer–Cottrell–Versetzungen handelt. Für die Versetzung 3 und die Versetzung 1 ist je eine Auslöschungsbedingung in Abbildung 3.13 a bzw. b gezeigt. Die Resultate der Versetzungsanalyse sind in Tabelle 3.2 zusammengefaßt. Danach besteht der Versetzungsknoten aus einer primären 30° Versetzung und einer 60° Versetzung in der unerwarteten Gleitebene, die zu einer Versetzung reagieren, bei der es sich bis auf die kleine Abweichung der Linienrichtung von $[110]$ um eine Lomer–Cottrell–Versetzung handelt. Damit wird aus der Versetzungsanalyse deutlich, daß neben den Versetzungen im Hauptgleitsystem auch Versetzungen anderer Gleitsysteme gebildet werden. Dies ist auch aus Abbildung 3.12 an den Kontrastoszillationen einiger Versetzungen erkennbar, die bei schräg in der Probenfolie liegenden Versetzungen auftreten. Daher liegen diese Versetzungen nicht in der Hauptgleitebene. Aus den Weak-Beam-Dunkelfeldbildern (Abb. 3.13 e und f) ist ersichtlich, daß die Versetzung 1 in der $(\bar{1}\bar{1}1)$ -Ebene, die gleichzeitig auch die Bildebene ist, in Partialversetzungen aufgespalten ist. Die Stapelfehler, die in Abbildung 3.13 f hell abgebildet sind, weiten sich zum Knoten hin auf. Neben den hier analysierten Versetzungen wurden auch weitere Versetzungstypen beobachtet, die in Tabelle 3.2 aufgelistet sind.

Versetzung	\mathbf{b}	\mathbf{u}	\mathbf{n}	Gleitebenen	Typ
1	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$	$[1\bar{1}\bar{2}]$	$(1\bar{1}1)$	Hauptgleitebene	30°
2	$\frac{a}{2}[1\bar{1}0]$	$[121]$	$(\bar{1}13)$		
3	$\frac{a}{2}[1\bar{1}0]$	$[110]$	(001)	unerwartete Gleitebene	Lomer–Cottrell
	$\frac{a}{2}[0\bar{1}1]$	$[110]$	$(1\bar{1}\bar{1})$		60°
	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$	$[121]$	$(1\bar{1}1)$	Hauptgleitebene	90°
	$\frac{a}{2}[110]$		$(1\bar{1}1)$	Hauptgleitebene	

Tabelle 3.2: Versetzungsanalyse Bereich II

\mathbf{b} : Burgersvektor, \mathbf{u} Linienrichtung, $\mathbf{n} = \mathbf{b} \times \mathbf{u}$: Ebene der Versetzung, Versetzungen 1, 2 und 3 bilden einen Versetzungsknoten.

3.1.5 Versetzungsstruktur im Bereich III

Die Versetzungsstruktur im Bereich III ist im Gegensatz zu den vorangehenden Stadien der plastischen Verformung wesentlich komplexer. Auf der Übersichtsaufnahme 3.14 sind neben nahezu versetzungsfreien Gebieten Stellen extrem hoher Versetzungsdichte erkennbar, die eine Zellwand bilden. Für die dunklen punktförmigen Kontraste, die auf der Abbildung 3.14 und auf den folgenden Aufnahmen zu erkennen sind, konnte durch Aufnahme von Stereobildern [68] gezeigt werden, daß es sich um Verunreinigungsrückstände der Probenpräparation auf den Probenoberflächen handelt. Im unteren Teil des Bildes sind Ansätze eines rechtwinkligen Netzwerkes zu erkennen, dessen Linienrichtungen wie im Bereich II ungefähr entlang der $[110]$ und der $[1\bar{1}2]$ -Richtung verlaufen. Am oberen Rand des Bildes ist der Bereich höchster Versetzungsdichte zu beobachten, in dem aufgrund der hohen Verspannung der Probe im Hellfeldbild einzelne Versetzungen nur schwer aufzulösen sind. In der Ausschnittvergrößerung (Abb. 3.15) dieser Stelle sind mittels der Weak-Beam-Dunkelfeldmethode die Stapelfehler zwischen Partialversetzungen abgebildet. Die Stapelfehler, die sich parallel zur Hauptgleitebene erstrecken, zeigen hellen Kontrast, während die Stapelfehler auf den übrigen $\{111\}$ -Ebenen einen charakteristischen Streifenkontrast aufweisen. Neben Vergrößerungen der Aufspaltungsweiten an Versetzungsknoten sind ausgedehnte Stapelfehler in der Hauptgleitebene zu beobachten (Pfeil unten links in Abb. 3.15 a). An einigen Stellen ist eine dreidimensionale Vernetzung durch aufeinandertreffende Stapelfehler unterschiedlicher Gleitebenen zu erkennen (Pfeile in Abb. 3.15 a), während die aneinandergereihten hellen Dreiecke (Abb. 3.15 b) eine Vernetzung in der Hauptgleitebene bedeuten.

Die Zellwände bewirken, daß benachbarte, durch eine Zellwand voneinander getrennte Bereiche gegeneinander verkippt sind. Das wird in Abbildung 3.16 an dem unterschiedlichen Versetzungskontrast der Bereiche A und B deutlich, die durch eine nahezu senkrecht zur Probenebene verlaufende Versetzungswand getrennt sind. Der Abbildungsvektor $g_{(022)}$, um den die Probe verkippt wurde, deutet die Spur der konjugierten Gleitebene $\{11\bar{1}\}$ an, so daß die Versetzungswand in etwa parallel zur konjugierten Gleitebene verläuft. Auf der linken Seite der Wand A sind die Versetzungen verschwommen, dieser Bereich ist weit aus der Bragg-Lage verkippt, während rechts der Wand (Bereich B) nur eine leichte Verkipfung aus der Bragg-Lage vorliegt, so daß der Versetzungskontrast ausgeprägt ist.

Auch auf der Abbildung 3.16 findet man große versetzungsfreie Bereiche innerhalb des „Subkorns“. An vielen Versetzungen sind Kontrastoszillationen zu beobachten, die auf schräg in der Folie liegende Versetzungen hinweisen. Somit liegt eine hohe Dichte von Versetzungen nicht in der Hauptgleitebene, die sich parallel zur Probenfolie erstreckt. An ihrem typischen „Kaffeebohnenkontrast“ [68, 166] lassen sich die Versetzungsringe identifizieren, von denen einige auf Abbildung 3.16 durch Pfeile gekennzeichnet sind. Die Verteilung der Versetzungsringe ist inhomogen, es wurden Bereiche hoher Dichte an Versetzungsringen beobachtet, die jedoch selten zu Reihen angeordnet sind.

Ein Beispiel für einen Bereich hoher Ringdichte zeigt die Abbildung 3.17. Neben lang gestreckten Versetzungsringen entlang der $[121]$ -Richtung (sehr vereinzelt) sind auch zahlreiche, regellos angeordnete Versetzungsringe erkennbar (Pfeile). Wiederum fällt die inhomogene Verteilung der Versetzungen auf. Im Gegensatz zu den Abbildungen 3.14 und 3.16

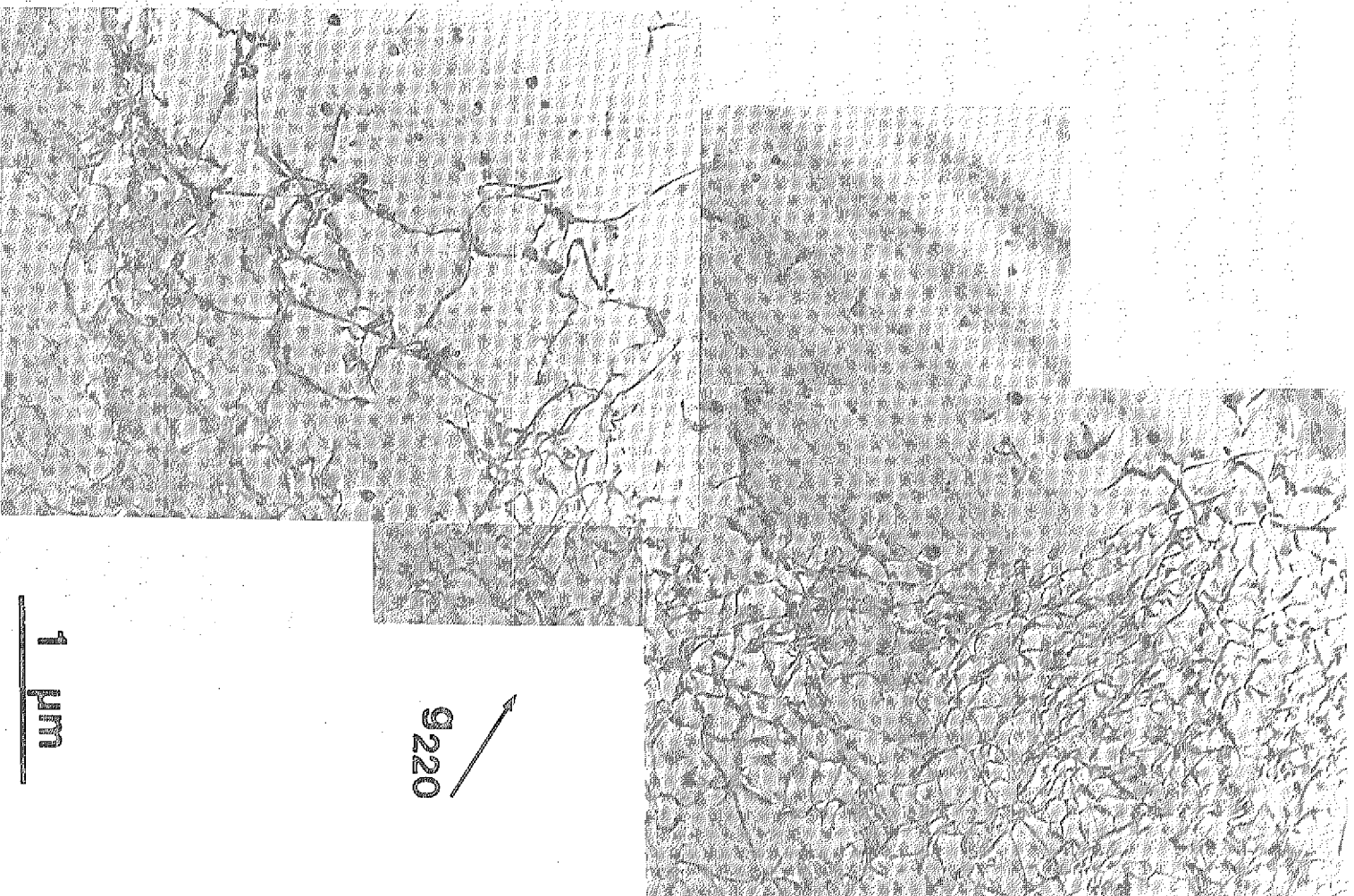


Abbildung 3.14: Übersichtsaufnahme einer Zellwand in der Hauptgleitenebene, Bereich III. Abbildungsvektor $g = [220]$, dunkle Flecken entsprechen Verunreinigungen auf der Probenoberfläche.

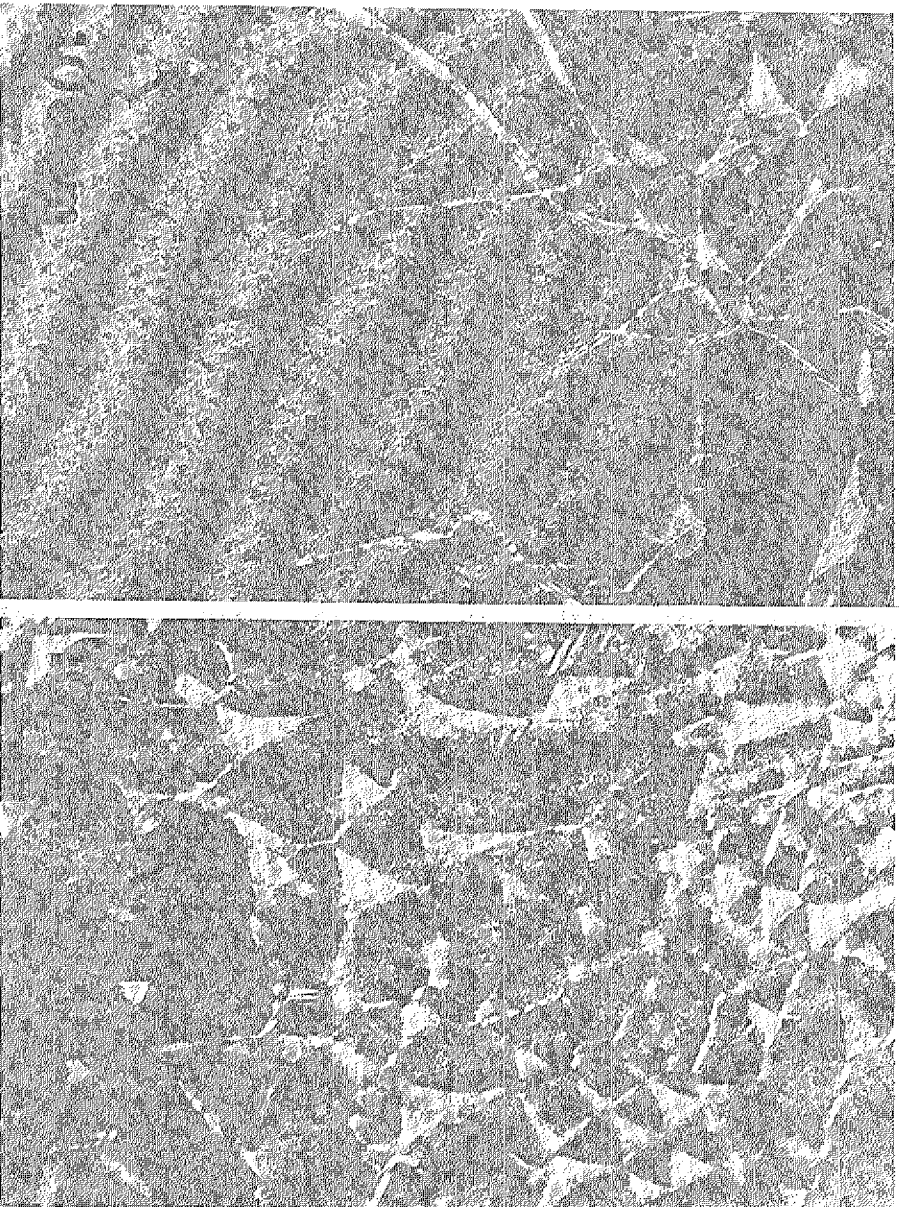


Abbildung 3.15: Weak-Beam-Aufnahme einer Zellwand: Stapelfehler der Hauptgleiteebene zeigen hellen Kontrast, Stapelfehler anderer Gleitebenen zeigen Streifenkontrast. (a): $\mathbf{g} = [111]$, Pfeil oben rechts deutet ausgedehnten Stapelfehler an, (b): $\mathbf{g} = [11\bar{1}]$, planares Netzwerk der Hauptgleitebene.

kann man hier ein Subkorn beobachten, in dem langgestreckte Versetzungen liegen, die bevorzugt entlang der $[110]$ - und $[011]$ -Richtung orientiert sind (Bereich A). Die Orientierung der Versetzungen entlang von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen deutet an, daß es sich hier wieder um Lomer-Cottrell-Versetzungen handeln könnte. Durch Kontrastanalysen unterschiedlicher Versetzungen (siehe unten) konnte die Existenz dieser Versetzungstypen im Bereich III bestätigt werden. Das Auftreten von Lomer-Cottrell-Versetzungen entlang unterschiedlicher $\langle 110 \rangle$ -Richtungen ist ein direktes Indiz für die gleichzeitige Aktivierung von Gleitsystemen auf unterschiedlichen $\{111\}$ -Ebenen. In der Zellwand im Bereich B findet man ungefähr rechtwinklige Anordnungen von Versetzungen entlang der $[1\bar{1}2]$ -Richtung und der $[110]$ -Richtung, die an das Netzwerk im Bereich II erinnern. Der Bereich C wird dagegen durch Versetzungen dominiert, die 30° - 45° von der $[110]$ -Richtung abweichen.

Im folgenden werden Ergebnisse von Versetzungsanalysen vorgestellt, die in Tabelle 3.3 aufgelistet sind. Abbildung 3.18 zeigt beispielhaft Weak-Beam-Bilder zweier Verset-

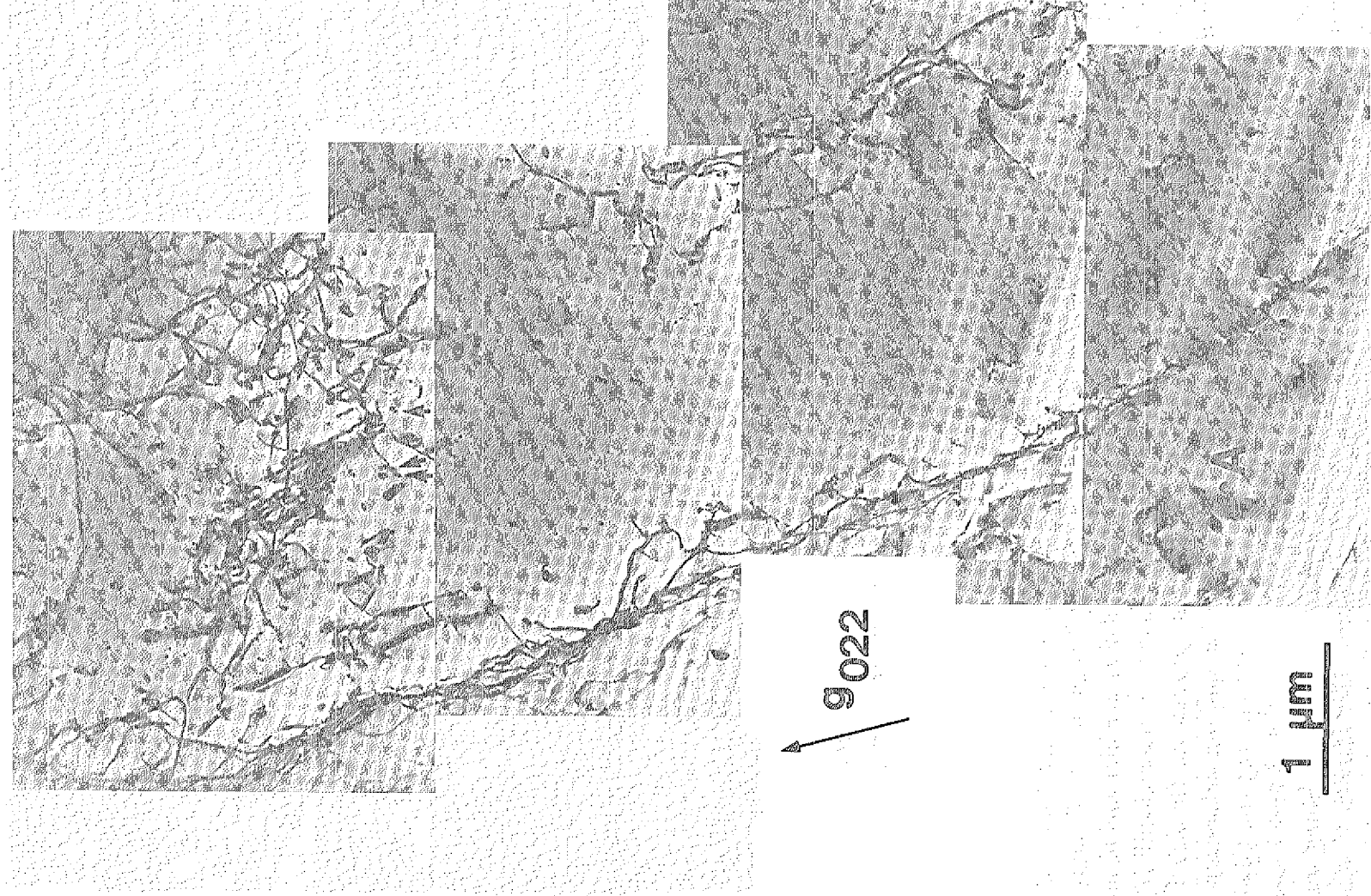


Abbildung 3.16: Subkorn im Bereich III: Durch die Zellwand getrennte Bereiche A und B sind gegeneinander verkippt, Pfeile kennzeichnen Versetzungsringe.

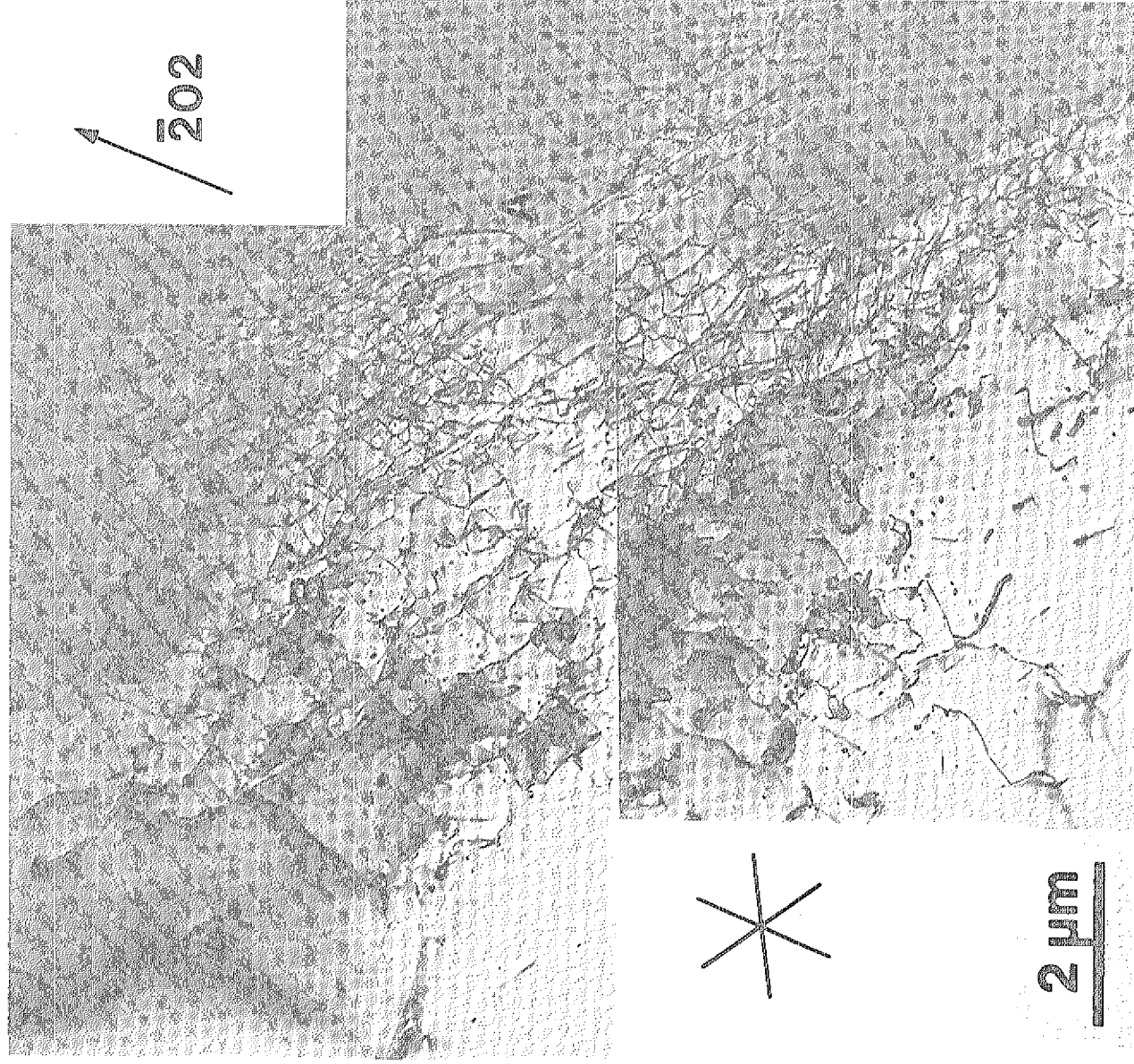


Abbildung 3.17: Übersichtsaufnahme der Versetzungsstruktur im Bereich III: $g = [220]$, Bereiche A : Inneres einer Zelle, Bereiche B und C: Zellwände unterschiedlicher Versetzungstypen.

zungsnetzwerktypen: das planare Versetzungsnetzwerk mit Burgersvektoren der Hauptgleitebene (linke Spalte) und das dreidimensionale Netzwerk (Abb. 3.18 d-f). Die Abbildungsbedingungen wurden so gewählt, daß die Stapelfehler der $(1\bar{1}1)$ -Ebene hell (3.18 a) und die Stapelfehler der $(1\bar{1}\bar{1})$ -Ebene im Streifenkontrast (3.18 d) abgebildet werden. Um nur die Partialversetzungen beobachten zu können, wurden Abbildungsvektoren ein-

Versetzung		b	u	n	Gleitebene	Typ
planares Netzwerk	1	$\frac{a}{2}[011]$	$\approx[011]$	$(1\bar{1}\bar{1})$	HGE	0°
	2	$\frac{a}{2}[110]$	$\approx[110]$	$(1\bar{1}\bar{1}), (1\bar{1}\bar{1})$	HGE, unerw.GE	0°
	3	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$	$\approx[10\bar{1}]$	$(1\bar{1}\bar{1}), (111)$	HGE, QGE	0°
	4	$\frac{a}{2}[011]$	$\approx[101]$	$(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$	konj.GE	60°
	5	$\frac{a}{2}[110]$?	?	?	
	6	$\frac{a}{2}[110]$?	?	?	
	7	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$	$\approx[10\bar{1}]$	$(1\bar{1}\bar{1})$	HGE	0°
Versetzungen 1,3 und 7 sind aufgespalten in der HGE.						
dreidimensionales Netzwerk	1, 1'	$\frac{a}{2}[0\bar{1}\bar{1}]$	$[110]$	$(1\bar{1}\bar{1})$	unerw.GE	60°
	2	$\frac{a}{2}[1\bar{1}\bar{0}]$?	?	?	
	2'	$\frac{a}{2}[1\bar{1}\bar{0}]$?	$(1\bar{1}\bar{1})$	HGE	
	3, 3'	$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$	$\approx[10\bar{1}]$	$(1\bar{1}\bar{1}), (111)$	HGE, QGE	0°
Lomer-Cottrell-Versetzung		$\frac{a}{2}[1\bar{1}\bar{0}]$	$[110]$	(001)	-	90°
Schraubenversetzung		$\frac{a}{2}[110]$	$[110]$	$(1\bar{1}\bar{1}), (1\bar{1}\bar{1})$	HGE, unerw.GE	0°
60° -Versetzung		$\frac{a}{2}[10\bar{1}]$	$[110]$	$(1\bar{1}\bar{1})$	HGE	60°

Tabelle 3.3: Versetzungsanalyse Bereich III: b: Burgersvektor, u: Linienrichtung, $n = (b \times 1)$: Ebene der Versetzung, HGE = Hauptgleitebene, QGE = Quergleitebene, konj.GE = konjugierte Gleitebene, unerw.GE = unerwartete Gleitebene; Bezeichnung der Versetzungen: siehe Abb. 3.18.

gestellt, die parallel zu $\langle 110 \rangle$ -Richtungen sind (Abb. 3.18 b und e). Die Analysen der Burgersvektoren und Linienrichtungen der Versetzungen zeigen, daß die planaren Versetzungsnetzwerke (Abb. 3.18 a-c) hauptsächlich aus Schraubenversetzungen bestehen, deren Linienrichtung nur wenig ($<10^\circ$) von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen der Hauptgleitebene abweichen. Die Versetzung 4 in Abbildung 3.18, die nicht in der Hauptgleitebene sondern in der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Ebene liegt, verbindet die komplanaren Versetzungsstrukturen der Hauptgleitebene. Die Versetzungen 1, 3 und 7 sind in der Hauptgleitebene in Partialversetzungen aufgespalten, so daß die Stapelfehler Dreiecke zwischen den Versetzungsknoten aufspannen.

Ein Beispiel für ein dreidimensionales Versetzungsnetzwerk zeigt die Abbildung 3.18 d, auf der zwei Knoten aus den Versetzungen 1, 2 und 3 bzw. 1', 2', und 3' mit gleichem Kontrastverhalten gezeigt sind. Die Knoten bestehen aus einer Schraubenversetzung (3, 3'), einer 60° -Versetzung der $(1\bar{1}\bar{1})$ -Ebene (1, 1') und einer Versetzung mit Burgersvektor $\frac{a}{2}[1\bar{1}\bar{0}]$ (2, 2'). Die Linienrichtung und somit auch die Ebene der Versetzung 2 läßt sich aufgrund ihrer gekrümmten Versetzungslinie nicht bestimmen. Die 60° -Versetzung 1 ist

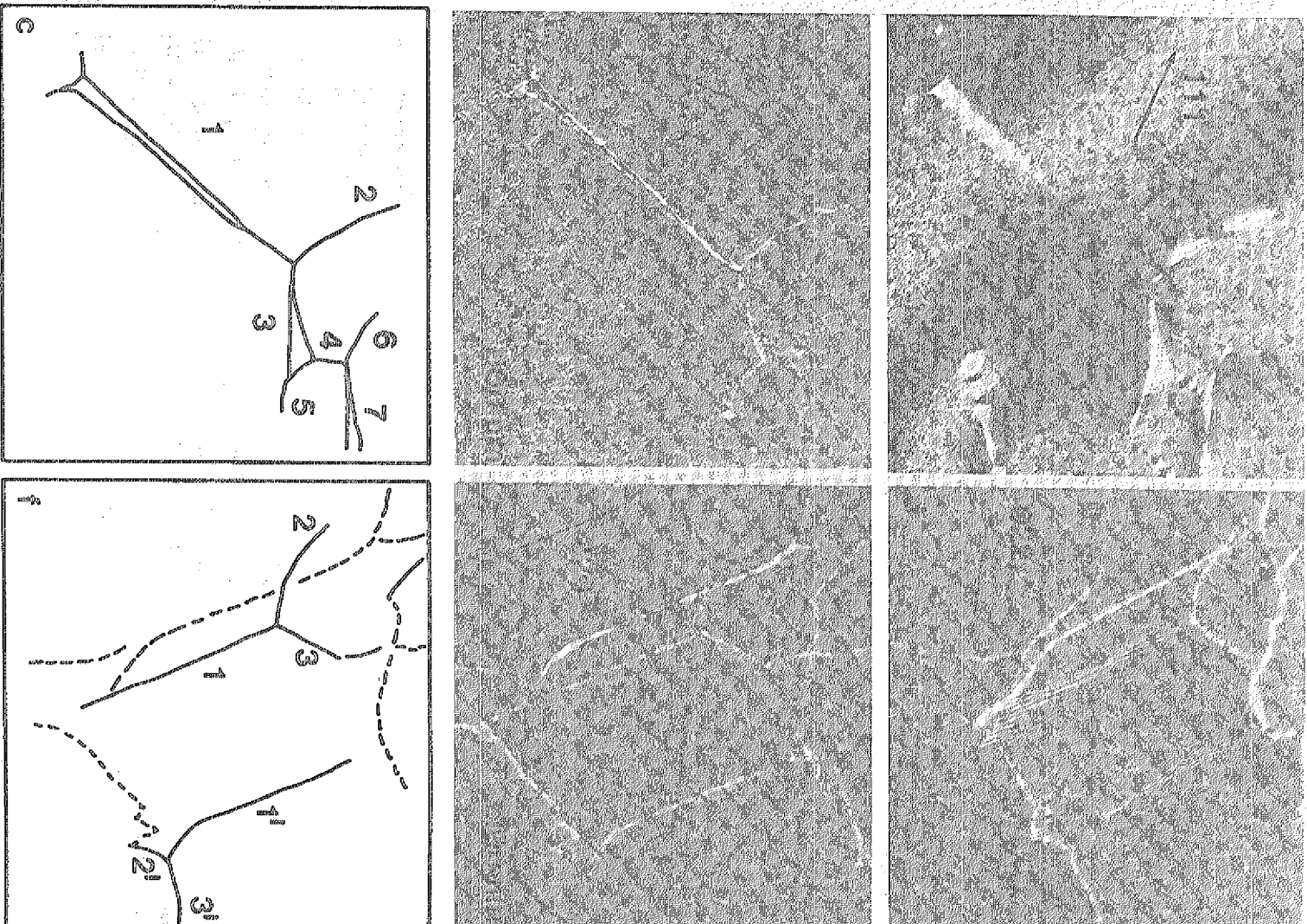


Abbildung 3.18: Versetzungsnetzwerke im Bereich III:

Linke Spalte: Weak-Beam-Aufnahmen und Schemazeichnung des planaren Netzwerks

Rechte Spalte: Weak-Beam-Aufnahmen und Schemazeichnung des dreidimensionalen Netzwerks.

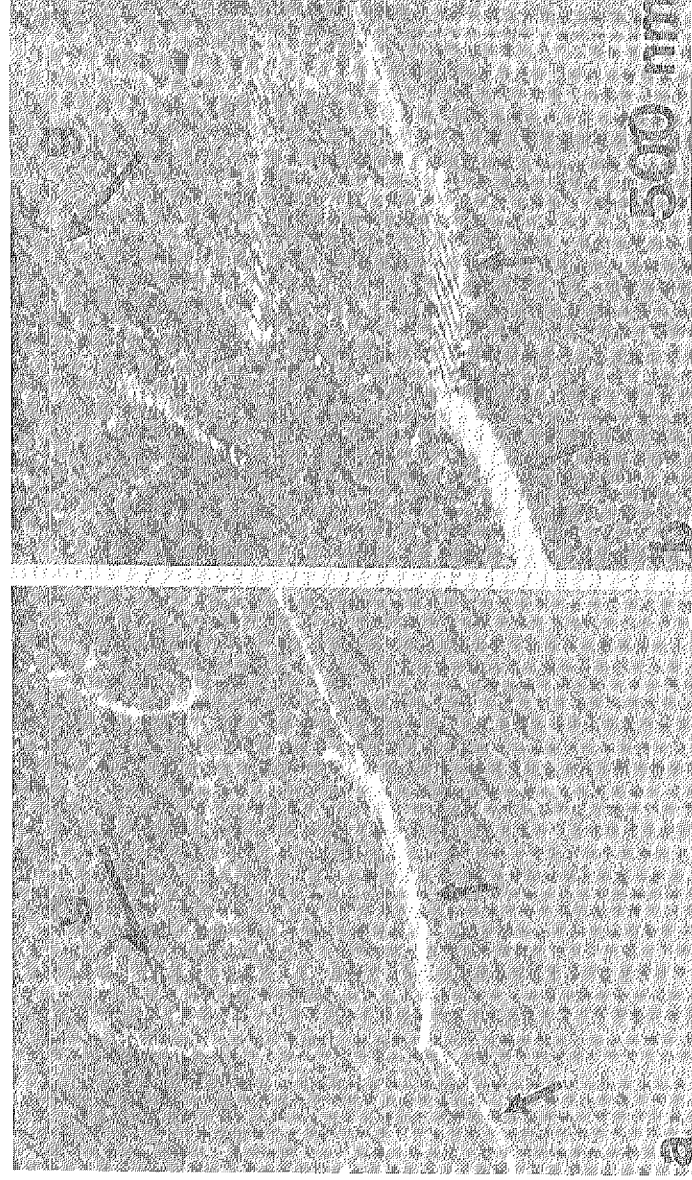


Abbildung 3.19: *Weak-Beam-Dunkelfeldaufnahmen einer quergleitenden Schraubenversetzung: (a) Abbildungsvektor $g = [20\bar{2}]$ $g \parallel b$, $g = [220]$*

in Partialversetzungen aufgespalten, die einen großen, dreieckigen Stapelfehler, erkennbar am Streifenkontrast, beranden. An der Versetzung 1' ist der Streifenkontrast nur ansatzweise zu erkennen.

Die Analyse weiterer Versetzungen hat die Existenz zahlreicher Schraubenversetzungen entlang $[110]$ nochmals bestätigt, die sowohl in der Hauptgleitebene als auch in der unerwarteten Gleitebene beweglich sind. Abbildung 3.19 zeigt ein Beispiel einer Schraubenversetzung, die in diesen beiden Gleitebenen aufgespalten ist. Der linke Teil der Versetzung, von der in Abbildung 3.19 a beide Partialversetzungen, in Abbildung 3.19 b dagegen der eingeschlossene Stapelfehler zu erkennen ist, zeigt eine Aufspaltung in der Hauptgleitebene. Der Stapelfehlerkontrast, der eigentlich bei Abbildung mit $g = [220]$ nicht erkennbar sein sollte, entsteht in diesem Fall durch die Anregung weiterer Reflexe, so daß ein Mehrstrahlfall vorliegt. Der rechte Teil zeichnet sich in Abbildung 3.19 b durch einen Streifenkontrast aus, der durch den Stapelfehler auf der unerwarteten Gleitebene zustande kommt. Am Punkt des Gleitebenenwechsels befindet sich eine Einschnürung, so daß hier lokal keine Aufspaltung in Partialversetzungen vorliegt.

Darüber hinaus konnten vereinzelt Lomer-Cottrell-Versetzungen beobachtet werden (s. Tabelle 3.3). Auch 60° Versetzungen, sowohl in der Hauptgleitebene als auch in anderen $\{111\}$ -Ebenen, kennzeichnen die Versetzungsstruktur im Bereich III.

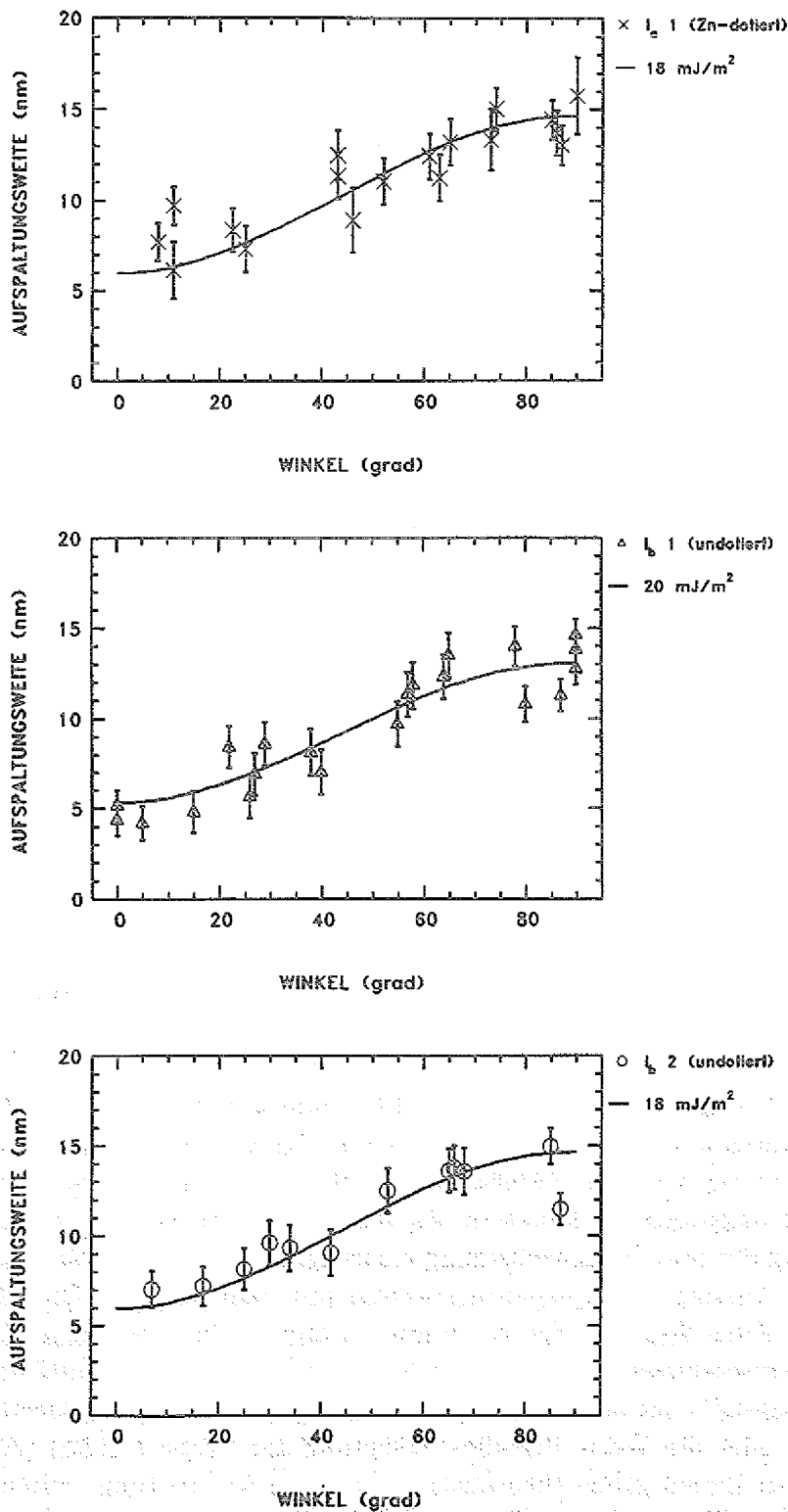


Abbildung 3.20: Aufspaltungsweiten der einzelnen Proben: a: $I_a 1$ (Zn) durchgezogenen Kurve: $\gamma = 17.9 \text{ mJ/m}^2$ b: $I_b 1$ durchgezogenen Kurve: $\gamma = 20.1 \text{ mJ/m}^2$ c: $I_b 2$ durchgezogenen Kurve: $\gamma = 17.9 \text{ mJ/m}^2$

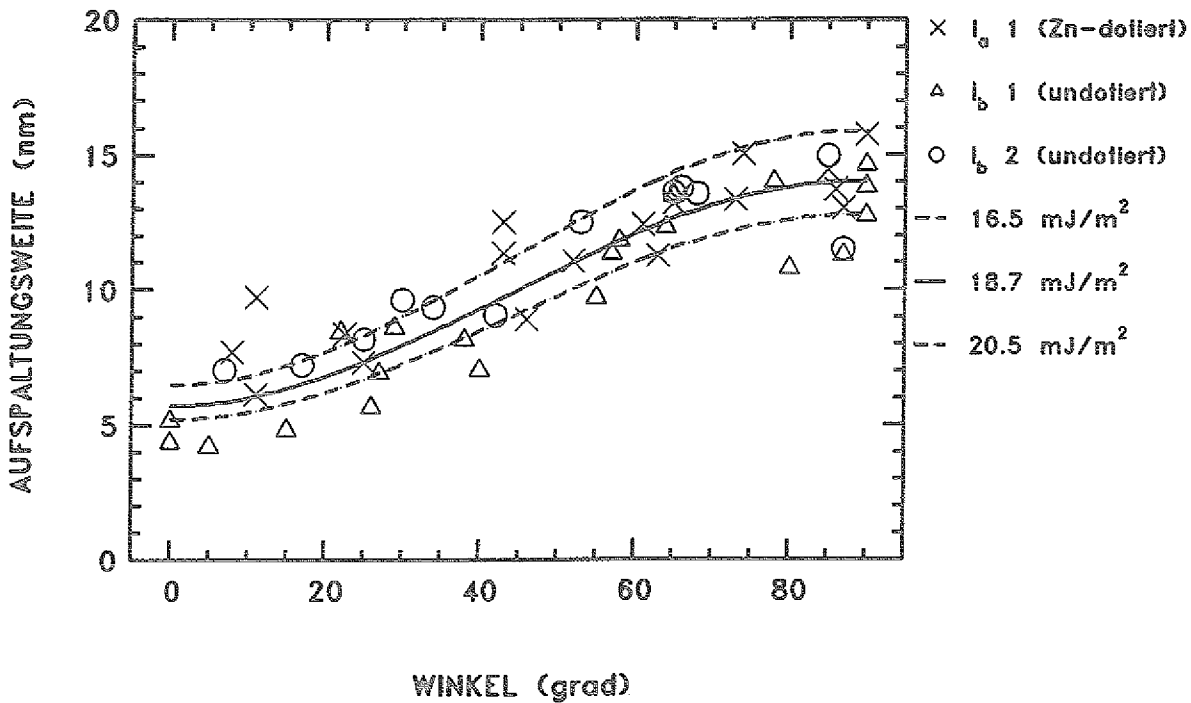


Abbildung 3.21: Aufspaltungsweiten aller Proben:
 durchgezogene Kurve: $\gamma = 18.7 \text{ mJ/m}^2$
 gestrichelte Kurven: 2σ -Umgebung $\gamma = 16.2 \text{ mJ/m}^2$ bzw. $\gamma = 21.2 \text{ mJ/m}^2$

3.1.6 Messung und Auswertung der Aufspaltungsweiten

Die Analyse der Aufspaltungsweiten nach dem im Kapitel 2.2.3 beschriebenen Verfahren erfolgte an den Proben $I_a 1(\text{Zn})$ (Zn-dotiert) und I_b (undotiert), die nur bis in den Bereich I verformt worden waren und somit vergleichsweise niedrige Versetzungsdichten hatten (vgl. Tabelle 3). (Im Anhang A sind alle Meßwerte aufgelistet.) In Abbildung 3.20 ist für jede Probe die Aufspaltungsweite als Funktion des Winkels Θ dargestellt, den Burgersvektor und Linienrichtung der jeweiligen Versetzung einschließen. Für alle Proben zeigt sich ein charakteristischer Anstieg der Aufspaltungsweiten mit dem Winkel. Die Meßwerte erstrecken sich über einen Wertebereich von 5 nm bei reinen Schraubenversetzungen bis zu 15 nm bei Stufenversetzungen. In Abbildung 3.20 ist eine starke Streuung der Meßwerte gleichen Versetzungstyps zu erkennen, wie z.B. die Stufenversetzungswerte der Probe $I_b 1$ (Abb. 3.20 b) oder die Werte der 40° -Versetzung der Probe $I_a 1(\text{Zn})$ (Abb. 3.20 a). Die durchgezogenen Linien geben theoretisch berechnete Aufspaltungsweiten wieder, die aus der anisotropen Elastizitätstheorie nach [100] bestimmt wurden. Das Programm ANCALC [100] berechnet die Wechselwirkungsenergie $E(\Theta) = \gamma \cdot \Delta(\Theta)$ (γ = Stapelfehlerenergie). Durch Minimierung der Abstandskvadrat wurden die theoretischen Kurven an die Meßwerte angepaßt und so der Wert der Stapelfehlerenergie γ der einzelnen Pro-

ben zu 18mJ/m^2 – 20mJ/m^2 bestimmt. Da der statistische Fehler der Stapelfehlerenergie so groß ist, daß sich die 3σ -Umgebungen¹ um die Kurven überschneiden, kann kein signifikanter Unterschied der Stapelfehlerenergie-Werte der einzelnen Proben festgestellt werden. Daher wurden die Meßwerte in Abbildung 3.21 zusammengefaßt. Die durchgezogene Kurve wurde nun unter Berücksichtigung aller Meßwerte ermittelt und entspricht einer Stapelfehlerenergie γ von $(18.7 \pm 1.3) \text{ mJ/m}^2$ (1σ -Fehler). Mit Berücksichtigung der Fehlerbalken (siehe Abb. 3.20) fallen nahezu alle Meßwerte in die 2σ -Umgebung, die durch die gestrichelten Kurven dargestellt ist.

3.2 Diskussion

Im folgenden wird die Entstehung der Defektstruktur durch die plastische Verformung diskutiert. Dazu sind die wichtigsten Ergebnisse der Charakterisierung der Versetzungsstrukturen in den unterschiedlichen Stadien der Verformung in Tabelle 3.4 noch einmal zusammengefaßt. Bevor jedoch die plastischen Eigenschaften auf mikroskopischer Ebene diskutiert werden, wird auf die Verformungskurve eingegangen.

3.2.1 Plastisches Verhalten von InP

Die in dieser Arbeit verformten Proben zeigen das für Halbleiter typische Verformungsverhalten. Wie bereits in der Arbeit von Siethoff et al. beschrieben [174], zeichnen sich verformte Proben durch mehrere Verformungsstadien unterschiedlicher Verfestigung aus (siehe Kap. 1.1, S. 11). Ein Vergleich der Abbildungen 1.1, die von Siethoff et al. veröffentlicht wurde, und 3.2 zeigt, daß die hier behandelten Proben bis maximal in die erste Erholungsstufe (Bereich III) verformt wurden.

Zum Vergleich der unterschiedlich behandelten Proben bieten sich die unteren Streckgrenzen an, die in Tabelle 3.1, Seite 42 zusammen mit den Verformungsbedingungen aufgelistet sind. Die Verformungsgeschwindigkeiten betragen für alle Proben zunächst etwa $1 \cdot 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ein Vergleich der unteren Streckgrenzen der bei $600 \text{ }^\circ\text{C}$ verformten Proben zeigt, daß der Wert der Zn-dotierten Proben höher liegt als der der undotierten Proben. Dieses Verhalten, das auch von Völkl [206] beobachtet wurde, zeigt eine Härtung des Materials, die durch die Behinderung der Versetzungsbewegung durch Verunreinigungsatome erklärt werden kann (siehe Kap. 1.1). Niedrige Versetzungsgeschwindigkeiten werden durch die Diffusion von Fremdatomen bestimmt, die sich im Spannungsfeld der Versetzungen ansammeln. Bei hohen Versetzungsgeschwindigkeiten muß man sich die Versetzungsbewegung als viskoses Gleiten vorstellen, da die Verunreinigungen als Hindernisse wirken. Auch für die Dotierung mit Schwefel wurde eine Erhöhung der Fließspannung bei sonst gleichen Verformungsbedingungen beobachtet [37, 78, 148, 207].

Bemerkenswert ist jedoch, daß auch für die undotierten Proben unterschiedlich hohe Spannungen an der unteren Streckgrenze beobachtet werden. Vergleicht man die Proben I₁1

¹Die 3σ -Umgebung legt den Wertebereich fest, in den ein Meßwert mit einer Wahrscheinlichkeit von 99% fällt (2σ -Umgebung 95%; 1σ -Umgebung 67%).

und I_b2, die beide bei gleichen Verformungsbedingungen komprimiert wurden, so erkennt man für die Probe I_b1 ($\tau_{ly} = 4.56$ MPa) eine deutlich höhere Spannung als für die Probe I_b2 ($\tau_{ly} = 3.13$ MPa). Eine mögliche Erklärung für diese Diskrepanz könnte eine größere Konzentration an Verunreinigungsatomen in der Probe I_b1 sein; diese Probe stammt von einem anderen Hersteller als die Probe I_b2. Diese Verunreinigungen wirken dann wie die Dotierstoffe. In Proben, die vom gleichen Hersteller stammen, stimmen die Spannungswerte der Streckgrenzen in etwa überein, z.B. für die Proben (Hersteller: Crismatec) I_a3 ($\tau_{ly} = 4.61$ MPa), I_b1 ($\tau_{ly} = 4.56$ MPa) und I_b3 ($\tau_{ly} = 4.37$ MPa).

3.2.2 Entwicklung der Versetzungsstrukturen mit zunehmender Verformung

Die Untersuchung der Versetzungsanordnungen

Für das Verständnis des plastischen Verhaltens ist die Untersuchung eingefrorener Versetzungen zweckmäßig, so daß die beobachtete Versetzungsanordnung direkt als Resultat der Verformung interpretiert werden kann. In der Literatur wurde darauf hingewiesen, daß sich die Versetzungsstrukturen in verformten Cu-Einkristallen im belasteten Kristall von denen im unbelasteten Fall unterscheiden [70, 71]. Auch bei der Verformung von Elementhalbleitern wurde darauf geachtet, eingefrorene Versetzungsanordnungen [5, 6] zu analysieren. Im Fall der Cu-Verformung unterscheiden sich die eingefrorenen Versetzungsanordnungen von den relaxierten Versetzungsstrukturen nur durch die Umlagerung freier primärer Versetzungen; Versetzungsschichten und -wände bleiben dagegen erhalten [22, 71]. Die in dieser Arbeit untersuchten Proben wurden nach der plastischen Verformung nicht unter Last abgekühlt, so daß man von relaxierten Versetzungsanordnungen ausgehen kann. Es ist daher zu erwarten, daß freie, gleitfähige Versetzungen ihre Position nach der Entlastung verändern, während die Netzwerkstrukturen auch nach dem Abkühlen erhalten bleiben. Auch die Präparation der TEM-Folien kann eine Änderung der ursprünglichen Versetzungsstruktur bewirken. Hier sind zwei Aspekte zu beachten: die Entstehung neuer Defekte und die Veränderung der ursprünglich vorhandenen Defekte. Speziell InP ist aufgrund seiner starken Sprödigkeit anfällig für die Entstehung präparationsinduzierter Defekte, z.B. Mikro-Risse und Versetzungscluster [53], die jedoch in den hier untersuchten Proben nicht beobachtet werden konnten. Die Änderung der Aufspaltungsweiten an den Durchstoßpunkten dissoziierter Versetzungen mit den Probenoberfläche (vgl. Abb. 3.5) deutet auf eine Versetzungsbewegung während der Präparation hin. Diese Beobachtung wurde in der Literatur als Plastizität — also Beweglichkeit der Versetzungen — von InP bei Raumtemperatur gedeutet [90].

Die Entstehung der Versetzungsanordnung in den unterschiedlichen Stadien der plastischen Verformung

Bereich I: Durch die Wahl einer $\langle 123 \rangle$ -Verformungsachse ist die Bildung der Versetzungen im Hauptgleitsystem bevorzugt (siehe auch Tabelle 2.1). Aus Tabelle 3.4, in der die wichtigsten Ergebnisse der elektronenmikroskopischen Untersuchungen zusammenge-

Typische Versetzungsstrukturen		
Bereich I	Bereich II	Bereich III
Versetzungsdichte: $5 \cdot 10^8 \text{ cm}^{-2}$ Proben I_a : <ul style="list-style-type: none"> • hauptsächlich Versetzungen in $(1\bar{1}1)[10\bar{1}]$ • dominant: Stufendipole entlang $[121]$ • wenige Schrauben- und 60°-Versetzungen • sehr selten Versetzungen auf anderen Gleitebenen • kleine Versetzungsringe (\varnothing ca. 50 nm), häufig angeordnet zu Reihen entlang $[121]$ Proben I_b : <ul style="list-style-type: none"> • gleiche Versetzungstypen wie I_a • „schwache“ Linien entlang $\langle 110 \rangle$ • zahlreiche kleine Versetzungsringe (\varnothing ca. 50 nm), Bildung von langen Reihen entlang $\langle 112 \rangle$- und $\langle 110 \rangle$-Richtungen 	Versetzungsdichte: $1 - 5 \cdot 10^9 \text{ cm}^{-2}$ <ul style="list-style-type: none"> • rechtwinkliges Netzwerk aus 30°-Versetzungen des Hauptgleitsystems und 60°-Versetzungen der unerwarteten Gleitebene • Reaktionsprodukt: Lomer-Cottrell-Versetzung • wenige Stufenversetzungen und -dipole entlang $[121]$ • wenige Versetzungsringe 	Versetzungsdichte: Zellwand : $> 10^{10} \text{ cm}^{-2}$ Subkorn: z.T. versetzungsfrei <ul style="list-style-type: none"> • ausgeprägte Zellstruktur • Versetzungswände trennen gegeneinander verkippte Subkörner • Zellwände umschließen versetzungsarme, z.T. sogar versetzungsfreie Bereiche • planare Netzwerke: Schraubenversetzungen in der Hauptgleitebene • dreidimensionale Netzwerke: 60°-Versetzungen der unerwarteten Gleitebene, Schraubenversetzungen der Hauptgleitebene • große Aufspaltungsweiten der Partialversetzungen in den Netzwerkknoten • wenige Lomer-Cottrell-Versetzungen • wenige Versetzungsringe, aber Bereiche höherer Ringdichte

Tabelle 3.4: Zusammenfassung der beobachteten Versetzungsstrukturen

faßt sind, ist zu erkennen, daß sowohl für die Proben I_a als auch für die Proben I_b sehr ähnliche Versetzungsanordnungen und -typen des Hauptgleitsystems beobachtet werden. Im Gegensatz zu den Elementhalbleitern gibt es in den Verbindungshalbleitern jeweils α - und β -Versetzungen für identische Versetzungstypen, deren Versetzungsgeschwindigkeiten unterschiedlich groß sind [222, 188] (siehe Kap. 2.2.2, S. 28). Daher kann man nicht gleichmäßig wachsende, hexagonale Versetzungsringe erwarten, sondern beobachtet Versetzungskonfigurationen, welche die Versetzungsgeschwindigkeiten widerspiegeln [57]. Wie

im GaAs sind im InP die Versetzungsgeschwindigkeiten von α -, β - und Schraubenversetzungen zudem abhängig von der Dotierung [221]. Nach Abbildung 3.22 ist im undotierten Kristall die Geschwindigkeit der Schraubenversetzungen, im p-dotierten Fall dagegen die der α -Versetzungen, am niedrigsten. Es ist daher zu erwarten, daß die Versetzungsstruktur zunächst hauptsächlich aus dem Versetzungstyp der niedrigsten Geschwindigkeit, also im undotierten Fall aus Schraubenversetzungen, besteht. Dies stimmt mit Beobachtungen von Gall et al. [78] überein, die im mikroplastischen Bereich – das ist der Bereich der Spannungs-Dehnungskurve vor dem Erreichen der oberen Streckgrenze – eine homogene Struktur aus primären Schraubenversetzungen finden.

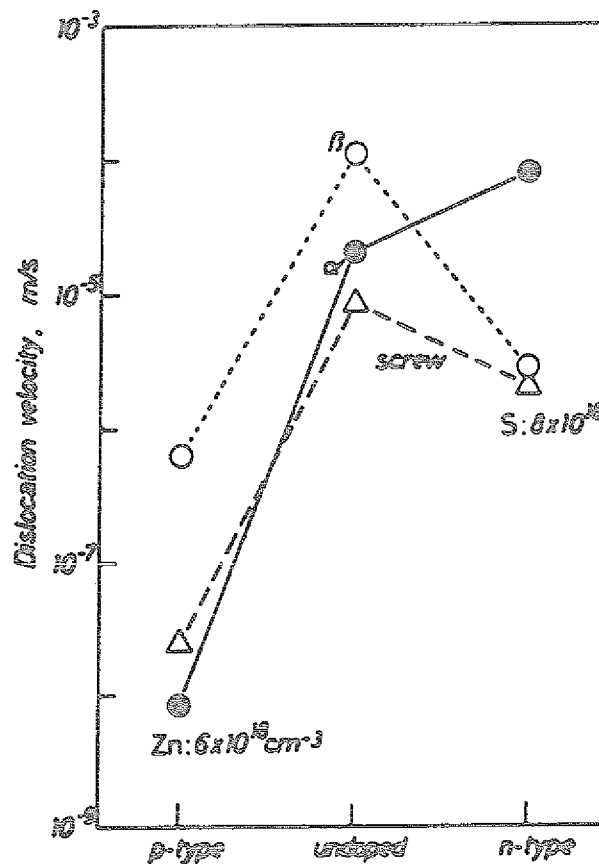


Abbildung 3.22: Versetzungsgeschwindigkeiten in InP nach [221]

Im Easy-Glide Bereich wurde jedoch in dieser Arbeit sowohl in undotierten (Proben Ia) als auch in p-dotierten (I_b) Proben eine Versetzungsstruktur beobachtet, die von Stufendipolen des Hauptgleitsystems dominiert wird (vgl. Tab. 3.4, S.71). Schraubenversetzungen treten dagegen nur selten auf. Diese Beobachtungen stimmen mit denen in anderen Halbleitern wie GaAs [218], Ge [5, 6] und Si [158], sowie mit Untersuchungen der Versetzungsstrukturen in kubisch-flächenzentrierten (kfz-) Metallen [22, 182] überein. Aus diesem Vergleich zeigt sich, daß die Versetzungsstruktur in InP weniger durch die Unterschiede in den Versetzungsgeschwindigkeiten der verschiedenen Versetzungstypen begründet ist als vielmehr in der Wechselwirkung der Versetzungen miteinander oder der

Wechselwirkung von Versetzungen mit Fremdatomen bzw. Fremdatomagglomeraten.

Aus dem Auftreten der gleichen Versetzungstypen und -anordnungen in den unterschiedlichen Materialien ergeben sich noch weitere Konsequenzen: Da im Gegensatz zu den hier verformten InP-Proben die Defektstruktur z.B. in Ge [5, 6] an eingefrorenen Versetzungen untersucht wurde, ändert sich die Versetzungsanordnung offensichtlich auch im Bereich I beim Abkühlen ohne Last wenig.

Im folgenden werden die Entstehungsmechanismen der beobachteten Versetzungstypen im Bereich I der plastischen Verformungskurve im Vergleich mit der Literatur diskutiert: Die geringe Dichte primärer Schraubenversetzungen ist durch die Annihilation von Schrauben mit antiparallelem Burgersvektor zu erklären [5, 182]. Nähern sich zwei Schraubenversetzungen verschiedener Versetzungsquellen auf nah benachbarten Gleitebenen, so ist ihre Annihilation durch Quergleitung (s.u.) möglich.

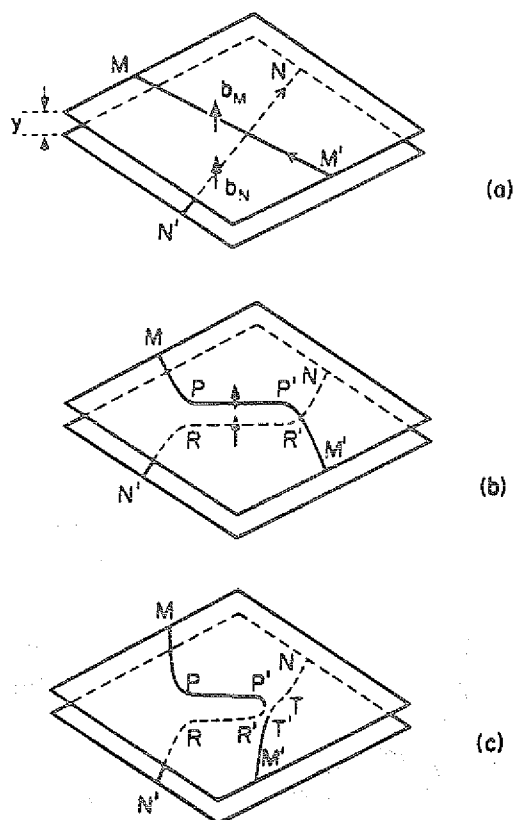


Abbildung 3.23: Entstehungsmechanismus der Stufendipole nach [193]

Für die Entstehung der beobachteten Stufendipole werden in der Literatur zwei prinzipiell unterschiedliche Mechanismen vorgeschlagen. Abbildung 3.23 zeigt schematisch das Entstehungsmodell nach Tetelmann [193]. Zwei Versetzungen MM' und NN' (a) mit antiparallelem Burgersvektor, die auf unterschiedlichen komplanaren Gleitebenen sind, ordnen sich entlang des Stücks PP' bzw. RR' parallel (b). Diese Anordnung der Versetzungen ist stabil, wenn der Abstand der Gleitebenen hinreichend klein ist, so daß die

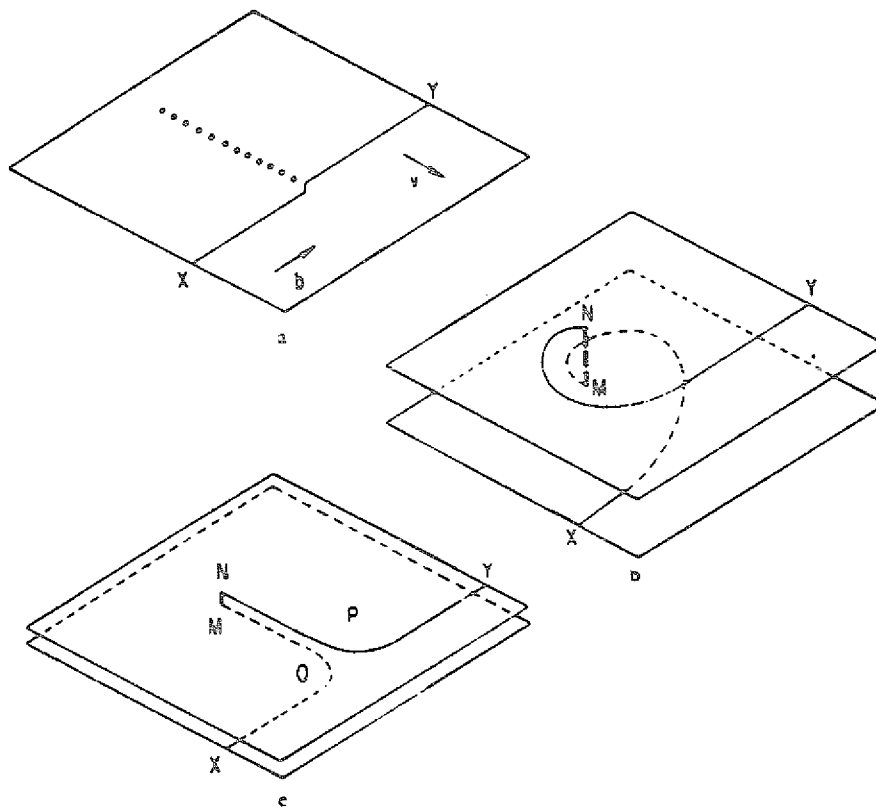


Abbildung 3.24: Entstehungsmechanismus der Stufendipole aus nicht gleitfähigen Sprüngen in Schraubenversetzungen nach [108]

Wechselwirkung der Dipolversetzungen groß ist. Hat das Stück P'M' oder R'N' Schraubencharakter, so kann durch Quergleiten eine Ablösung des Dipols entstehen, wobei eine Schraubenversetzung mit einem Sprung zurückbleibt (Abb. 3.23 c Versetzung M'N).

Der zweite Mechanismus [108] geht von einem Sprung in einer Schraubenversetzung aus, der nicht in der Bewegungsrichtung der Versetzung gleitfähig ist. Abhängig von der Größe des Sprungs können die in Abbildung 3.24 a-c dargestellten Prozesse stattfinden: Während sich bei einer sehr großen Sprunghöhe (b) die Versetzungsteile auf den unterschiedlichen Gleitebenen unabhängig voneinander bewegen, werden bei einer sehr kleinen Sprunghöhe (a) Punktdefekte bei der Bewegung der gesamten Versetzung gebildet. Im Fall mittlerer Sprunghöhe schließlich werden durch die Bewegung der Schraubenversetzung Stufendipole erzeugt (c).

Ein wesentlicher Punkt der Bildung der Dipole nach diesem Modell ist die Existenz von Sprüngen in Schraubenversetzungen, die auf zwei Arten entstehen können: Zum einen werden durch die Durchdringung von Versetzungen unterschiedlicher Burgersvektoren elementare Sprünge der Höhe eines Burgersvektors gebildet, die dann an einer Stelle zu einem großen Sprung angesammelt werden können [108]. Dieser Entstehungsmechanismus der Sprünge ist in den hier beschriebenen Proben eher unwahrscheinlich, da wenige

Versetzungen einen anderen als den primären Burgersvektor haben. Das zweite Modell beschreibt die Bildung eines Sprungs durch einen Doppelquergleitprozeß [107, 108] einer Schraubenversetzung. Da die Richtung des Burgersvektors $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$, die bei der Schraubenversetzung parallel zur Linienrichtung ist, zugleich die Schnittgerade von zwei $\{111\}$ -Ebenen bildet, ist eine Schraubenversetzung in diesen beiden Ebenen gleitfähig. Stößt die Schraubenversetzung bei der Gleitung in der Primärgleitebene auf ein Hindernis wie z.B. Punktdefekte oder Punktdefektagnomerationen, so kann sie daher ihre Bewegung in der Quergleitebene fortsetzen. Da der Schmidfaktor jedoch in der Quergleitebene für alle Gleitrichtungen verschwindet, wird die Versetzung möglichst in das Hauptgleitsystem zurückkehren, wobei zwei Sprünge in der Versetzung zurückbleiben.

Aus der Beobachtung der Versetzungsstruktur in den verformten Proben läßt sich zunächst nicht eindeutig entscheiden, welcher der beiden Mechanismen die Bildung der Dipole bewirkt. Die Beobachtung von Sprüngen quer zur Hauptgleitebene, die aus den Bildern 3.4 und 3.7 an einigen Versetzungen erkennbar sind, sprechen mit größerer Wahrscheinlichkeit für den zweiten Mechanismus. Auch die Beobachtung einer Reihe kleiner Versetzungsringe in Abbildung 3.9, die quer zu einer stark gezackten Versetzung liegen, deutet auf den zweiten Mechanismus hin, da ein Ringbildungsmechanismus gemäß Abbildung 3.24 a vorzuliegen scheint.

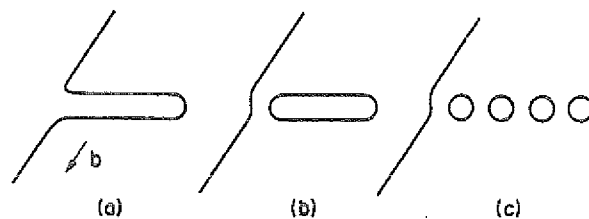


Abbildung 3.25: Entstehung von Versetzungsringreihen aus Dipolen nach [108]

Wie in der Verformung von z.B. GaAs [56] sind auch in InP die ausgeprägten Reihen kleiner Versetzungsringe ein weiteres charakteristisches Merkmal der Versetzungsstruktur im Bereich I. Der Bildungsprozeß dieser Reihen, die aus den Versetzungsdipolen durch lokale Annihilation der Dipolversetzungen gebildet werden können, vollzieht sich in zwei Schritten, die in Abbildung 3.25 schematisch dargestellt sind. Zunächst löst sich der Dipol als länglicher Versetzungsring von der ursprünglichen Versetzung ab, um dann seine Energie durch Aufbrechen in kleine Versetzungsringe weiter zu minimieren [108]. Beide Stadien dieses Prozesses werden in den verformten Proben beobachtet (vgl. Abb. 3.3), in denen sowohl längliche Versetzungsringe als auch Reihen kleiner Versetzungsringe entlang der $[121]$ -Richtung beobachtet werden, welche der Richtung der primären Stufendipole entspricht. Auch die Weak-Beam-Aufnahme 3.8 stellt eine experimentelle Evidenz für diesen Prozeß der Ringbildung dar. Denn hier ist eine Schraubenversetzung zu beobachten, von der sich senkrecht eine Reihe kleiner Versetzungsringe abgelöst hat. In dieser Reihe befindet sich auch ein länglich gestreckter Versetzungsring, an dessen Enden Einschnürungen zu beobachten sind, die ein weiteres Aufbrechen in kleinere Ringe andeuten.

Dieser Abschnürungsprozeß ist mit Punktdefektreaktionen wie Absorption oder Emission von Zwischengitteratomen bzw. Leerstellen korreliert. Somit kann auch bei relativ niedrigen Temperaturen wie 500 °C ($T/T_m = 0.54$) auf eine hohe Beweglichkeit der Punktdefekte geschlossen werden.

Ein weiterer möglicher Mechanismus zur Entstehung von Versetzungsringen besteht in der Bildung von Punktdefekten durch Kletterprozesse von Versetzungen. Diese Punktdefekte können dann durch Diffusion zu Versetzungsringen agglomerieren [107, 108]. Oben wurde bereits die Entstehung von Versetzungsringen gemäß Abbildung 3.24 a diskutiert, die ihre Entsprechung in Beobachtungen findet (Abb. 3.9). Weitere Hinweise auf gekletterte Versetzungen konnten in den hier analysierten Versetzungsstrukturen nicht beobachtet werden.

Auch in den mit hohen Verformungsgeschwindigkeiten — also bei höherer Spannung — verformten Proben (I_b) finden sich die Ringreihen. Hier sind jedoch zusätzlich Anordnungen in $\langle 110 \rangle$ -Richtungen zu beobachten. In diesen Proben erstrecken sich auch entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen Dipole (vgl. Abb. 3.6), so daß die Entstehung der Ringreihen ebenfalls durch abgespaltene Dipolsegmente erklärt werden kann. Die Entstehung dieser Dipole ist auf die Ausrichtung der Stufendipole entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtungen zurückzuführen (siehe abknickende Dipole Abb. 3.6), die den Versetzungslinienrichtungen der höchsten Peierls-Potentiale entsprechen. Diese Anordnung ist eher typisch für Tieftemperaturverformungen, bei denen ebenfalls bevorzugt Versetzungen entlang von $\langle 110 \rangle$ -Richtungen liegen (Peierls-Täler).

Im Unterschied zu den Proben I_a ist in den bei höheren Spannungen verformten Proben I_b ein zusätzlicher Versetzungstyp zu beobachten, der durch vergleichsweise schwachen Kontrast gekennzeichnet ist. Diese „schwachen Linien“ wurden in der Literatur sowohl in plastisch verformten Metallen [22, 98, 182] sowie in Si [180, 217], Ge [6, 47, 48] und GaAs [55, 126] beobachtet. Obwohl Alexander [6] auch „schwache Linien“ entlang einer $\langle 123 \rangle$ -Richtung findet, sind in allen anderen Veröffentlichungen ausschließlich $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtungen in Übereinstimmung mit den hier untersuchten InP Proben beobachtet worden. Als Erklärung für das Kontrastverhalten der Versetzung wurde in der Literatur die Bildung eines Stapelfehler-Dipols (Z- oder S-Dipol [217]) angeführt, bei dem die ursprünglichen Gleitebenen der aufgespaltenen Dipolversetzungen durch einen Stapelfehler in einer dazu geneigten $\{111\}$ -Ebene verbunden werden (siehe Abb. 5.11). Aus einem einfachen Dipol mit einer $\langle 110 \rangle$ -Linienrichtung ist die Bildung eines Stapelfehlerdipols dann energetisch günstiger, wenn ein bestimmter Abstand der Gleitebenen der Dipolversetzungen unterschritten wird. Durch die Bildung von Shockley-Partialen wird in der geneigten Ebene der Stapelfehler erzeugt, so daß die Linienrichtung exakt in der Schnittgeraden der beiden $\{111\}$ -Ebenen liegen muß. In der Veröffentlichung von de Cooman [56] wird die Entstehung der Stapelfehlerdipole in GaAs und deren Kontrastverhalten erklärt, was auch auf die hier beobachteten „schwachen Linien“ übertragen werden kann. Die Anordnung der Dipole entlang der $\langle 110 \rangle$ -Richtung kann danach entweder durch Rotation von Stufenversetzungen in diese Richtung oder direkt durch das Ausziehen eines Dipols aus einer Schraubenversetzung in der $\langle 110 \rangle$ -Richtung entstehen. Auch mittels der hochauflösenden TEM konnten in dieser Arbeit Z-Dipole beobachtet werden (siehe Abb. 5.10). In chemisch gedünnten Proben konnte eine Versetzungsbewegung unter dem Elek-

tronenstrahl beobachtet werden (siehe Abb. 3.10 und 3.11). Diese Bewegung, die auch in verformten GaAs Proben schon gefunden wurde [126, 141, 142, 143, 191], läßt sich auf die Erhöhung der Versetzungsgeschwindigkeit durch die Bildung von Elektron-Loch-Paaren zurückführen. Die Bildung dieser Elektron-Loch-Paare wird durch die Elektronenbestrahlung induziert. Von Maeda et al. [141, 142] wurde aus einer systematischen Untersuchung der Versetzungsgeschwindigkeiten bei der In-Situ Verformung von GaAs unter Elektronenbestrahlung vorgeschlagen, daß die Rekombination der Elektron-Loch-Paare an der Versetzung die Bildung von Kinken energetisch erleichtert. Die Entstehung und Bewegung von Kinken, welche thermisch aktivierte Prozesse sind, bestimmen die Versetzungsgeschwindigkeit auf mikroskopischer Skala (siehe auch Kapitel 1.1). Die Erhöhung der Temperatur der Probe durch die Elektronenbestrahlung, die ebenfalls eine erhöhte Versetzungsgeschwindigkeit bewirkt, spielt nach Maeda et al. [141] eine untergeordnete Rolle. Von Kuesters et al. [126] wird dagegen angenommen, daß die Beweglichkeit der Kinken, die bereits in gebogenen Versetzungssegmenten vorhanden sind, durch die Rekombination der Elektron-Loch-Paare an der Versetzung erhöht wird.

Während in den In-Situ Verformungsexperimenten von Maeda et al. berichtet wird, daß die Versetzungen sich gleichmäßig bewegen, stellen Kuesters et al. in Übereinstimmung mit den hier gemachten Beobachtungen eine ruckweise Bewegung der Versetzungen in den bereits verformten Proben fest. Gründe für diese Hemmung der Bewegung könnten vorhandene Punktdefekte und Verunreinigungen sein, die die Versetzung lokal behindern. In Abbildung 3.10 d ist beispielsweise die Fixierung der Versetzung an zwei Punkten zu erkennen, die auf lokale Hindernisse schließen lassen. Die Existenz der in diesem Falle nicht sichtbaren Verunreinigungen oder Punktdefekte wird auch durch die Beobachtung lokaler Schwankungen der Aufspaltungsweiten der Versetzungen belegt (siehe z.B. Abb. 3.5).

Da die Bewegung von Versetzungen nur in chemisch gedünnten, nicht aber in Ionen-gedünnten Proben beobachtet werden konnte, kann auf eine gewisse Relaxation der Versetzungsanordnung durch den Beschuß mit Ionen geschlossen werden. Dies betrifft, wie bereits oben erwähnt, jedoch nur isolierte Versetzungen. In komplizierteren Versetzungsstrukturen wurde keine Bewegung der Versetzungen gefunden.

Bereich II: Bei weiterer Verformung in den ersten Verfestigungsbereich ist eine Verdichtung der Versetzungen zu Netzwerken zu beobachten, die sich in **Versetzungsschichten** parallel zur Hauptgleitebene erstrecken. Das rechtwinklige Netzwerk besteht sowohl aus primären Versetzungen als auch aus sekundären Versetzungen der unerwarteten Gleitebene, die zu unbeweglichen Lomer-Cottrell-Versetzungen reagieren, so daß für die Burgersvektoren gilt:

$$\frac{a}{2}[10\bar{1}] + \frac{a}{2}[0\bar{1}1] = \frac{a}{2}[\bar{1}\bar{1}0]$$

primäre + sekundäre Versetzung = Reaktionsprodukt

Diese Beobachtungen deuten auf die erhebliche Aktivierung sekundärer Gleitsysteme hin, die zu intensiver Wechselwirkung primärer und sekundärer Versetzungen führt. Hierbei muß man sich ähnlich wie bei den Verformungen in Ge [5, 6] vorstellen, daß die Verteilung der Versetzungen insgesamt auf einer makroskopischen Skala inhomogen ist. Dadurch werden sich insbesondere in Bereichen, in denen die Dichte primärer Versetzungen hoch

ist, planare Netzwerkstrukturen ausbilden, so daß auch makroskopisch auf einer Skala, die mit dem Elektronenmikroskop nicht mehr erfaßt werden kann, eine Schichtstruktur parallel zur Hauptgleitebene entsteht.

Im Bereich II der Verfestigungskurve verformter Cu-Einkristalle wurden von Essmann und Strunk sehr ähnliche Versetzungsnetzwerke beobachtet [71], so daß der dort vorgeschlagene Entstehungsmechanismus auf InP übertragen werden kann. Abbildung 3.26 zeigt schematisch, wie Versetzungen, die auf der unerwarteten Gleitebene (S) gebildet werden, in ihrer Gleitung durch die primären Versetzungen eines Gleitbereiches behindert werden. Die Wechselwirkung der Versetzungen führt dann zur Bildung von Lomer-Cottrell-Versetzungen, die aufgrund ihrer Unbeweglichkeit weitere Hindernisse für nachfolgende Versetzungen darstellen. Parallel zu den Versetzungsschichten können sich die sekundären Schraubenversetzungen durch Doppelquergleitprozesse auf den Quergleitebenen (Q) ausbreiten. Die Bewegung in der Quergleitebene ist dabei nicht durch die primären Versetzungen behindert, da primäre und sekundäre Versetzungen komplanare Quergleitebenen haben, was somit für den Entstehungsmechanismus der Netzwerke besonders wichtig ist [71].

Auch Brasen und Bronner [37] fanden nach der Verformung von InP bei 550°C bis in den Bereich II geordnete Netzwerke, die eine vergleichbare Maschenlänge wie die Netzwerke in dieser Arbeit zeigen. Ein konkreter Vergleich ist aufgrund fehlender detaillierter Versetzungsanalysen in der Arbeit von Brasen und Bronner, die lediglich die Präsenz von Lomer-Cottrell-Versetzungen angeben, nicht möglich.

Die gute Übereinstimmung der Versetzungsstruktur in Cu [71] mit den hier durchgeführten Versetzungsanalysen ist insofern erstaunlich, da sich in Ge im entsprechenden Verformungsbereich eine gänzlich andere Versetzungsanordnung aus dichten Multipol-Wänden und Versetzungssträngen ergibt [5]. Die Bildung geordneter Netzwerke ist bei niedrigeren Temperaturen zu erwarten; Schneidprozesse der Versetzungen unterschiedlicher Gleitsysteme finden dagegen nur bei höheren Temperaturen statt. Die Ausbildung der Netzwerkstrukturen in Cu wurde von Essmann und Strunk [71] auch nur bei niedrigeren Temperaturen (78 K) beobachtet, bei höheren Temperaturen (473 K) bilden sich ungeordnete Bündel von Versetzungen, die mit den Beobachtungen von Alexander [5] an Ge übereinstimmen. Betrachtet man die normierte Temperatur in den Versuchen von Alexander an Ge ($T/T_m = 0.644$), so stimmt diese mit der in InP ($T/T_m = 0.6$) in dieser Arbeit überein. Daher sind die beobachteten Unterschiede in der Mikrostruktur von Ge und InP nicht auf unterschiedliche Temperaturbereiche während der Verformung zurückzuführen. Ursachen für diese Diskrepanz könnten auf unterschiedlich hohen Stapelfehlerenergien beruhen, die für InP mit 19 mJ/m² sehr klein ist und somit eine schwache Wechselwirkungsenergie der Partialversetzungen beinhaltet. Für Ge wird dagegen aufgrund der rein kovalenten Bindung ein wesentlich größerer Wert der Stapelfehlerenergie (60 mJ/m² [87]) gefunden. Auch in Kupfer ist die Stapelfehlerenergie vergleichsweise hoch (40 mJ/m² [50]). Durch die damit verbundenen kleineren Aufspaltungsweiten in Ge und Cu werden Schneidprozesse der Versetzungen, für die zunächst Konstriktionen gebildet werden müssen, möglicherweise erleichtert.

Bei der Entstehung der Versetzungsschichten kann man davon ausgehen, daß die Ursache ihrer Bildung die Minimierung weitreichender innerer Spannungen ist. Daher kann

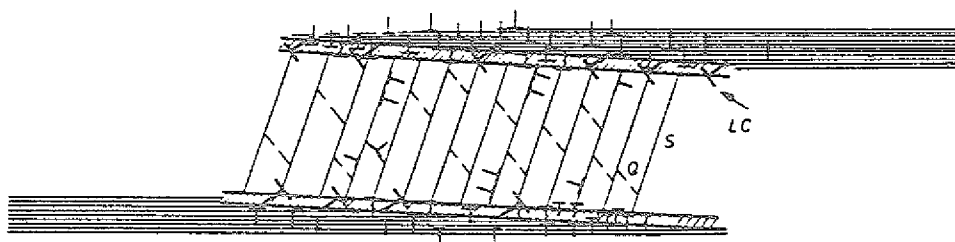


Abbildung 3.26: Entstehung der Versetzungsschichten in der Hauptgleitebene: Sekundäre Versetzungen gleiten auf der unerwarteten Gleitebene (S) in primäre Gleitbereiche. Durch Versetzungsreaktionen entstehen Lomer-Cottrell-Versetzungen (LC). Q bezeichnen die Spuren der Quergleitebene, über die sich die sekundären Versetzungen ausbreiten können.

man die Versetzungsschichten auch als Subkorn Grenzen auffassen, deren Bildung den Gesetzmäßigkeiten der Korngrenzenbildung unterliegt. Hier ist vor allem das Franksche Korngrenzenkriterium [107, 165] zu nennen, in dem der Drehwinkel, die Drehachse und die Kontaktebenenormale einer idealen Subkorn Grenze verknüpft werden. Die Drehachse ergibt sich bei einer solchen Korngrenze aus zwei Versetzungen unterschiedlicher Burgersvektoren als Ergebnis des Kreuzprodukts der Burgersvektoren. Betrachtet man die hier beobachtete Subkorn Grenze als Versetzungsschicht zweier solcher Versetzungstypen, wobei die Reaktion zu den Lomer-Cottrell-Versetzungen vernachlässigt wird, so gilt nach dem Frankschen Korngrenzenkriterium, daß durch die Versetzungsschicht eine Drehung benachbarter Kristallbereiche um die $[111]$ -Richtung vorliegt. Als ideale Konfiguration sollte sich ein hexagonales Netzwerk mit Linienrichtungen $\langle 112 \rangle$ ergeben [16]. Im hier beobachteten Fall ist jedoch eine rechtwinklige Anordnung zu beobachten, die in der Entstehung des Netzwerks durch Gleitprozesse begründet ist; die eine Beschränkung der Versetzungsbewegung auf die Gleitebenen erfordern.

Im Gegensatz zu den im Bereich I beobachteten Versetzungsanordnungen ist im ersten Verfestigungsbereich eine deutlich geringere Dichte primärer Stufendipole zu beobachten. Im Laufe der Verformung ist demnach ein Auflösungsprozeß der Stufenversetzungen zu erkennen. Schon im Bereich I ist der Beginn der Auflösung der Dipole festzustellen: Der Zerfall eines Dipols in Versetzungsringreihen kann als erster Schritt des Auflösungsprozesses interpretiert werden. Die Reduzierung der Versetzungsringdichte kleinerer Ringe kann durch Herausgleiten der Ringe aus der Probe erfolgen oder durch Kletterprozesse. Diese beinhalten eine Emission von Punktdefekten, beispielsweise von Zwischengitteratomen (eines Zwischengitterringes), an der Peripherie der Versetzungsringe, die sich an andere Versetzungen wiederum anlagern könnten. Andere Mechanismen der Ringauflösung könnten in der Anlagerung von Punktdefekten an einen bereits vorhandenen Ring bestehen, beispielsweise von Zwischengitteratomen an einen Leerstellenring. Dadurch wirken dann die Versetzungsringe als Senken von Punktdefekten, die durch Kletterprozesse anderer

Versetzungen entstehen. Auch die Bildung neuer Ringe aufgrund einer Übersättigung an Punktdefekten ist denkbar. Hier ist jedoch zu berücksichtigen, daß zum Wachsen oder Entstehen neuer Versetzungsringe Punktdefekte beider Untergitter, des P- und des In-Untergitters nötig sind. An Kletterprozessen von Versetzungen sind jedoch immer zwei Punktdefektarten beteiligt, P- und In-Zwischengitteratome oder P- und In-Leerstellen.

Bereich III: Im Bereich III der Verformungskurve stellt sich eine wesentlich kompliziertere Versetzungsanordnung ein. Im Gegensatz zu den Bereichen niedrigerer Verformung ist hier eine ausgeprägte Zellstruktur zu beobachten, die den Kristall in weiche, versetzungsarme und harte Bereiche mit extrem hoher Versetzungsdichte unterteilt. Neben Versetzungen der unerwarteten Gleitebene sind jetzt auch Gleitsysteme der konjugierten Gleitebene aktiviert, die zusammen mit den primären Versetzungen komplizierte Netzwerke bilden. Sowohl planare Netzwerke aus Versetzungen mit Burgersvektoren der Hauptgleitebene als auch dreidimensionale Netzwerke sind zu beobachten. Aufgrund der höheren inneren Spannungen in den Netzwerken werden auch ausgedehnte Stapelfehler in der Hauptgleitebene gebildet. Ausgedehnte Stapelfehler in InP wurden auch von Azzaz et al. [20] gefunden, die InP in Mehrfach-Gleitorientierung (entlang der [110]-Richtung) plastisch verformten.

Da die Verformung bereits am Beginn des Bereiches III abgebrochen wurde (vgl. Abb. 3.2), ist bei der Interpretation der Versetzungsanordnungen davon auszugehen, daß die meisten der beobachteten Netzwerke bereits im Bereich II gebildet werden. Mit der Entwicklung der Zellstruktur geht eine deutliche Verminderung des Verfestigungskoeffizienten einher, so daß mit der Bildung versetzungsarmer Bereiche eine Erholung verbunden ist. Die hohe Dichte an Schraubenversetzungen, die vor allem in den planaren Netzwerken der Zellwände gefunden werden, legt nahe, daß die Erholung nur in geringem Maß durch Quergleitung und Annihilation von Schraubenversetzungen bestimmt wird. Quergleitprozesse sind jedoch nicht ausgeschlossen, da eine quergeglittene Schraubenversetzung in Abbildung 3.19 beobachtet werden konnte.

Die Entstehung der Netzwerke aus Schraubenversetzungen kann auf zwei unterschiedliche Weisen erfolgen: Einerseits ist die direkte Reaktion primärer Schraubenversetzungen mit Schraubenversetzungen anderer Gleitsysteme möglich, die durch Quergleitprozesse zur Reaktion in der Hauptgleitebene führen. Dadurch entsteht eine dritte Schraubenversetzung. Insofern gibt die Beobachtung einer quergleitenden Schraube nicht unbedingt einen Hinweis auf Erholungsprozesse, sondern kann auch als Verfestigung im Sinne der Netzwerkbildung verstanden werden. Andererseits kann die Entstehung der Schraubennetzwerke auch nach einem Mechanismus erfolgen, der von Brion und Haasen [38] zur Bildung hexagonaler Netzwerke aus Schraubenversetzungen in plastisch verformtem Si und Ge vorgeschlagen wurde. Die Entstehung dieser Netzwerke aus Schraubenversetzungen, die als primäres Merkmal der Versetzungsstruktur im Bereich IV der Verformung identifiziert wurde, wird von Brion und Haasen durch die Wechselwirkung zweier 60° -Versetzungen einer sekundären Gleitebene erklärt, die zur Bildung einer Schraubenversetzung in der primären Gleitebene führt. Diese reagiert dann mit primären Schraubenversetzungen und bildet so das hexagonale Netzwerk. Aus unseren Proben ist kein direkter Anhaltspunkt ersichtlich, welcher der beiden Mechanismen zur Bildung der Netzwerke führt. Die Existenz der Netzwerke aus Schraubenversetzungen zeigt jedoch, daß bereits im Bereich II

ein Teil der Verfestigung durch die Bildung dieser Netzwerke getragen wird. Dies ist insofern plausibel, da die untersuchte Probe bei einer Temperatur von $T/T_m = 0.64$ verformt wurde, bei der nach Siethoff et al. [176] keine eindeutige Trennung der Bereiche II und IV zu erwarten ist. Denn erst bei höheren Temperaturen $T/T_m \geq 0.85$ wird die Ausbildung von Bereich IV und Bereich V klar beobachtet [176].

Die Beobachtung weniger Stufenversetzungen verbunden mit einer hohen Dichte an Versetzungsringen legt nahe, daß ein wesentlicher Teil der Erholung, d.h. der lokalen Reduzierung der Versetzungsdichte in den Zellinneren, durch Kletterprozesse von Stufenversetzungen getragen wird. Vor allem die regellose Anordnung der Versetzungsringe unterstützt diese Schlußfolgerung, die auf eine Entstehung der Versetzungsringe durch Ansammlung von Punktdefekten hindeutet. Denn durch kletternde Versetzungen wird eine große Dichte von Leerstellen bzw. Zwischengitteratomen erzeugt.

Die Ergebnisse der mikrostrukturellen Charakterisierung bestätigen somit Arbeiten über InP, GaAs, Ge und Si, in denen die Erholung im Bereich III auf diffusive Kletterprozesse zurückgeführt wird [94, 169, 174, 175, 177]. Erst im Bereich V wird die Erholung auf die Quergleitung von Schraubenversetzungen nach einem Modell von Escaig [69] zurückgeführt.

Insbesondere die Dichte an Lomer-Cottrell-Versetzungen ist im Vergleich zum Anfang des Bereichs II stark reduziert. Eine mögliche Erklärung für diese Beobachtung könnte in der teilweisen Auflösung der Netzwerke aus Bereich II liegen. Netzwerke aus zwei Versetzungstypen bilden sich nur bei niedrigen Spannungen, da die Versetzungen unterschiedlicher Gleitsysteme unter hohen Spannungen auf ihren Gleitebenen weitergleiten, wobei durch die Kreuzung der Versetzungen Sprünge in den Versetzungslinien entstehen [108]. Aufgrund der höheren Spannungen zum Ende des Bereichs II ist eine Auflösung der Netzwerke durch solche „Schneidprozesse“ möglich, die somit auch zur Auflösung der Lomer-Cottrell-Versetzungen führen. Damit stellt das Netzwerk aus Versetzungen der Primärgleitebene und der kritischen Gleitebene am Anfang des Bereichs II ein Zwischenstadium bei kleineren Spannungen dar. Andere mögliche Mechanismen des Abbaus von Lomer-Cottrell-Versetzungen können nur auf Kletterprozessen beruhen, da Lomer-Cottrell-Versetzungen nicht gleitfähig sind.

Sowohl in kfz-Metallen [182] als auch bei Kriechversuchen an InP [28] wurde ebenfalls die Bildung einer Subkornstruktur in den Erholungsbereichen beobachtet. In diesem Stadium der Verformung wird nach Blum [28] eine weitere plastische Verformung durch die Bewegung der Korngrenzen getragen, so daß im Gegensatz zu den früheren Stadien keine neuen Versetzungen an isolierten Versetzungsquellen mehr gebildet werden.

3.2.3 Stapelfehlerenergie von undotiertem und Zn-dotiertem InP

Unabhängig von Dotierung und Verformungsbedingung wurde die Aufspaltung vollständiger Versetzungen in Partialversetzungen beobachtet. Unter der Annahme, daß die beobachteten Versetzungskonfigurationen den Gleichgewichtsaufspaltungsweiten entsprechen, wurde mittels der anisotropen linearen Elastizitätstheorie die Stapelfehlerenergie von InP

ermittelt (siehe Kap. 3.1.6). In der Literatur wird darauf hingewiesen, daß zahlreiche Faktoren die Größe der Aufspaltungsweiten beeinflussen können, die im folgenden diskutiert werden:

1. elektrostatische Wechselwirkung der Partialversetzungen

Durch Ansammlung geladener Punktdefekte um die Partialversetzungen oder geladene Versetzungskernzustände muß die Coulombkraft in der Kräftebilanz berücksichtigt werden [104]. Im Fall gleichartig geladener Punktdefekte entsteht eine abstoßende Kraft, die eine Vergrößerung der Aufspaltungsweite bewirkt. Bei Partialversetzungen unterschiedlichen Typs sind dagegen auch entgegengesetzte Ladungen an den Versetzungskernen möglich, die zu einer Verkleinerung der Aufspaltungsweite führen können. Die Größe dieses Effektes wurde von Filippov [73] im Bereich der Meßfehler abgeschätzt und kann daher vernachlässigt werden.

2. Cottrell-Atmosphäre

Die elastische Wechselwirkung der Partialversetzungen wird für Versetzungen mit Stufenkomponenten durch die Ansammlung von ungeladenen Verunreinigungsatomen reduziert. Diese Cottrell-Wolken bewirken jedoch auch nur eine Änderung in der Aufspaltungsweite in der Größe der Meßunsicherheiten [73].

3. Suzuki-Effekt

Der Suzuki-Effekt beschreibt die Änderung der Stapelfehlerenergie durch eine Änderung der Punktdefektkonzentrationen oder Verunreinigungskonzentrationen auf der Stapelfehlerebene. Da in den hier durchgeführten Untersuchungen kein meßbarer Einfluß einer Zn-Dotierung auf die Aufspaltungsweite festgestellt werden konnte, liegt der Schluß nahe, daß die Ansammlung von Dotierstoffatomen auf den Stapelfehlerebenen, falls überhaupt vorhanden, keine wesentliche Änderung der Stapelfehlerenergie bewirkt. Eine mögliche Ansammlung intrinsischer Verunreinigungen oder Punktdefekte auf den Stapelfehlerebenen ist jedoch nicht auszuschließen.

4. Effekt der Kernstruktur

In kfz-Metallen wurde festgestellt, daß die Kernstruktur der Versetzungen immer die Aufspaltungsweite beeinflusst [52]. Vor allem bei kleinen Aufspaltungsweiten, bei denen die Ausdehnung der Versetzungskerne vergleichbar mit der Aufspaltungsweite ist, sollte sich dieser Effekt bemerkbar machen. Da für InP aufgrund der kleinen Stapelfehlerenergie im Vergleich zu Metallen sehr große Aufspaltungsweiten gemessen wurden, und daher eine im Vergleich zur Aufspaltungsweite kleine Ausdehnung der Versetzungskerne angenommen werden kann (siehe auch Kap. 5.6), ist ein möglicher Einfluß der Kernstruktur auf die Dissoziation zu vernachlässigen. Auch die Polarität der Versetzungen zeigt keinen meßbaren Einfluß auf die Aufspaltungsweite. So zeigen die Meßwerte für α - und β - Versetzungen keinen signifikanten Unterschied.

5. Innere Spannungen

Auch die inneren Spannungen, die aus der Überlagerung der Verzerrungsfelder um die Versetzungen resultieren, können einen Einfluß auf die Aufspaltungsweiten ausüben. Die innere Spannung ist nach Alexander und Haasen [12] proportional

zur Wurzel aus der Versetzungsdichte ρ (siehe auch Kap. 1.1, Gleichung 1.3):

$$\tau_a = \frac{G \cdot b}{2 \cdot \pi \cdot (1 - \nu)} \cdot \sqrt{\rho}, \quad (3.1)$$

wobei $G = 26.7$ GPa der Schubmodul (nach [102]), b der Betrag des Burgersvektors und $\nu = 0.365$ die Poissonzahl bedeuten. Für eine Versetzungsdichte von 10^8 cm^{-2} ergibt sich danach eine innere Spannung von 2.75 MPa. Schätzt man die Wechselwirkungskraft der Partialversetzungen bezogen auf die Stapelfehlerfläche bei einer Stapelfehlerenergie γ von 18.7 mJ/m^2 und einer Aufspaltungsweite Δ von 10 nm ab, so erhält man $\tau_{sf} = \gamma/\Delta = 1.9$ MPa. Dieser Wert liegt in der gleichen Größenordnung wie der der inneren Spannung. Somit ist eine Veränderung der Aufspaltungsweite unter dem Einfluß der inneren Spannung möglich. Es ist jedoch zu berücksichtigen, daß aufgrund der inhomogenen Verteilung der Versetzungen Schwankungen der inneren Spannung vorliegen. Durch die spezielle Auswahl von Versetzungen, die einen großen Abstand zu Nachbarversetzungen zeigen und demnach in Gebieten niedriger Versetzungsdichte liegen, ist die Interpretation der gemessenen Aufspaltungsweiten als Gleichgewichtswerte dennoch zulässig.

Mögliche Einflüsse einer Dotierung auf die Aufspaltungsweite könnten in den Punkten 1–3 begründet sein. Aus den hier gemessenen Aufspaltungsweiten zeigt sich jedoch kein signifikanter Unterschied für undotiertes und Zn-dotiertes Material. Auch in GaAs konnten Nakada et al. [153] und Gerthsen et al. [82] keinen Einfluß einer Dotierung auf die Aufspaltungsweiten feststellen. Khodos et al. [121] finden dagegen einen Unterschied in den Aufspaltungsweiten von Te-dotiertem und undotiertem Material, während Zn- und undotiertes GaAs gleiche Aufspaltungsweiten zeigen.

Dennoch sind mögliche Einflüsse auf die Dissoziation durch die oben aufgezählten Effekte nicht auszuschließen. Auch zur Feststellung der Änderung der Aufspaltungsweite aufgrund unterschiedlicher Polarität der Versetzungen gibt es in der Literatur zahlreiche Untersuchungen. Sowohl an GaAs [88] als auch in II–VI-Halbleitern [136, 135] konnte jedoch kein Effekt festgestellt werden.

Die lineare Elastizitätstheorie zur Berechnung der Stapelfehlerenergie kann nach Saada et al. [168] nur dann angewendet werden, wenn die Aufspaltungsweite größer als $10 \cdot |b|$ ist. Diese Bedingung ist bei den hier gemessenen Werten selbst für Schraubenversetzungen gut erfüllt.

Abschließend sollte noch bemerkt werden, daß der einzige bisher in der Literatur bestimmte Wert der Stapelfehlerenergie [90], der aus der Messung der Aufspaltungsweite von Stufenversetzungen berechnet wurde, innerhalb der Fehlergrenzen mit dem in dieser Arbeit bestimmten Wert von 18.7 mJ/m^2 übereinstimmt.

Kapitel 4

Bildsimulationen von InP

In diesem Kapitel werden Simulationsrechnungen von Hochauflösungsbildern an InP vorgestellt, die mit Hilfe des EMS-Programmes (siehe Anhang C) berechnet wurden. Die in dieser Arbeit verwendeten Parameter zur Bildberechnung sind in der folgenden Tabelle 4.1 aufgeführt. Die Mikroskop-Parameter beruhen zum Teil auf Herstellerangaben (U, Δ_f). Der Blendendurchmesser und der Semi-Konvergenzwinkel wurden dagegen ausgemessen. Die sphärische Aberrationskonstante, die mit 1.06 mm etwas größer ist als der vom Hersteller angegebene Wert, wurde von Thust [198] ermittelt. Auch von Bourret und Penisson [35] wurde dieser Wert für das JEOL 4000EX gemessen.

Mikroskop-Parameter	
Beschleunigungsspannung U	400 kV
Blendendurchmesser d	20 nm^{-1}
Defokusstreuung Δ_f	10 nm
Semi-Konvergenzwinkel α	0.9 mrad
sphärische Aberrationskonstante C_s	1.06 mm
Materialparameter von InP	
Gitterkonstante a	0.5869 nm
Debye-Waller-Faktor M	0.007 nm^2
Absorptionskonstante In	0.040
Absorptionskonstante P	0.025
Absorptionskonstante InP	0.035

Tabelle 4.1: Eingabeparameter zur Bildsimulation mit den EMS-Programmen

In den folgenden Abschnitten wird zunächst auf die Resultate der Bildsimulationen in der [110]-Projektion eingegangen, Simulationen von defektfreiem InP und Simulationen einer 30° -Partialversetzung. Der letzte Abschnitt beschäftigt sich dann mit Bildsimulationen in der [121]-Projektion.

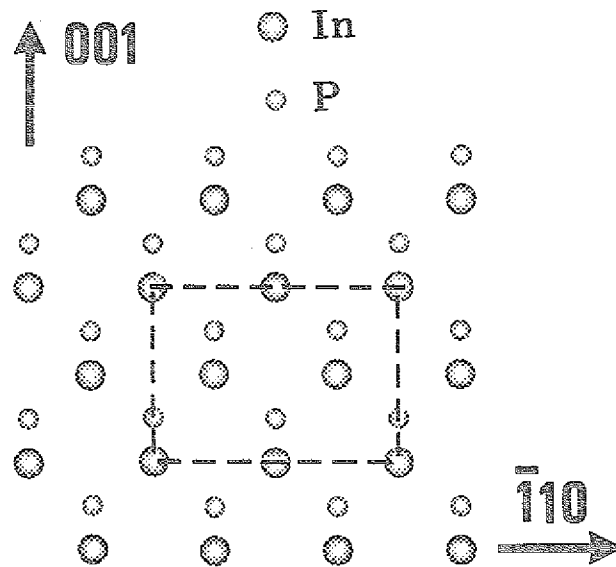


Abbildung 4.1: Die InP-Struktur in der [110]-Projektion. Die projizierte Einheitszelle ist durch einen Rahmen markiert.

4.1 Simulation des perfekten InP-Gitters in der [110]-Projektion

Abbildung 4.1 zeigt InP-Struktur in der [110]-Projektion. Die gestrichelte Linie deutet die projizierte Einheitszelle an. Entlang der [001]-Richtung, die eine Spiegelachse darstellt, erstrecken sich „Hanteln“, die jeweils aus einem In- und einem P-Atom mit einem Abstand von 0.147 nm (ein Viertel der Gitterkonstanten) bestehen. Bei vielen Defokuswerten wird dieser Abstand gemäß der Kontrasttransferfunktion nicht aufgelöst (siehe Abb. 2.6), so daß die meisten Bilder von den Raumfrequenzen der beiden {111}-Ebenen, welche mit 0.339 nm den größten Netzebenenabstand aufweisen, dominiert werden.

Die Variation der Bildmuster mit der Probendicke kommt durch die dynamische Beugung zustande, die ein stark oszillierendes Verhalten der komplexen Strahlamplituden bewirkt. Diese „Pendellösungszosillationen“ werden durch die Interferenz der angeregten Blochwellen verursacht, die dynamisch gekoppelt sind. Dadurch ist, wie in Abbildung 4.2 erkennbar, ein konträres Verhalten von Nullstrahl und abgebeugten Strahlen zu beobachten. Während die Amplitude (durchgezogene Linien) des Nullstrahls bei kleinen Dicken zunächst maximal ist, steigen die Amplituden der abgebeugten Strahlen mit zunehmender Dicke auf einem Maximalwert an. Ohne Berücksichtigung der Absorption bleibt die Gesamtintensität dabei erhalten. Für die verschiedenen Strahlen sind starke Unterschiede im Amplitudenverlauf festzustellen. Nicht nur die Absolutwerte der Amplituden sondern auch die Periodenlängen der Oszillationen, die durch die Extinktionslängen (Dickenunterschied von Maximum zu Maximum) beschrieben werden, unterscheiden sich. Für den Nullstrahl ergibt die Überlagerung eine Extinktionslänge von etwa 10 nm, so daß in einer

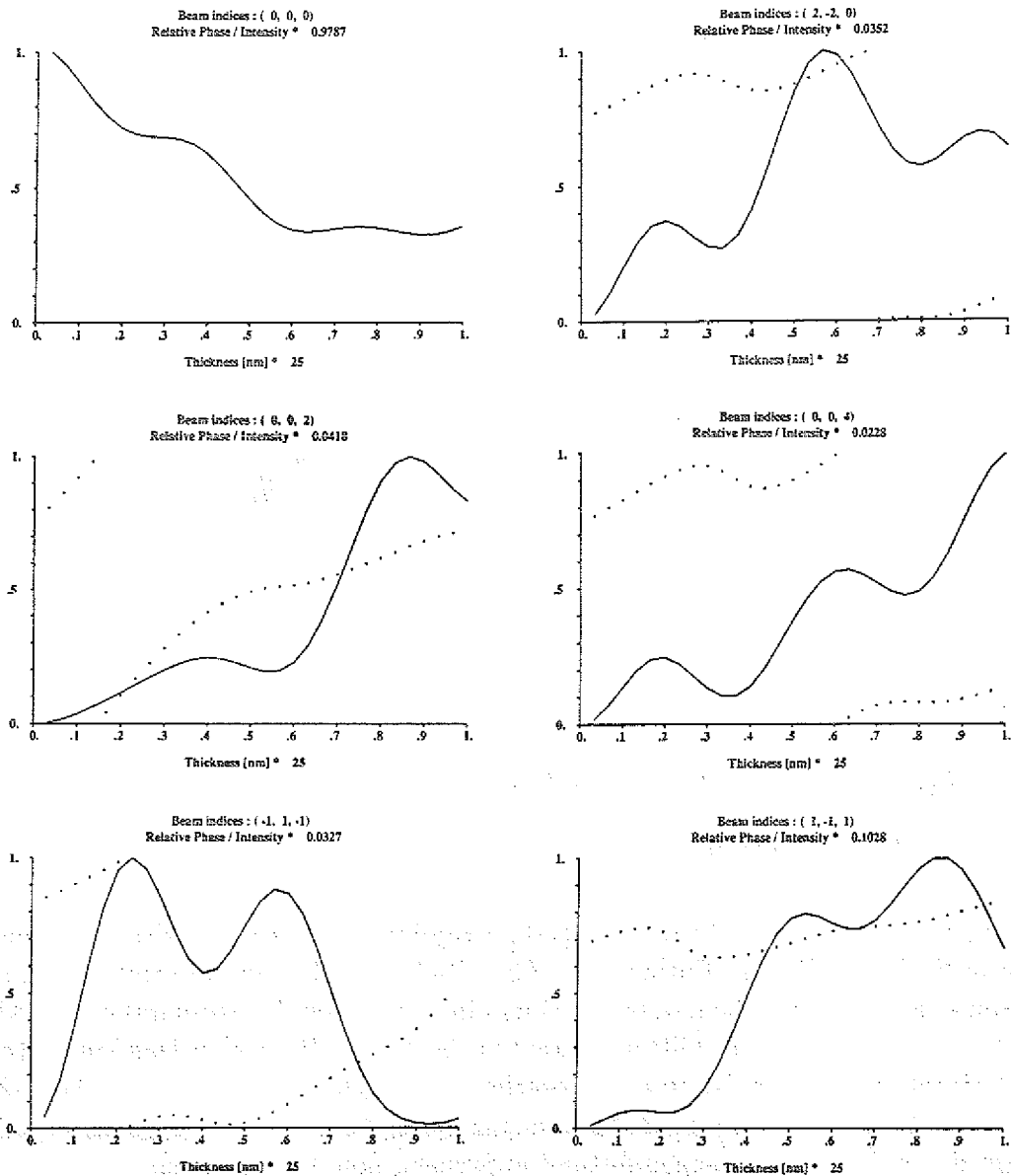


Abbildung 4.2: Amplituden (durchgezogene Linien) und Phasen (gepunktete Linien) ausgewählter Strahlen der (110)-Zonenachse. Die Normierung der Amplituden erfolgt durch Festlegung der Intensität des einfallenden Strahls auf den Wert 1. Der Maßstabsfaktor ist jeweils oben rechts angegeben. Für die Phasen entspricht 1 dem Wert $+\pi$ und 0 dem Wert $-\pi$.

Dicke von 5 nm in einer Hellfeldaufnahme, bei der nur der Primärstrahl zur Abbildung beiträgt, eine schwächere Intensität beobachtet wird. Neben den Amplituden sind auch die Phasen der einzelnen Strahlen relativ zur Phase des Nullstrahls durch punktierte Linien markiert ($1 \hat{=} +\pi$ und $0 \hat{=} -\pi$). Auch der Verlauf der Phasen unterscheidet sich für die verschiedenen abgebeugten Wellen. Hierbei ist festzuhalten, daß bei einer Dicke

von 0 nm ein Phasensprung von $\pi/2$ beobachtet wird, wie er für ein schwaches Phasenobjekt zu erwarten ist. Schon bei einer Dicke von 2.5 nm zeichnet sich eine deutliche Abweichung der Phasen von $\pi/2$ ab, und auch die Amplituden der abgebeugten Strahlen nehmen schnell zu, so daß bereits in dieser Dicke kein reines Phasenobjekt mehr vorliegt. Für die $\{111\}$ -Strahlen ist ein asymmetrisches Verhalten in der Beugung der $+g$ - und $-g$ -Strahlen zu beobachten, welches sich im Amplituden- und Phasenverlauf widerspiegelt. Dieses Verhalten, das eine Abweichung vom Friedelschen Gesetz bedeutet [114], ist für Kristalle ohne Zentrosymmetrie in Vielstrahlwechselwirkung zu beobachten [103]. Im Fall der III-V Halbleiter hängt die Größe dieses Effektes vom Verhältnis der atomaren Streufaktoren ab, das für InP $f_{In}/f_P = 1.9$ beträgt. Auch bei Beugungsbildern, die mit stark konvergentem Strahl aufgenommen werden, findet man Unterschiede in $+g$ und $-g$ -Reflexen vom Typ $\{111\}$ und $\{220\}$. Bei entsprechender Kalibrierung, z.B. durch Simulationen von konvergenten Beugungsbildern, ist daher die Festlegung der Richtung der In-P-Hantel im experimentellen Hochauflösungsbild möglich [130, 190].

Abbildung 4.3 zeigt eine Defokus/Dicken-Karte simulierter Hochauflösungsbilder in der [110]-Projektion. Die Austrittswellenfunktion wurde hierbei durch das Multi-Slice-Verfahren berechnet, wobei 64×64 Stützstellen pro Einheitszelle verwendet wurden. Anschließend wurde durch Anwendung des Programms IM1 (siehe Anh. C) die Wirkung des Mikroskops für verschiedene Defokussierungen von -10 nm im Überfokus bis zu 110 nm im Unterfokus berechnet. Jedes der Bilder in Abbildung 4.3 besteht aus 6 Einheitszellen in $[001]$ -Richtung (nach rechts) und 4 Einheitszellen in $[1\bar{1}0]$ -Richtung (nach oben). Im Ursprung jedes Bildes (linke, untere Ecke) befindet sich ein In-Atom, das den linken Teil einer In-P-Hantel bildet. Aus der Defokus/Dickenkarte läßt sich unmittelbar ersehen, daß die Hochauflösungsbilder in den seltensten Fällen intuitiv als „Schattenbilder“ interpretierbar sind und somit in der Regel nicht die projizierte Struktur wiedergeben. Eine Ausnahme bildet z.B. das Bild bei $\Delta z = 110$ nm, $t = 20$ nm, bei dem an der Stelle der In-Positionen etwas größere helle Punkte zu erkennen sind, während die P-Positionen durch kleinere helle Kontraste charakterisiert sind. Der Abstand der beiden hellen Punkte ist gleich dem Abstand der In-P-Hanteln, der bei diesem Defokuswert in einem Transferband der Kontrasttransferfunktion bei 6.8 nm^{-1} liegt (vgl. Abbildung 2.6). Bei kleineren Dicken (gleicher Defokus) kann man diesen Abstand auch auflösen. Hier zeigt die Hantel jedoch in die „falsche“ Richtung (z.B. bei $t = 5$ nm), so daß eine falsche Polarität suggeriert wird, da man für die schweren In-Atome einen ausgeprägteren Kontrast erwartet. An diesem Beispiel wird unmittelbar klar, daß ein einziges Hochauflösungsbild zur Bestimmung der experimentellen Parameter, Defokus und Dicke nicht ausreicht.

Außer dem „Hantelmuster“ gibt es eine Vielzahl weiterer Kontrastmuster, von denen nur einige in der Defokus/Dicken-Karte wiedergegeben werden. Am häufigsten tritt ein Kontrast auf, der durch die Periodizitäten der $\{111\}$ -Ebenen dominiert ist (z.B. bei $\Delta z = -10$ nm, $t = 5$ nm). Charakteristisch für diesen Kontrast, der besonders im Überfokus beobachtet wird, ist die fehlende Auflösung der In-P-Hantel. Statt dessen wird ein größerer heller (oder dunkler) Punkt beobachtet, der jedoch nicht unbedingt mit der Position der Hantel zusammenfällt, sondern je nach Defokus oder Dicke überall entlang der Spiegelachse $[001]$ verschoben sein kann. So fällt etwa der helle Punkt bei $\Delta z = -10$ nm, $t = 5$ nm mit der Position der P-Atome zusammen, während bei

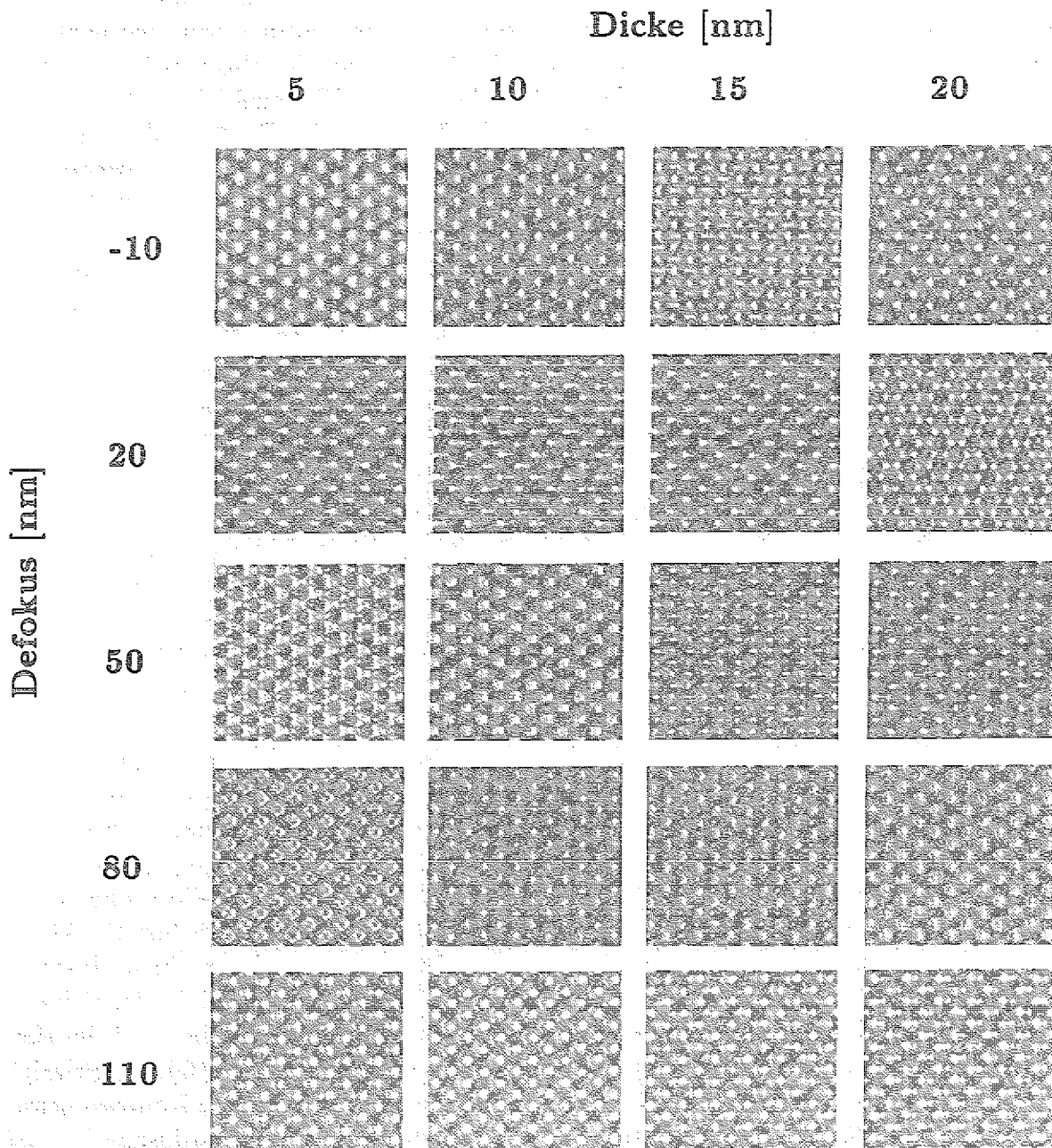


Abbildung 4.3: Defokus/Dicken-Karte in der [110]-Projektion. Jedes berechnete Bild enthält 6×4 Einheitszellen, wobei die [001]-Achse nach rechts zeigt. Im Ursprung (linke untere Ecke) ist ein In-Atom, das mit einem rechts davon sitzenden P-Atom eine Hantel bildet.

$\Delta z = 50$ nm, $t = 10$ nm die Position der Hantel dunklen Kontrast zeigt. Auch die Form und Größe der Kontrastpunkte ändert sich erheblich mit Defokus und Dicke. So sind runde, dreieckige, länglich gestreckte oder auch viereckige Kontraste zu beobachten. Neben den einfachen Periodizitäten treten auch Bilder mit doppelter Raumfrequenz auf.

Ein Beispiel für ein sogenanntes „half-spacing Bild“ ist bei $\Delta z = -10$ nm, $t = 15$ nm zu erkennen, bei dem die doppelte Raumfrequenz entlang der [220]-Richtung auftritt. Diese doppelten Raumfrequenzen, die sehr empfindlich mit Defokus und Dicke variieren und zudem nur bei exakter Justage und Probenorientierung zu beobachten sind (siehe auch Anh. D), kommen durch nicht-lineare Wechselwirkung der abgelenkten Strahlen $+g$ und $-g$ zustande. Andere Terme der nicht-linearen Bildentstehung z.B. die Wechselwirkung zwischen zwei verschiedenen Strahlen g und h , können zu sehr komplizierten Bilddetails führen.

In allen Bildern der Defokus/Dicken-Karte wurden die Grauwerte so verteilt, daß der Punkt maximaler Intensität weiß und der minimaler Intensität schwarz erscheint, so daß die unterschiedlichen Bildmuster alle gleichen Kontrast zeigen. In experimentellen Bildern sind jedoch die Kontrastwerte, die proportional zur Differenz maximaler zu minimaler Intensität sind, sehr unterschiedlich. So ist mit steigender Dicke der Probe eine Abnahme des Kontrastes aufgrund von Absorption zu beobachten, die in größeren Dicken (> 25 nm) keine Aufnahme guter Hochauflösungsbilder erlaubt.

4.2 Überprüfung der Eingabeparameter

Nachdem konkrete Beispiele von Bildsimulationen vorgestellt wurden, stellt sich die Frage, wie gut die Simulationen die Realität beschreiben können. Hier sind vor allem die Einflüsse der Eingabeparameter zu diskutieren, die einerseits die Berechnung der Austrittswellenfunktion und andererseits aber auch die Berechnung der Bildkontraste betreffen.

Die Genauigkeit der Multi-Slice-Methode zur Berechnung der Austrittswellenfunktion hängt zum einen von der Anzahl der Stützstellen pro Einheitszelle zum anderen aber auch von der Dicke der „Slices“ ab. Wählt man die Dicke der Scheiben zu groß, so werden die projizierten Potentiale ebenfalls groß. Die Phasengitternäherung, welche die Änderung von Amplitude und Phase an einer infinitesimal dünnen Beugungsebene beschreibt, ist nur für projizierte Potentiale gültig, die viel kleiner sind als die Energie der einfallenden Welle. Die projizierten Potentiale sollten 100 V nicht überschreiten. Durch Wahl dünnerer Scheiben im Programm PG2 (siehe Anh. C) läßt sich der Einfluß der Scheibendicke auf die Austrittswellenfunktion testen. Vergleicht man die Amplituden und Phasen der abgelenkten Strahlen, die einerseits mit dem Multi-Slice-Verfahren und andererseits mit dem Blochwellenverfahren berechnet wurden, so erkennt man keinen Unterschied zwischen beiden Methoden. Daraus kann gefolgert werden, daß die Scheibendicken einer Einheitszellenhöhe hinreichend dünn sind. Abbildung 4.4 zeigt beispielhaft Amplitude und Phase des (220)-Strahls, wobei Abbildung a und b durch den Multi-Slice-Algorithmus mit 32×32 (a) bzw. 64×64 (b) Stützstellen pro Einheitszelle berechnet wurden. Es zeigt sich, daß der Verlauf von Amplitude und Phase in (b) bis zu einer Dicke von 25 nm sehr gut mit dem Ergebnis der Blochwellenrechnung (c) übereinstimmt. Erst in größeren Probendicken sind Unterschiede, vor allem in der Lage der Maxima und Minima feststellbar. Bei 32×32 Stützstellen sind schon bei Dicken über 15 nm kleine Abweichungen von der Blochwellenrechnung feststellbar, so daß Rechnungen mit 64×64 Stützstellen sinnvoll sind.

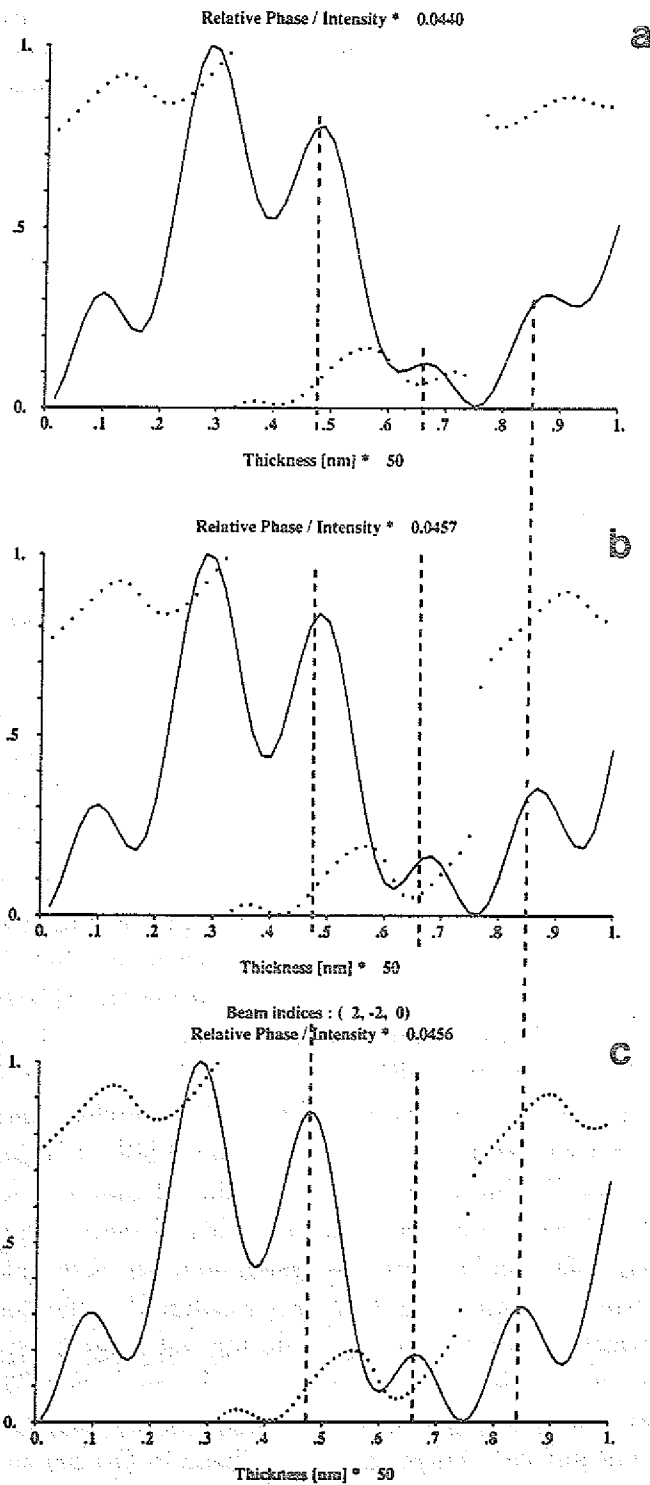


Abbildung 4.4: Vergleich von Multi-Slice- und Blochwellenrechnung am Beispiel der Amplitude (durchgezogene Linie) und Phase (gestrichelte Linie) des $(2\bar{2}0)$ -Strahls der $[110]$ -Projektion.

Um den Einfluß der Mikroskop-Parameter auf die Bildkontraste zu prüfen, wurden Rechnungen mit leicht veränderten Parametern für C_s und Δ_f (vgl. Tabelle 4.1) durchgeführt. Hierbei stellte sich heraus, daß kleine Veränderungen von C_s um ± 0.1 nm kaum Einfluß auf die Kontrastmuster haben. Da sich durch kleine Veränderungen von C_s die Lage der Nulldurchgänge in der Kontrasttransferfunktion verändern, ist ohnehin nur eine Veränderung der Bilder zu erwarten, wenn eine Bildfrequenz in der Nähe eines Nulldurchgangs liegt. Eine Vergrößerung des Wertes für die Defokussstreuung macht sich im Bild durch das Verschwinden kleinerer Bilddetails und die Ausschmierung von Punkten bemerkbar. Drastische Kontraständerungen sind jedoch erst bei Werten größer als 20 nm zu beobachten.

4.3 Simulation einer 30°-Partialversetzung

Ziel der hochauflösenden Elektronenmikroskopie von Versetzungen ist die Aufklärung der Versetzungskernstruktur. Insbesondere ist die Unterscheidung zwischen Shuffle-Set- und Glide-Set-Modell von Interesse (Definition siehe Kap. 2.2.2), da Versetzungen dieser beiden Modelle unterschiedliche Eigenschaften z.B. hinsichtlich ihrer elektronischen Eigenschaften haben sollten. Lange Zeit wurde nach Shockley [172] angenommen, daß die Versetzungen in der Shuffle-Set-Konfiguration vorliegen, da hier die Gleitebenen den größten Abstand haben. Zudem muß jeweils nur eine Bindung pro Atom aufgebrochen werden, die dann entlang des Versetzungskerns sogenannte „dangling-bonds“, also offene Bindungen, bilden. In beiden Konfigurationen muß jedoch davon ausgegangen werden, daß die offenen Bindungen zu neuen kovalenten Bindungen rekonstruieren, die dann jedoch nicht mehr die idealen Bindungswinkel tetraedrisch koordinierter Atome bilden [7, 105]. Hochauflösende Untersuchungen von Versetzungen in GaAs [83] und Si [19, 32, 157] ergaben, daß die Versetzungen vorzugsweise in der Glide-Set-Konfiguration vorliegen.

Um die Empfindlichkeit des Bildkontrastes bei Verwendung unterschiedlicher Versetzungsmodelle abschätzen zu können, wurden Simulationsrechnungen einer 30°- α -Partialversetzung durchgeführt. Dabei steht die Frage im Vordergrund, ob es Abbildungsbedingungen gibt, bei denen eine Unterscheidung zwischen Shuffle-Set- und Glide-Set-Modell möglich ist. Als Grundlage wurde ein Modell einer Versetzung in der Glide-Set-Konfiguration verwendet, welches durch Minimierung der totalen freien Energie für CdTe aufgestellt wurde [91, 150]. Durch Änderung des Gitterparameters und der Besetzung der entsprechenden Atompositionen mit In- und P-Atomen anstelle der Cd- und Te-Atome wurde das Modell an die InP-Struktur angepaßt. Durch Entfernen des P-Atoms im Kern bei sonstiger Beibehaltung der Atompositionen wurde das Shuffle-Set-Modell erstellt. Hierbei ist davon auszugehen, daß dieses Modell aufgrund fehlender zusätzlicher Relaxation eine relativ grobe Näherung darstellt.

Die beiden rechten Spalten in Abbildung 4.5 geben die Bildsimulationen und die Modellstruktur der Glide-Set-Konfiguration wieder, während die linken Spalten zur Shuffle-Set-Konfiguration gehören. Die Bildsimulationen erfolgten mit dem Multi-Slice-Algorithmus (512×512 Stützstellen) für eine Probendicke von 10 nm, wobei die verwendeten Superzellen in den Schemazeichnungen dargestellt sind. Die eingeschobene Halbebene der

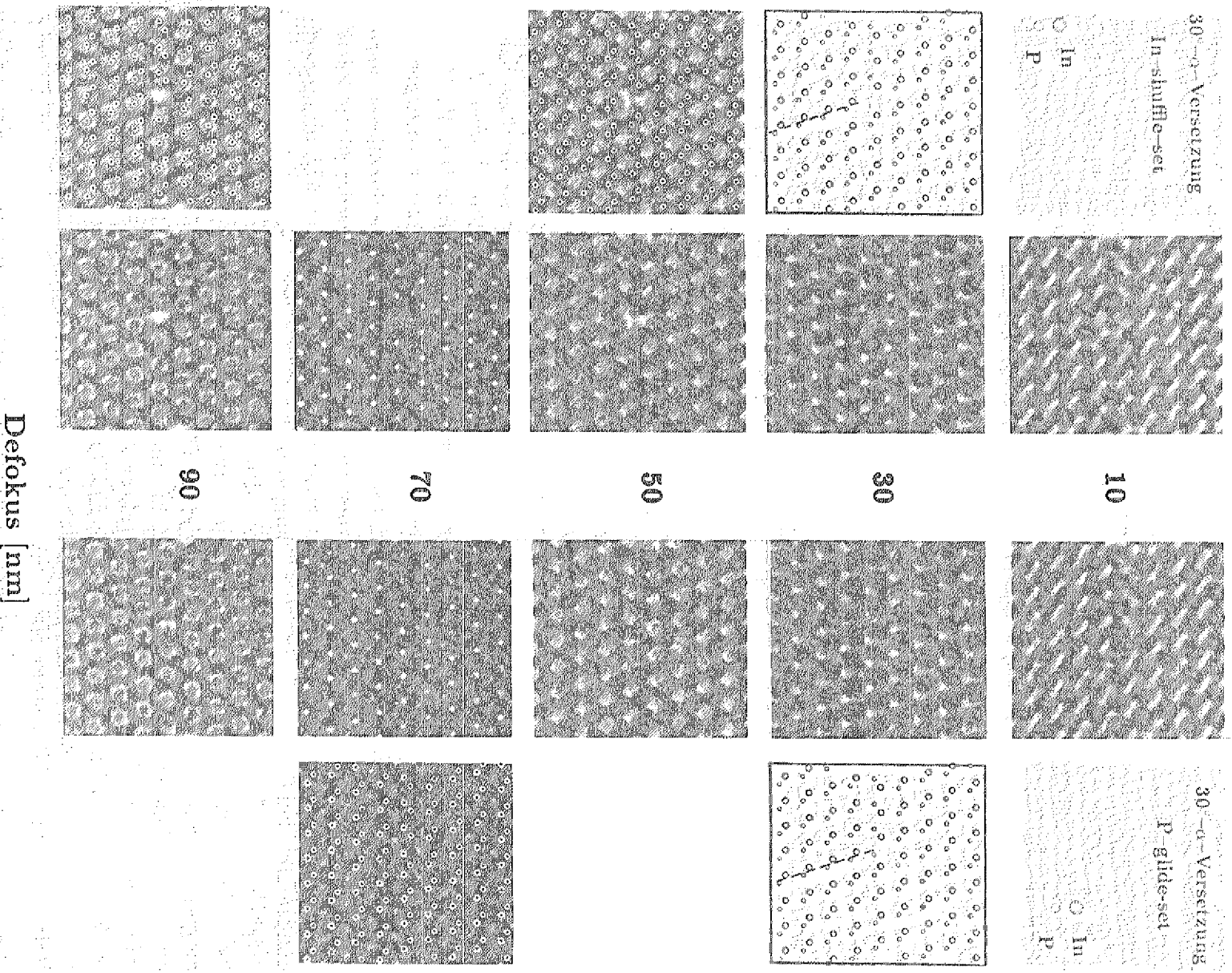


Abbildung 4.5: Bildsimulation einer 30°-Partiälversetzung in [110]-Projektion. linke Spalten : In-Shuffle-Set Modell, rechte Spalten: P-Glide-Set Modell, mittlere Spalte: Defokuswerte der simulierten Bilder. Probendicke: 10 nm

Versetzung ist in den Modellstrukturen jeweils durch eine gestrichelte Linie markiert. Der Stapelfehler befindet sich links vom Versetzungskern. Die Superzellen werden in der Rechnung als große Einheitszelle einer periodisch fortgesetzten Struktur behandelt. Da jedoch die Periodizität der Modell-Superzelle durch die Versetzung gestört ist, beobachtet man an den Rändern der berechneten Bilder andere Kontraste, die jedoch als Artefakte der Rechnung zu betrachten sind. Zur Verdeutlichung der Atompositionen in den experimentellen Bildern wurden diese in den beiden äußeren Spalten für einige Beispiele dem berechneten Bild überlagert. Die zu Bildern gehörenden Defokuswerte sind jeweils in der mittleren Spalte angegeben.

Zunächst ist festzuhalten, daß die Kontrastmuster etwas entfernt vom Versetzungskern gut mit entsprechenden Simulationen von defektfreiem InP übereinstimmen. Das zeigt sich z.B. am Vergleich der Bildmuster bei $\Delta f = 50$ nm mit der Defokus/Dicken-Karte in Abbildung 4.3. Weiterhin läßt sich aus der Abbildung 4.5 ablesen, daß der Versetzungskern der Shuffle-Set-Konfiguration in der Regel verschwommener erscheint als der der Glide-Set-Konfiguration. Während bei $\Delta f = 10$ nm und $\Delta f = 90$ nm sehr ähnliche Kontraste am Kern zu erkennen sind, zeigen vor allem die Simulationen bei $\Delta f = 50$ nm und $\Delta f = 70$ nm deutliche Unterschiede. Während in der Glide-Set-Konfiguration bei $\Delta f = 50$ nm das P-Atom im Kern den gleichen dunklen Kontrast zeigt wie alle umliegenden In-P-Hanteln, so daß bis in den Kernbereich eine klare Auflösung vorhanden ist, ist im Shuffle-Set-Modell das Fehlen des P-Atoms durch einen hellen Kontrast im Kern markiert. Das bedeutet, daß bei diesem Defokuswert und einer Dicke von 10 nm auch im Versetzungskern die Tunnelpositionen, d.h. die Zwischenräume zwischen den Atomen, hell sind. Da der Kern im Shuffle-Set-Modell einer Tunnelposition entspricht, beobachtet man einen hellen Kontrast im Gegensatz zum Glide-Set-Modell. Bei $\Delta f = 70$ nm sind ebenfalls Unterschiede zwischen den beiden Kernmodellen festzustellen. Hier ist im Glide-Set-Modell ein kleiner heller Punkt im Versetzungskern zu beobachten, während das Shuffle-Set-Modell einen verschwommenen hellen Kontrast im Kern ergibt. Im Gegensatz zu $\Delta f = 50$ nm ist dieser Kontrastunterschied der beiden Modelle jedoch weniger ausgeprägt, so daß im experimentellen Bild eine Unterscheidung beider Modelle vermutlich nicht möglich wäre.

Aus diesen Simulationsrechnungen der 30° -Partialversetzung wird deutlich, daß prinzipiell aus den Kontrastunterschieden zwischen Shuffle-Set- und Glide-Set-Modell in experimentellen Bildern bei einem Defokuswert von $\Delta f = 50$ nm die Kernstruktur der Versetzung ermittelt werden kann. Zur eindeutigen Festlegung von Defokus und Dicke im experimentellen Bild ist, wie bereits erwähnt, die Aufnahme der gleichen Probenstelle bei mehreren Defokuswerten nötig.

4.4 Bildsimulationen in der [121]-Projektion

Die [121]-Projektion ist durch zwei niedrig-indizierte Netzebenenscharen ($(\bar{1}\bar{1}1)$ - und $(20\bar{2})$ -Ebenen) charakterisiert, die aufeinander senkrecht stehen. Abbildung 4.6 zeigt schematisch die Position der In- und P-Atome in der [121]-Projektion. Die Doppelstruktur der $(\bar{1}\bar{1}1)$ -Ebenen, die aus je einer mit In- Atomen und einer mit P-Atomen

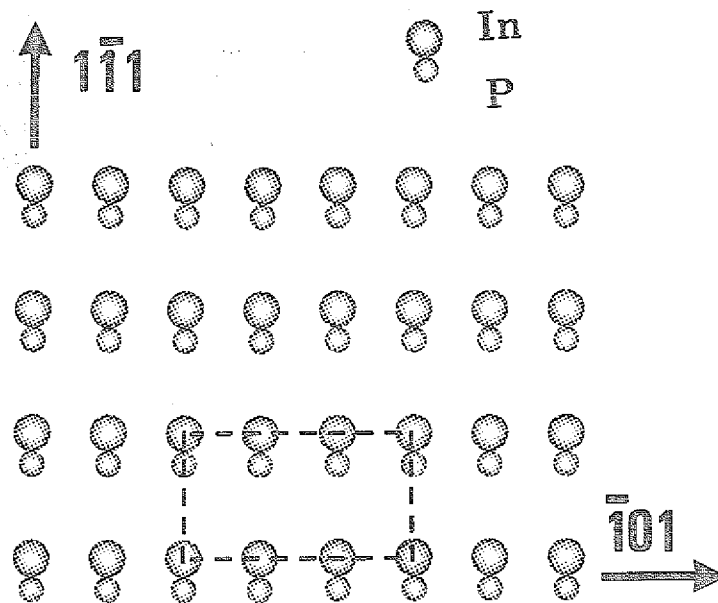


Abbildung 4.6: Die InP-Struktur in der $[121]$ -Projektion. Die projizierte Einheitszelle ist durch einen Rahmen markiert.

belegten Ebene bestehen, ist wegen des kleinen Abstandes der In-P-Hantel von 0.085 nm ($= d_{111}/4$, d_{111} : Netzebenenabstand der $\{111\}$ -Ebenen) nicht auflösbar. Die $[1\bar{1}1]$ -Achse stellt eine Spiegelachse dar.

Aus dem Amplituden- und Phasenverlauf (Abb. 4.7) ist erkennbar, daß im Vergleich zur $[110]$ -Projektion viel größere Extinktionslängen beobachtet werden. So ist die Extinktionslänge des Nullstrahls mit 20 nm etwa doppelt so groß wie in der $[110]$ -Projektion. Auch in der (121) -Zonenachse ist ein asymmetrisches Verhalten der $(1\bar{1}1)$ - und der $(\bar{1}1\bar{1})$ -Strahlen festzustellen, das durch die fehlende Zentrosymmetrie verursacht wird.

In den simulierten Hochauflösungsbildern der Defokus/Dicken-Karte in der $[121]$ -Projektion (Abb. 4.8) zeigt die $[\bar{1}1\bar{1}]$ -Achse nach oben, so daß entlang dieser Richtung eine Spiegelsymmetrie der Bilder zu beobachten ist. Im Ursprung der Bilder (linke, untere Ecke) befindet sich ein In-Atom, das den unteren Teil der In-P-Hantel (vgl. Abb. 4.6) bildet. Die $[10\bar{1}]$ -Achse erstreckt sich nach rechts. Die Berechnungen wurden nach dem Multi-Slice-Verfahren mit 64×64 Stützstellen pro Einheitszelle ausgeführt. Wie in der $[110]$ -Projektion ist auch in der $[121]$ -Projektion eine Vielzahl unterschiedlicher Bildmuster zu beobachten, die sich empfindlich mit Defokus und Dicke ändern können. Im Überfokus werden die Bildmuster durch relativ einfache Punktmuster dominiert (z.B. $\Delta f = -10$ nm, $t = 4.3$ nm), die zum Teil zu Reihen verschwimmen, womit die Auflösung entlang der $[10\bar{1}]$ -Achse abnimmt. Die Lage der hellen Kontraste ist dabei je nach Dicke und Defokus entlang der $[\bar{1}1\bar{1}]$ -Achse verschoben, so daß die Bildmuster nicht intuitiv als Atompositionen oder Tunnelpositionen interpretierbar sind. Bei anderen Defokuswerten werden auch kompliziertere Interferenzmuster beobachtet, die wie in der $[110]$ -Projektion durch nicht-lineare Bildentstehung erklärt werden können. So enthält etwa das Bild bei

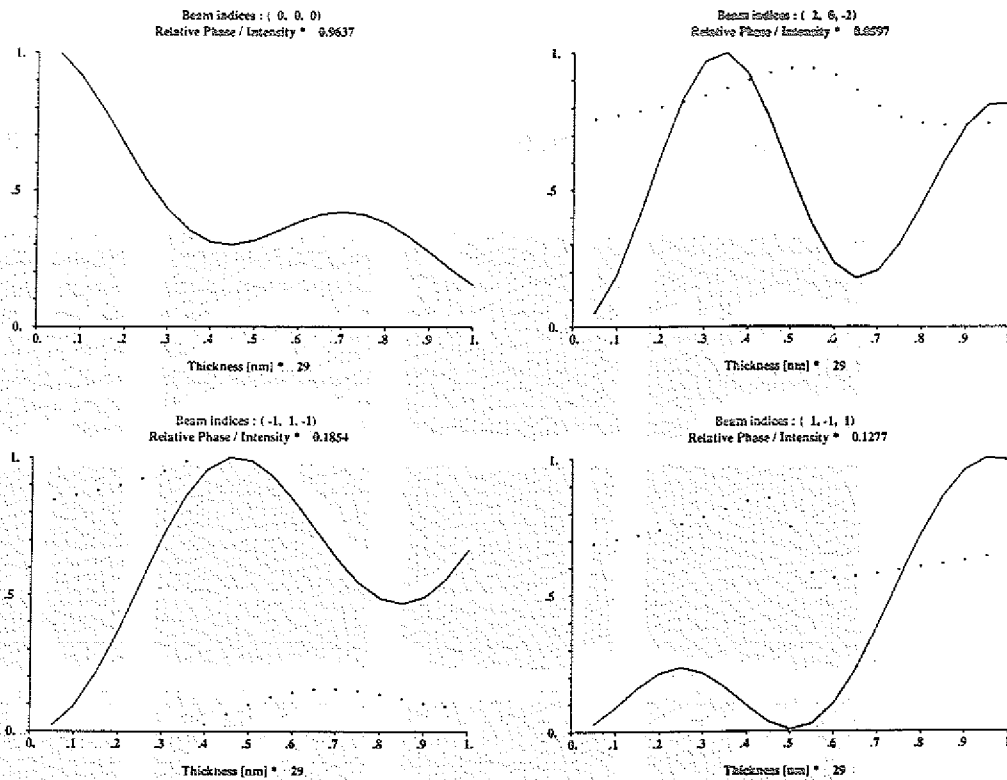


Abbildung 4.7: Amplituden (durchgezogene Linien) und Phasen (gepunktete Linien) ausgewählter Strahlen der (121)-Zonenachse. Die Normierung der Amplituden erfolgt durch Festlegung der Intensität des einfallenden Strahls auf den Wert 1. Der Maßstabsfaktor ist jeweils oben rechts angegeben. Für die Phasen entspricht 1 dem Wert $+\pi$ und 0 dem Wert $-\pi$.

$\Delta f = 80$ nm und $t = 4.3$ nm die doppelte Raumfrequenz entlang der $[10\bar{1}]$ -Richtung.

Auch in der [121]-Projektion wurden Bildsimulationen nach dem Blochwellenverfahren durchgeführt, um die Eingabeparameter des Multi-Slice-Verfahrens zu überprüfen. Bis zu einer Dicke von etwa 29 nm sind keine signifikanten Unterschiede bezüglich der Amplituden und Phasen der abgebeugten Strahlen zwischen den beiden Verfahren erkennbar, wenn die Multi-Slice-Rechnung mit 64×64 Stützstellen pro Einheitszelle und das Blochwellenverfahren mit 300 Strahlen pro Einheitszelle ausgeführt wird.

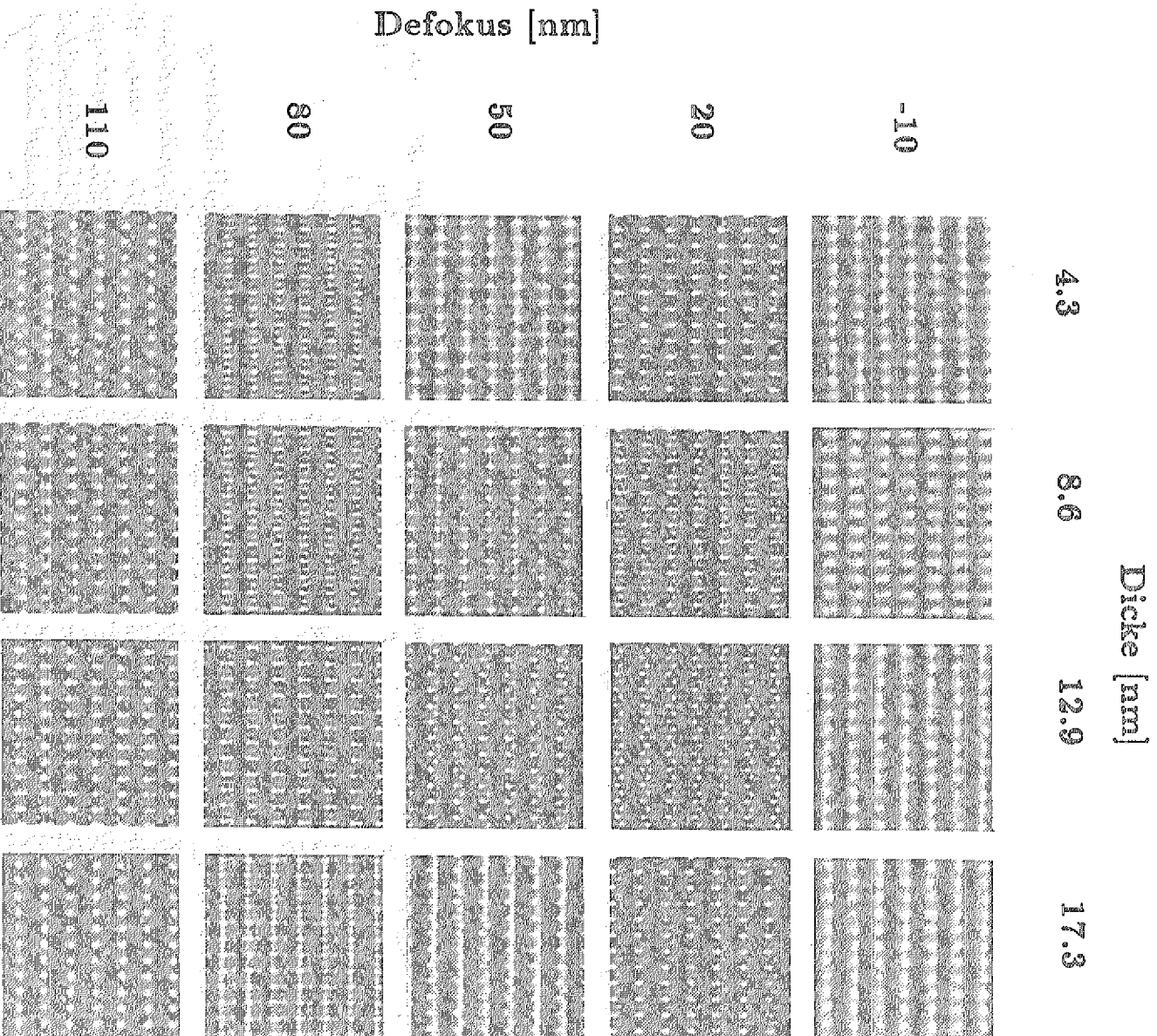


Abbildung 4.8: Defokus/Dicken-Karte in der $[12\bar{1}]$ -Projektion
 Jedes berechnete Bild enthält 6×7 Einheitszellen, wobei die $[10\bar{1}]$ -Achse nach rechts und die $[11\bar{1}]$ -Achse nach oben zeigt. Im Ursprung (linke untere Ecke) ist ein In-Atom, das den unteren Teil einer In-P-Hantel bildet.

Kapitel 5

Resultate und Diskussion der Hochauflösungsexperimente

In den folgenden Abschnitten werden die experimentellen Untersuchungen an unterschiedlichen Versetzungstypen mittels hochauflösender Elektronenmikroskopie vorgestellt. Da für die Diskussion einiger Ergebnisse der direkte Bezug zum Hochauflösungsbild nötig ist, schließt sich an die Beschreibung der Resultate jeweils ihre Interpretation an, wobei auf eine klare Trennung zwischen experimentellen Ergebnissen und deren Diskussion geachtet wurde. Das Ende dieses Kapitels bildet die Zusammenfassung der Diskussion der Hochauflösungsexperimente.

Die Untersuchungen wurden an den im Kapitel 3.1.1 beschriebenen Proben durchgeführt, die bis in den Bereich I der plastischen Verformung komprimiert worden waren. Die Gitterabbildungen in der [121]-Projektion erfolgte an Zn-dotierten Proben (Proben I_a1(Zn) und I_a2(Zn), Tabelle 3.1). Die Aufnahmen der [011]-Projektion stammen dagegen von den Proben I_b1 und I_b2, die durch stufenweise Erhöhung der Verformungsgeschwindigkeit plastisch verformt worden waren.

5.1 Auswirkung der Strahlenschäden

5.1.1 Experimentelle Resultate

Durch die Elektronenbestrahlung im Mikroskop werden Schäden der kristallinen Probe induziert. Die Auswirkung auf die Qualität der Hochauflösungsbilder verdeutlicht Abbildung 5.1. In Abbildung 5.1 a, die ein Hochauflösungsbild einer [100]-Probe zeigt, deuten die zahlreichen Moiré-Streifenkontraste auf die Bildung kristalliner Ausscheidungen hin. Durch die Doppelbeugung eines Elektronenstrahls an Materialien mit unterschiedlichen Gitterkonstanten kommen Moiré-Streifenkontraste zustande [166]. In den Bereichen, in denen die Moiré-Streifen nicht zu beobachten sind, tritt der Kontrast des InP zutage, der durch zwei senkrecht zueinander stehende {200}-Netzebenenscharen charakterisiert ist. Bei der Einstellung einer neuen Probenstelle sind zunächst keine Moiré-Streifenkontraste zu beobachten. Mit zunehmender Bestrahlungszeit ist dann eine Verbreiterung der bereits vorhandenen amorphen Bereiche festzustellen, und nach etwa 5–7 min bilden sich Moiré-Streifenkontraste aus.

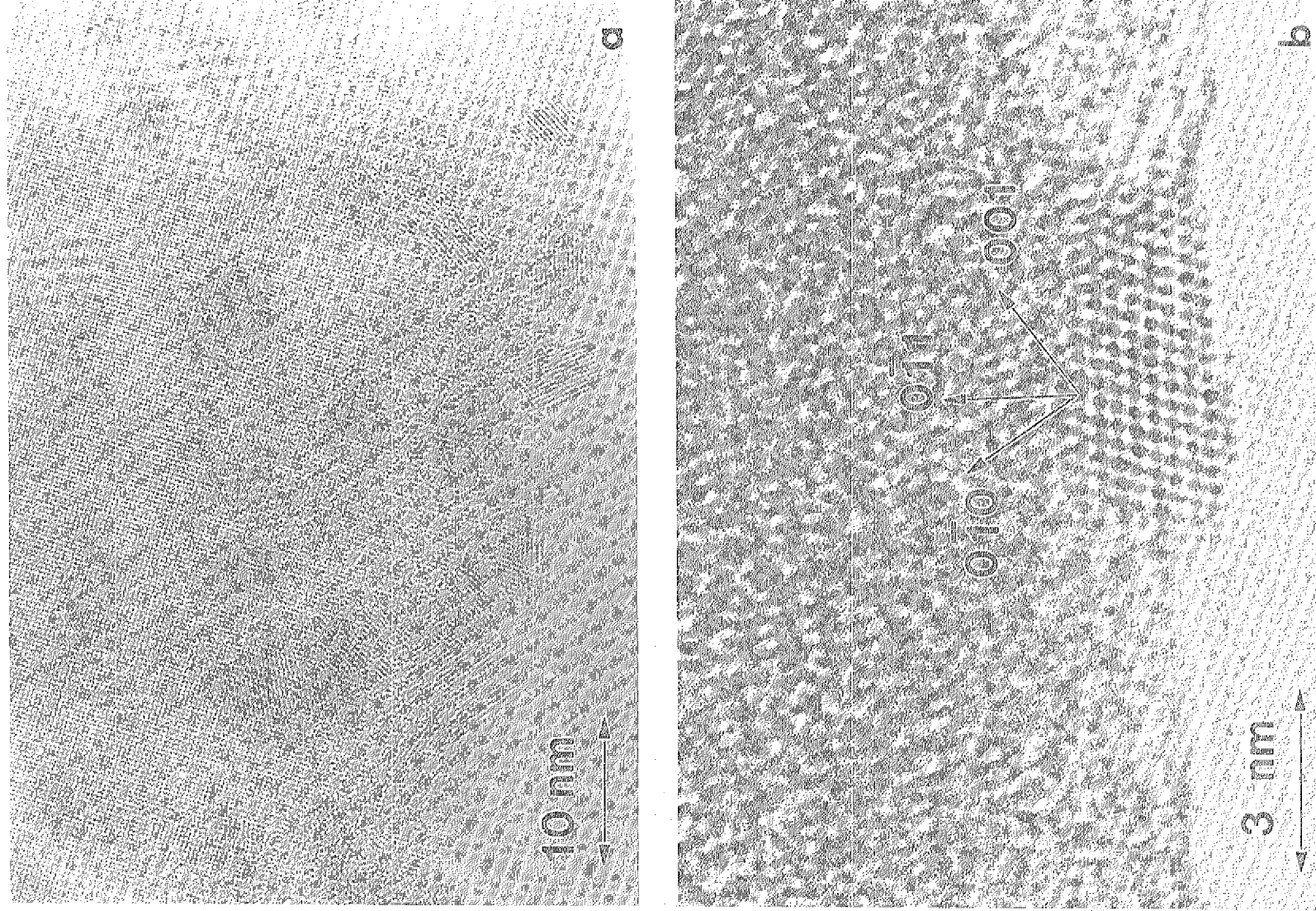


Abbildung 5.1: Auswirkung der Schädigung von InP durch Elektronenbestrahlung: (a): Das Kontrastmuster von InP in der $[100]$ -Orientierung ist überlagert von Moiré-Streifenkontrasten. (b): Im amorphen Probenrand ist die Bildung von In-Ausscheidungen zu beobachten.

Auch im amorphen Rand ist die Bildung von Ausscheidungen festzustellen. In der Ausschnittsvergrößerung (Abb. 5.1 b) ist die Gitterabbildung einer Ausscheidung gezeigt. Die Ausscheidung, die zufällig entlang einer niedrig-indizierten Richtung orientiert ist, ist in amorphes Material eingebettet. Die gute Auflösung erlaubt die Vermessung einiger Netzebenenabstände, die in Tabelle 5.1 aufgelistet sind. Diese Werte wurden mit Netzebenenabständen von In_2O_3 , PO_2 , P_2O_5 (orthorhombische und rhomboedrische Phase), und elementarem In verglichen, die mit Hilfe des EMS-Programmpaketes berechnet wurden. Die Daten der einzelnen Verbindungen stammen aus „Pearson’s Handbook on crystallographic Data“ [203]. Während sich für tetragonales In eine Übereinstimmung der gemessenen und berechneten Netzebenenabstände innerhalb der Meßunsicherheiten ergibt, konnte für die übrigen Verbindungen höchstens ein passender Netzebenenabstand innerhalb der Fehlergrenzen gefunden werden. Auch die gemessenen Winkel zwischen den Raumrichtungen der Ausscheidung und der theoretische Wert stimmen hervorragend überein. So wurde etwa zwischen der $[001]$ -Richtung und der $[0\bar{1}1]$ -Richtung ein Winkel von 55° bestimmt, der laut theoretischer Berechnung $54,6^\circ$ betragen sollte. Daraus kann die Schlußfolgerung gezogen werden, daß die Ausscheidung aus elementarem In besteht.

Netzebene	gemessener Abstand	berechneter Abstand
(001)	(0.489 ± 0.01) nm	0.4946 nm
(010)	(0.350 ± 0.01) nm	0.3512 nm
$(0\bar{1}1)$	(0.295 ± 0.01) nm	0.2864 nm

Tabelle 5.1: Gemessene und berechnete Netzebenenabstände einer In-Ausscheidung

Abschließend sollte noch angemerkt werden, daß im Beugungsbild zusätzlich zu den InP-Reflexen Beugungsreflexe anderer Phasen auftreten. Diese zusätzlichen Reflexe konnten, ebenfalls mit Hilfe des EMS-Programmpaketes, als Reflexe von In_2O_3 identifiziert werden.

5.1.2 Diskussion

Zu Beginn der Elektronenbestrahlung ist eine Verbreiterung der amorphen Ränder in das kristalline Material hinein zu beobachten. Somit wird durch den Elektronenbeschuß lokal die kristalline Struktur des InP zerstört. Aus der Verbreiterung der Bereiche am Lochrand, kann geschlossen werden, daß die Bildung zusätzlichen amorphen Materials an den Probenoberflächen stattfindet.

Die Beobachtung von In-Ausscheidungen sowie von In_2O_3 -Ausscheidungen deutet auf einen Verlust an P an den Oberflächen der Probe hin. Diese Desorption der P-Atome kann zwei Ursachen haben: einerseits ist eine Abdampfung von P aufgrund der lokalen Erwärmung der Probe denkbar, andererseits kann durch die Elektronenbestrahlung eine Änderung von Bindungszuständen stattfinden. Der zweite Mechanismus wurde von Petford-Long und Smith [162] herangezogen, um die Bildung von In-Oxiden und elementarem In in

In-haltigen III-V-Halbleitern im Elektronenmikroskop zu erklären. Durch Variation der Spannung konnte in dieser Arbeit festgestellt werden, daß sich die Oxidationsraten bei 100 kV und 400 kV nicht sonderlich unterscheiden. Daraus wurde geschlossen, daß die lokale Erwärmung eine untergeordnete Rolle bei der Oxidbildung spielt. Auch von Williams et al. [216] wurde die Bildung von In_2O_3 in Hochauflösungsaufnahmen von InP festgestellt.

Die Betrachtung der Verlagerungsenergien von In (6.6 eV, Schwellenspannung 270 kV) und P (8.8 eV, Schwellenspannung 110 kV) zeigt [23], daß eine Bestrahlung mit Elektronen einer Energie von 400 keV für beide Atomspezies eine Verlagerung bewirken kann. Die Schwellenenergie gibt die Energie an, bei der unter Annahme eines Streuwinkels von 180° die Verlagerungsenergie auf das Atom übertragen wird. Da die P-Atome eine viel kleinere Masse als die In-Atome haben, ist für die Verlagerung eines P-Atoms ein kleinerer Impulsübertrag erforderlich, was zur preferentiellen Entfernung der P-Atome führt.

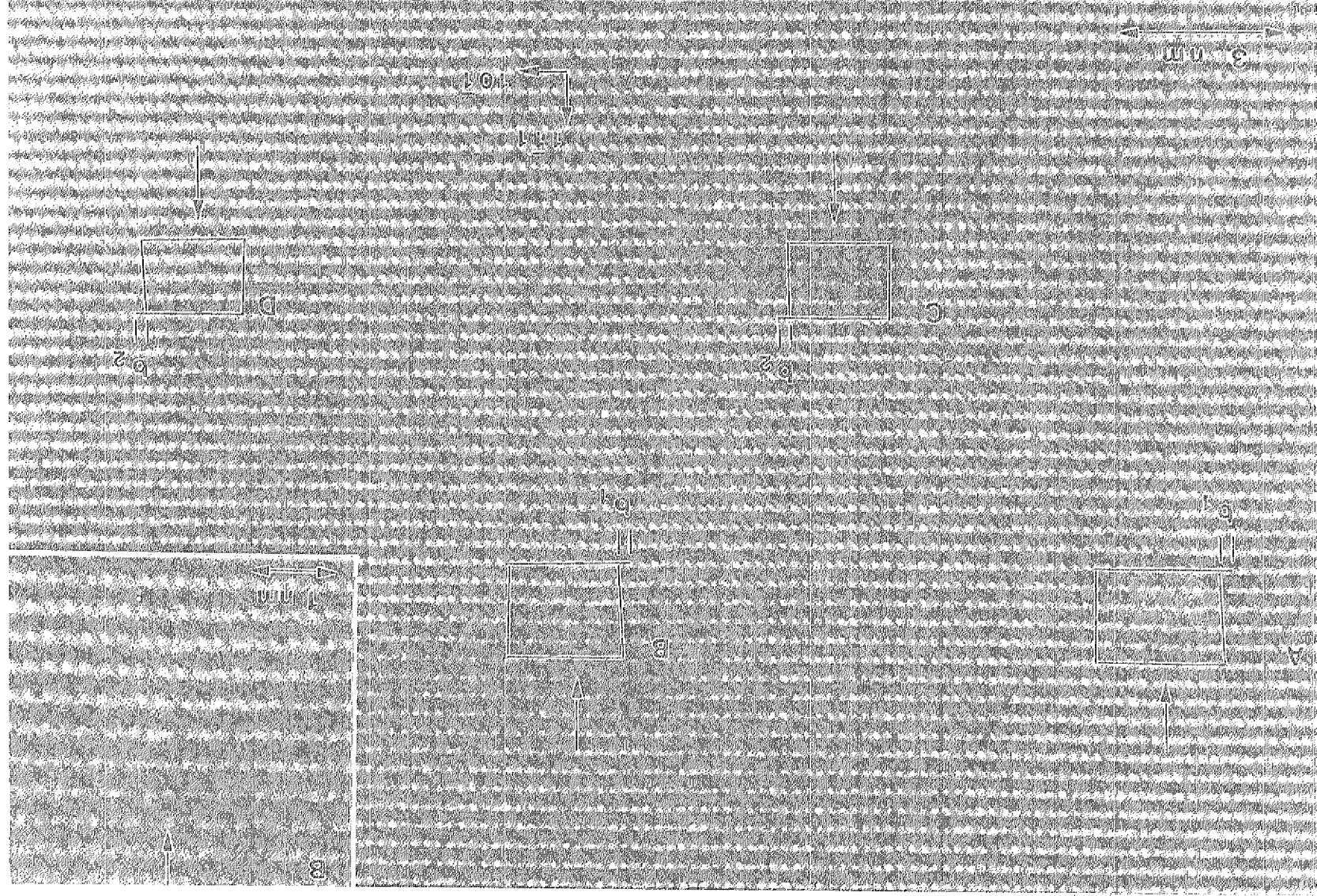
Im Gegensatz zur Arbeit von Petford-Long und Smith [162], die die Entstehung von In-Ausscheidungen in Oxid-InP-Grenzflächen feststellten, also in Bereichen mit niedriger Konzentration an freiem Sauerstoff, konnte in dieser Arbeit (vgl. Abb. 5.1 b) die Bildung von In-Ausscheidungen direkt am Probenrand beobachtet werden. Da direkt am Probenrand hinreichend Sauerstoff zur Bildung von In_2O_3 vorhanden sein sollte, ist die Entstehung der In-Ausscheidungen nicht zwangsläufig mit einem Mangel an Sauerstoff verbunden. Lu et al. [137] beobachten jedoch eine Abnahme der In_2O_3 -Entstehung auf InP bei geringeren Sauerstoffkonzentrationen.

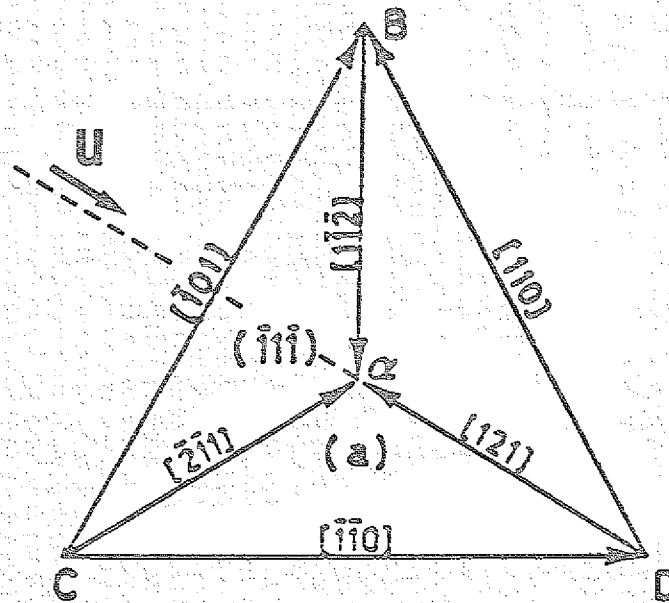
5.2 Stufendipol in der $[121]$ -Projektion

5.2.1 Experimentelle Resultate

Abbildung 5.2 zeigt eine Gitterabbildung in der $[121]$ -Projektion, in der sowohl die $(1\bar{1}1)$ -Ebenen als auch die $(20\bar{2})$ -Ebenen klar aufgelöst sind (vgl. Schemazeichnung der $[121]$ -Projektion Abb. 4.6). Die $(1\bar{1}1)$ -Ebenen entsprechen den Hauptgleitebenen, während die $[20\bar{2}]$ -Richtung parallel zur Richtung des primären Burgersvektors orientiert ist. Die Aufnahme stammt von einer (121) -Probe der Probe $I_{a,1}$, die bis in den Bereich I verformt wurde (vgl. Tabelle 3.1). Die Burgersumläufe um die vier Versetzungskerne A, B, C und D zeigen, daß die projizierten Burgersvektoren b_1 der Kerne A und B entgegengesetzt gleich den Burgersvektoren b_2 der Kerne C und D sind: $b_1 = -b_2 = \frac{a}{4}[10\bar{1}]$. Jede der vier Versetzungen ist demnach durch eine eingeschobene $(20\bar{2})$ -Netzebene charakterisiert, die jeweils durch Pfeile gekennzeichnet sind. Die Verzerrungsfelder um die einzelnen Versetzungskerne haben eine meßbare Ausdehnung von etwa 3 nm.

Der Kontrast in der Nähe der Versetzungskerne ist gut ausgeprägt, so daß sich die horizontale Position der eingeschobenen Ebenen, die durch die Pfeile gekennzeichnet ist, auf ± 1 Netzebene festlegen läßt. Das ist besonders gut an der Vergrößerung des Versetzungskerns B (oben rechts in der Abbildung) zu erkennen. Die lateralen Abstände zwischen Versetzung A und B (10.6 ± 0.4 nm) und zwischen Versetzung C und D (11.4 ± 0.4 nm) stimmen innerhalb der Grenzen der Meßunsicherheiten überein.

Abbildung 5.2: Gitterabbildung eines Stufendipols in der $[121]$ -Projektion

Abbildung 5.3: Burgersvektoren der $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Ebene

Die Gleitebenen der Versetzungen, die durch das Ende der eingeschobenen Ebenen festgelegt sind, lassen sich auf $\pm 0.5 (\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ -Ebenen lokalisieren, so daß die Versetzungen A und B sowie die Versetzungen C und D jeweils die gleiche Gleitebene haben. Faßt man die Versetzungen mit dem gleichen Burgersvektor als Paar auf, und legt für jedes Paar einen Mittelpunkt zwischen den zugehörigen Versetzungen fest (also zwischen A,B und C,D), so ist der laterale Abstand der beiden Mittelpunkte gleich dem vertikalen Abstand der Gleitebenen.

5.2.2 Diskussion

Zur Diskussion des in Abbildung 5.2 vorliegenden Versetzungstyps ist eine Vorbemerkung zur Abbildung von Stapelfehlern in der $[121]$ -Projektion nötig. Stapelfehler bewirken eine Verschiebung zweier Kristallteile gegeneinander, wobei der Verschiebungsvektor gleich dem Burgersvektor der Partialversetzungen ist, die den Stapelfehler beranden. In der Regel handelt es sich um Burgersvektoren vom Typ $b_p = \frac{a}{6} \langle 112 \rangle$. Bei einer Aufspaltung einer Versetzung in der Hauptgleitebene $(\bar{1}\bar{1}\bar{1})$ ist die Projektion der Partialburgersvektoren in die (121) -Ebene entweder 0 (bei $b_p = \frac{a}{6} [121]$) oder $\frac{a}{4} [10\bar{1}]$, so daß die beiden Kristallteile durch den Stapelfehler entweder gar nicht oder um einem $(20\bar{2})$ -Netzebenenabstand verschoben sind. Damit ist ein Stapelfehler in der $[121]$ -Projektion nicht zu beobachten.

Abbildung 5.3 verdeutlicht die möglichen Burgersvektoren in der Hauptgleitebene. Die Linienrichtung u der Versetzungen ist ebenfalls markiert. Es gibt nun mehrere mögliche Versetzungstypen mit Linienrichtung $[121]$, für die eine Projektion des Burgersvektors in die (121) -Ebene $\pm \frac{a}{4} [10\bar{1}]$ ergibt:

1. vollständige 30°-Versetzung mit Burgersvektor $\frac{a}{2} [110]$ oder $\frac{a}{2} [011]$
2. 30°-Versetzung, die in eine 60°- und eine 0°-Partialversetzung aufgespalten ist. Dabei ist nur die 60°-Versetzung durch eine eingeschobene Ebene charakterisiert, während die Schraubenversetzung höchstens an ihrem Spannungsfeld erkennbar wäre. Für die möglichen Burgersvektoren gilt dann:

$$\begin{aligned} \mathbf{b} &= \mathbf{b}_{60^\circ} + \mathbf{b}_{0^\circ} \\ \frac{a}{2} [110] &= \frac{a}{6} [21\bar{1}] + \frac{a}{6} [121] \\ \frac{a}{2} [011] &= \frac{a}{6} [\bar{1}12] + \frac{a}{6} [121] \end{aligned}$$

3. 60°-Partialversetzung einer aufgespaltenen Stufenversetzung. In diesem Fall müßten zwei Partialversetzungen beobachtet werden, die aus jeweils einer eingeschobenen (20 $\bar{2}$)-Ebene bestehen. Für die Dissoziation gilt:

$$\begin{aligned} \mathbf{b} &= \mathbf{b}_{60^\circ} + \mathbf{b}_{60^\circ} \\ \frac{a}{2} [10\bar{1}] &= \frac{a}{6} [21\bar{1}] + \frac{a}{6} [1\bar{1}2] \end{aligned}$$

Obwohl nicht eindeutig entschieden werden kann, welche der drei Versetzungskonfigurationen vorliegt, sprechen mehrere Gründe für die Beobachtung eines Stufendipols, der in vier Partialversetzungen aufgespalten ist:

- Die eingeschobenen Ebenen der Versetzungen A und B bzw. C und D enden in der gleichen Gleitebene, wie man es für eine in Partialversetzungen aufgespaltene Versetzung erwartet.
- Der laterale Abstand der Versetzungspaare (A,B) und (C,D) in Abbildung 5.2 ist gleich dem Abstand der Gleitebenen. Diese Konfiguration wird durch die lineare Elastizitätstheorie für einen (nicht aufgespaltenen) Dipol vorhergesagt, da die Wechselwirkungskräfte zwischen den Dipolversetzungen dann am größten werden [60, 108].
- Aus den konventionellen Untersuchungen der Versetzungsstrukturen zeigt sich, daß der dominante Versetzungstyp in den bis in den Bereich I verformten Proben der Stufendipol mit Linienrichtung [121] ist. 30°-Versetzen konnten dagegen nicht beobachtet werden.

Zusammenfassend läßt sich also sagen, daß es sich bei den in Abbildung 5.2 beobachteten Versetzungen um einen aufgespaltenen Stufendipol handelt, wobei die Aufspaltungswerte für beide Dipolversetzungen gleich groß ist. Somit sind α - und β -Versetzen in dieser Konfiguration gleich weit aufgespalten. Die gute Lokalisierbarkeit der Versetzungskerne läßt auf gerade Versetzungen mit wenigen Kinken entlang der Versetzungslinie schließen.

Es konnte noch ein weiteres Hochauflösungsbild eines Stufendipols aufgenommen werden, der ganz ähnliche Eigenschaften aufweist wie das oben diskutierte Beispiel. Neben Dipolen

wurden auch zahlreiche Stufenversetzungen mit Linienrichtung [121] gefunden. Dabei ist oftmals nicht festzustellen, ob es sich um Dipolversetzungen oder isolierte Versetzungen handelt, da typische laterale Abstände für Dipolversetzungen im Bereich von 60–100 nm liegen. Diese Abstände sind bereits größer als der auf dem Negativ aufgenommene Ausschnitt bei einer Vergrößerung von 600 000.

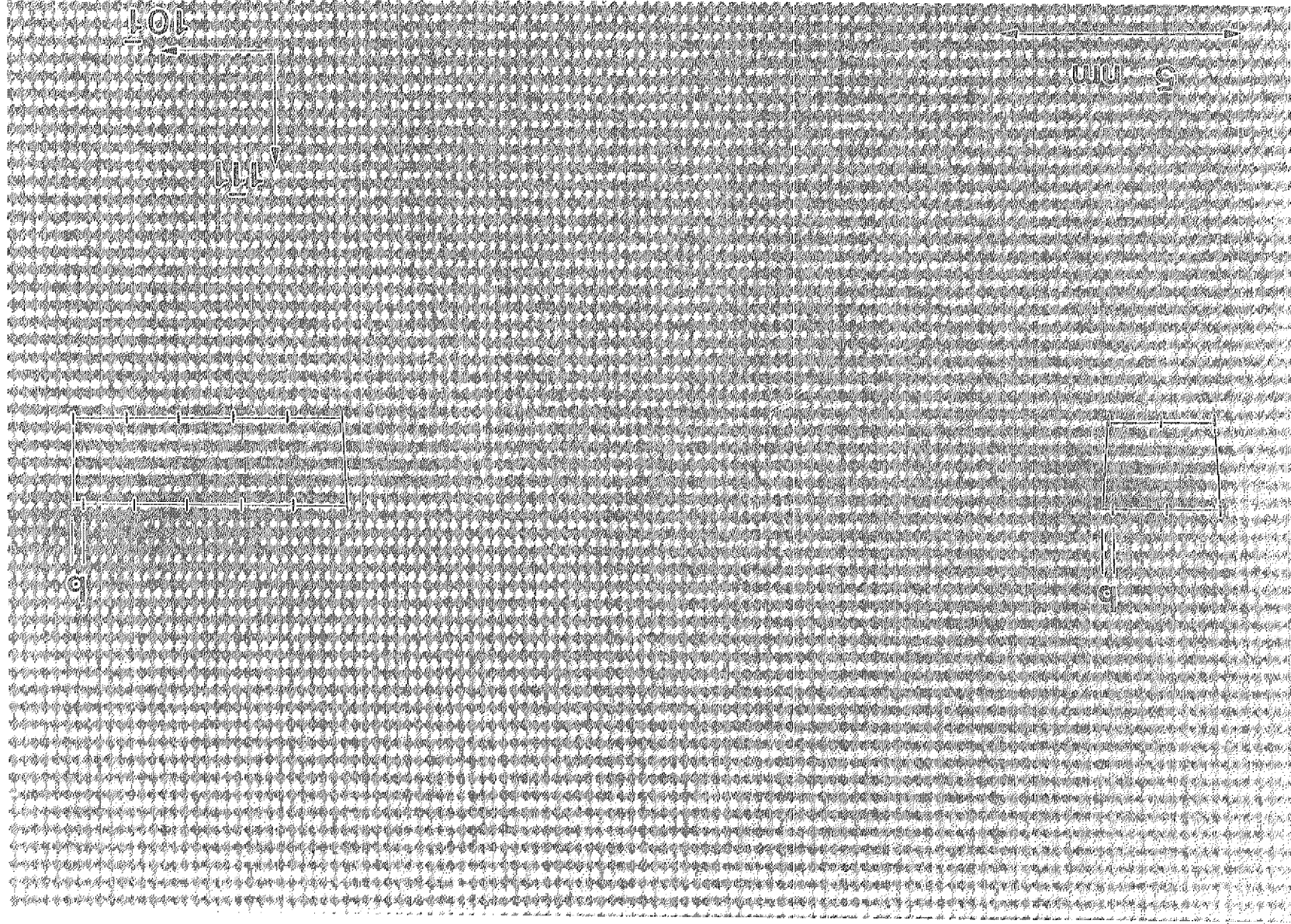
5.3 Defokusserie einer 60° -Partialversetzung in der [121]-Projektion

Abbildung 5.4 zeigt eine Übersichtsaufnahme einer Stufenversetzung in der [121]-Projektion, von der eine Serie von Hochauflösungsbildern bei drei unterschiedlichen Defokuswerten aufgenommen werden konnte, die für eine quantitative Auswertung geeignet ist. Die beiden Versetzungen, wiederum durch Burgersumläufe gekennzeichnet, sind jeweils durch eine eingeschobene $(20\bar{2})$ -Netzebene charakterisiert, die auf der gleichen Gleitebene enden. Analog zum Versetzungsdipol (Abb. 5.2) liegt hier ebenfalls eine aufgespaltene Stufenversetzung vor. Während sich die eingeschobene Ebene der linken Partialversetzung bis auf ± 2 $(20\bar{2})$ -Netzebenen festlegen läßt, ist der Kern der rechten Versetzung über etwa 20 $(20\bar{2})$ -Netzebenen „verschmiert“. Daher wurde nur der linke Versetzungskern zu weiteren quantitativen Analysen herangezogen. Die Aufspaltungsweite, die dem lateralen Abstand der Versetzungen entspricht, beträgt (21.5 ± 2) nm.

Bevor nun die Defokusserie der linken Partialversetzung besprochen wird, wird die Bestimmung von Defokus und Probendicke des defektfreien Materials in der Nähe der Versetzung vorgestellt. Die Beobachtung des Gitterbaufehlers auf jedem Negativ erlaubt eine eindeutige Festlegung des gleichen Bildausschnitts auf den Aufnahmen unterschiedlicher Defokuswerte.

5.3.1 Defokusserie des defektfreien Materials

Abbildung 5.5 zeigt drei experimentelle Bilder in defektfreiem InP, die bei unterschiedlichen Defokuswerten aufgenommen wurden. In die experimentellen Bilder sind die Ergebnisse von Bildsimulationen eingepaßt, die mit dem Multi-Slice-Algorithmus mit 64×64 Stützstellen pro Einheitszelle berechnet wurden. Der Kontrast in Abbildung 5.5 b ist durch zwei unterschiedlich stark ausgeprägte, helle Punktreihen charakterisiert, deren Abstand dem halben Netzebenenabstand der $(1\bar{1}1)$ -Ebenen $d_{(1\bar{1}1)}/2$ entspricht. Dabei fallen die Positionen der P-Atome mit den dunklen Kontrasten zwischen den starken hellen Kontrasten zusammen. In $[20\bar{2}]$ -Richtung (vgl. Abb. 4.6) sind die P-Atome durch schwächere helle Kontraste getrennt. Die Position der In-Atome ist um $d_{(1\bar{1}1)}/4$ gegenüber den P-Atomen nach oben verschoben und fällt daher nicht mit den hellen Kontrasten zusammen. Dieses Verhalten wird an nur einer Stelle der Defokus-Dicken-Ebene beobachtet, bei $\Delta f = 5 \pm 5$ nm und einer Dicke von (20 ± 2) nm. Dadurch läßt sich die lokale Dicke der Probe für weitere Simulationsrechnungen stark eingrenzen. Da das Bildmuster bei $\Delta f = 5$ nm und $t = 22$ nm symmetrisch bezüglich der $(1\bar{1}1)$ -Ebenen ist, kann keine

Abbildung 5.4: Gitterabbildung einer aufgespaltenen Stufenversetzung in der $[121]$ -Projektion

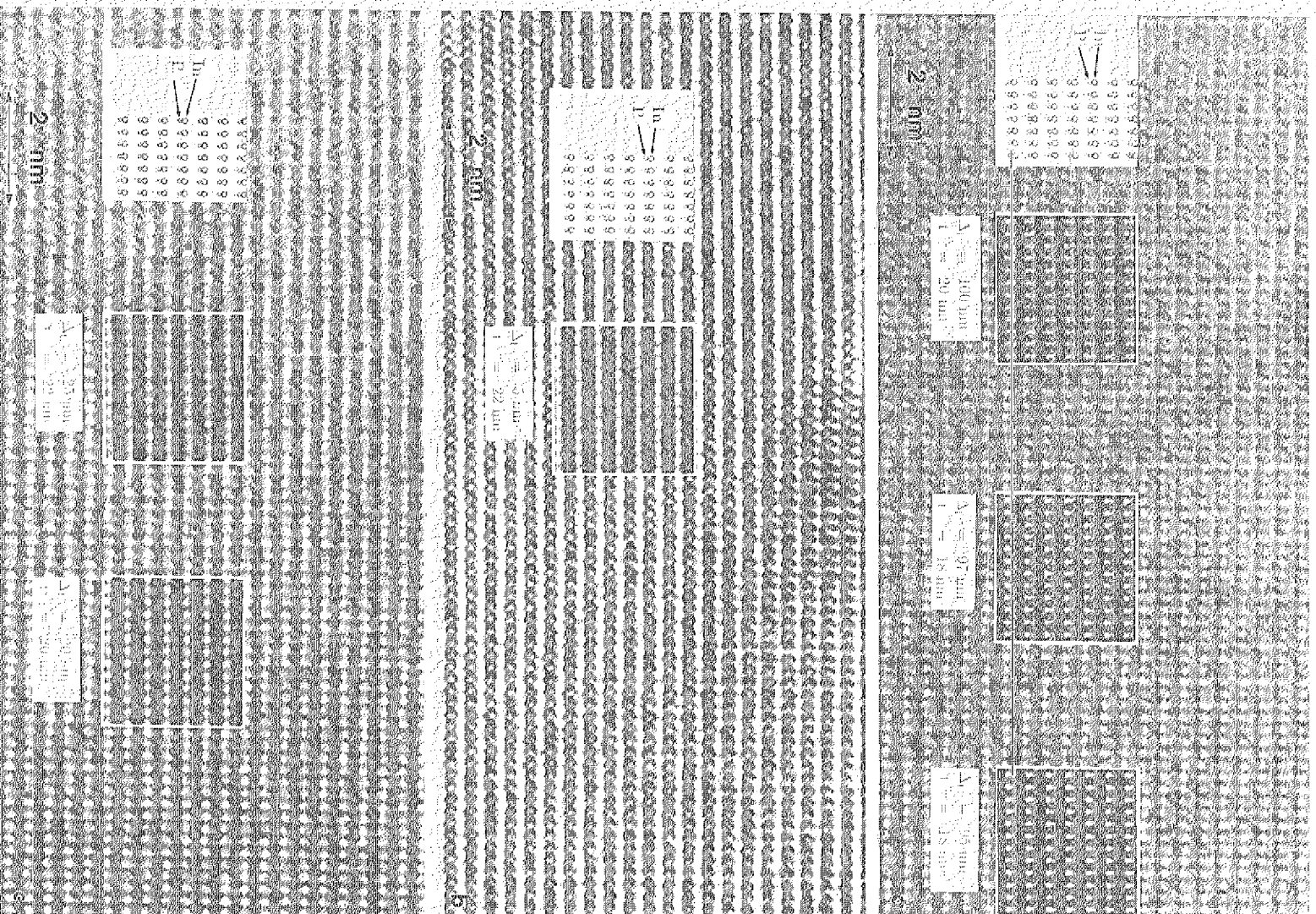


Abbildung 5.5: Defokusserie in der [121]-Projektion von der gleichen Probenstelle bei a: $\Delta f \approx 97 \text{ nm}$, b: $\Delta f = 5 \text{ nm}$ und c: $\Delta f \approx 20 \text{ nm}$. Durch den Vergleich mit simulierten Bildern nach dem Multi-Slice-Verfahren (insets) konnten die Positionen der In- und P-Atome (Modell) sowie die Dicke der Probe festgelegt werden.

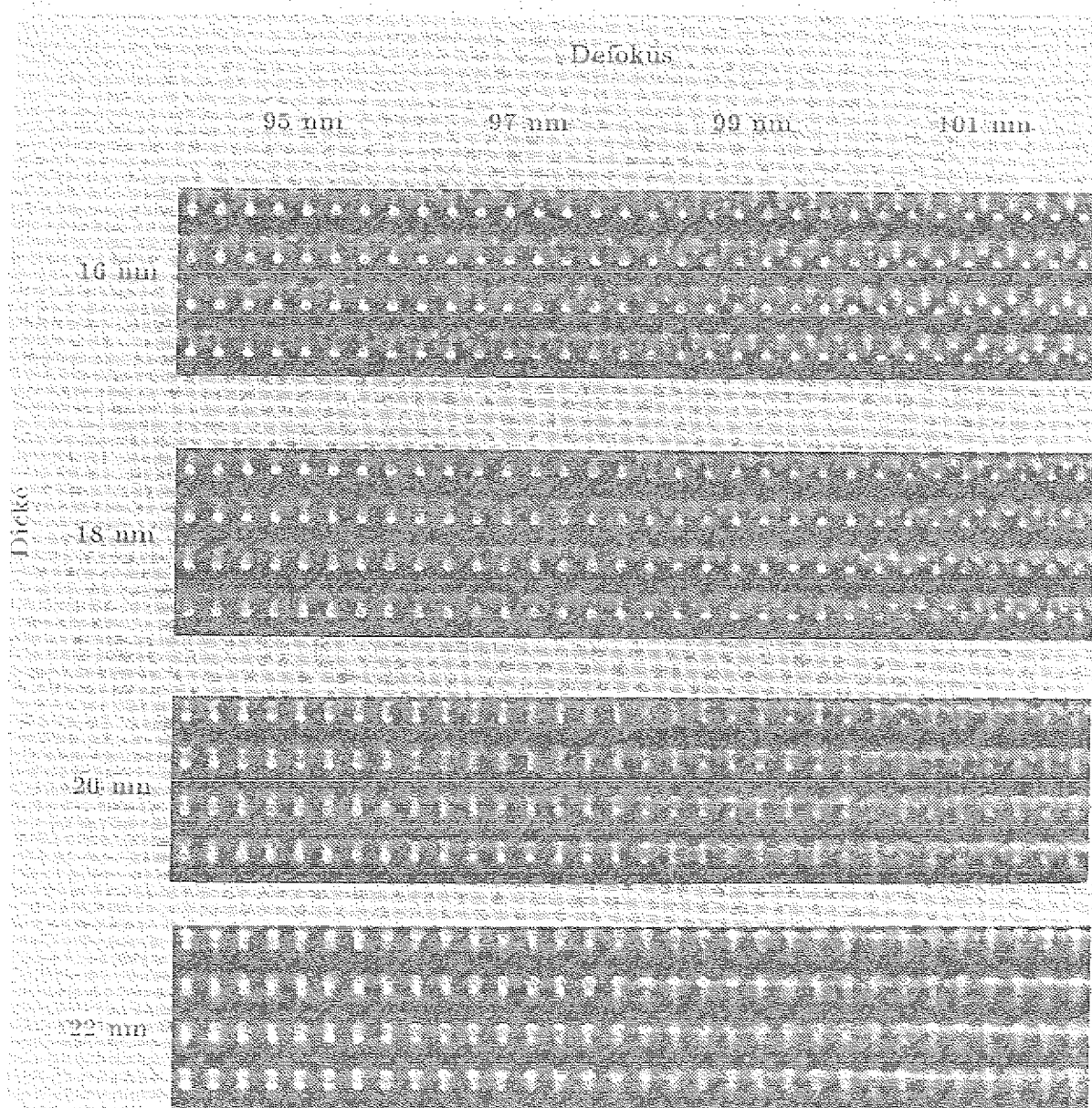


Abbildung 5.6: Defokus/Dicken-Karte in der [121]-Projektion. Jedes berechnete Bild enthält 4×4 Einheitszellen, wobei die $[\bar{1}01]$ -Achse nach rechts und die $[1\bar{1}1]$ -Achse nach oben zeigt. Im Ursprung (linke untere Ecke) befindet sich ein In-Atom, das den oberen Teil einer In-P-Hantel bildet.

Festlegung der Polarität, also der Richtung der In-P-Hanteln, in diesem experimentellen Bild erfolgen.

In Abbildung 5.5 a ist dagegen ein asymmetrischer Kontrast bezüglich der $(1\bar{1}1)$ -Ebenen zu beobachten. Im rechten Teil des Bildes wird der Kontrast von hellen Punkten dominiert, während im linken Teil direkt oberhalb der Punkte eine „verschwommene helle Reihe“ zu beobachten ist. Diese Änderung des Kontrastes ist auf eine geringfügige, lokale Änderung des Defokus und der Dicke zurückzuführen. Zur Auswertung wurden Bilder zu allen Defokuswerten von 50 nm – 130 nm in 5 nm-Schritten bei einer Dicke von 20 nm berechnet. Die einzige Übereinstimmung der berechneten mit den experimentellen Bildmustern erhält man in einem Defokus-Bereich von $\Delta f = 95 \cdots 100$ nm. In diesem Bereich ändert sich das Muster sehr empfindlich mit Defokus und Dicke. Dies wird in Abbildung 5.6 deutlich, in der in eine Defokus/Dicken-Karte im Bereich von $\Delta f = 95 \cdots 101$ nm mit einer Dickenvariation zwischen $t = 16$ nm und 22 nm gezeigt ist. Die Simulation wurde nach dem Blochwellenverfahren mit 200 Stützstellen pro Einheitszelle für 4×4 Einheitszellen berechnet. Den Ursprung jedes Bildes (linke, untere Ecke) bildet ein In-Atom, an dessen Stelle in allen Bildern ein dunkler Kontrast erzeugt wird. Direkt unterhalb der In-Atome befinden sich die P-Atome, deren Positionen mit der „verschwommenen hellen Reihe“ zusammenfallen (z.B. bei $\Delta f = 99$ nm, $t = 18$ nm). Bei den kleineren Dicken/Defokus-Werten ist an der Tunnelposition, also der Position zwischen den In-P-Hanteln, ein heller Kontrastpunkt zu beobachten, während zu größeren Defokus/Dicken-Werten eine Verlagerung des Kontrastes auf die P-Position festzustellen ist. Diese Kontrastverschiebung, die deutlich im Hochauflösungsbild 5.5 a zu erkennen ist, erlaubt eine eindeutige Festlegung der In- und P-Atompositionen, die in den Modellstrukturen in Abbildung 5.5 zu sehen ist.

Im Gegensatz zu den übrigen Teilabbildungen wurde Abbildung 5.5 c bei einem Defokuswert aufgenommen, der keinen signifikanten Kontrast in einem engen Defokus-Dicken-Bereich liefert. Die Festlegung des Defokuswertes dieses Bildes beruht auf Simulationen der benachbarten Versetzung (siehe Abb. 5.7).

5.3.2 Entwicklung eines Versetzungsmodells

Mit den Informationen, die aus der quantitativen Analyse der Hochauflösungsbilder des benachbarten, defektfreien Materials gewonnen wurden, lassen sich nun Defokus, Dicke und vor allem die Polarität in den experimentellen Bildern der Versetzung festlegen. In Abbildung 5.7 ist der Versetzungskern durch einen Burgersumlauf markiert. Daraus ist unmittelbar ersichtlich, daß die Versetzung, welche die linke Partialversetzung der in Abbildung 5.4 gezeigten Stufenversetzung bildet, durch eine von oben eingeschobene Netzebene charakterisiert ist.

Mit Kenntnis der Polarität der Probe kann nun eindeutig festgelegt werden, daß die 60° -Versetzung eine β -Versetzung ist, so daß die zusätzliche $(20\bar{2})$ -Ebene, wie in den Schemazeichnungen angedeutet, von der In-Seite eingeschoben ist. Daher sind in der Bildberechnung nur zwei mögliche Modelle der Kernstruktur zu berücksichtigen: das P-Shuffle-Set-Modell, in dem die eingeschobene Halbebene durch ein P-Atom terminiert ist, und das In-Glide-Set-Modell, in dem der Versetzungskern aus einer Reihe von In-Atomen

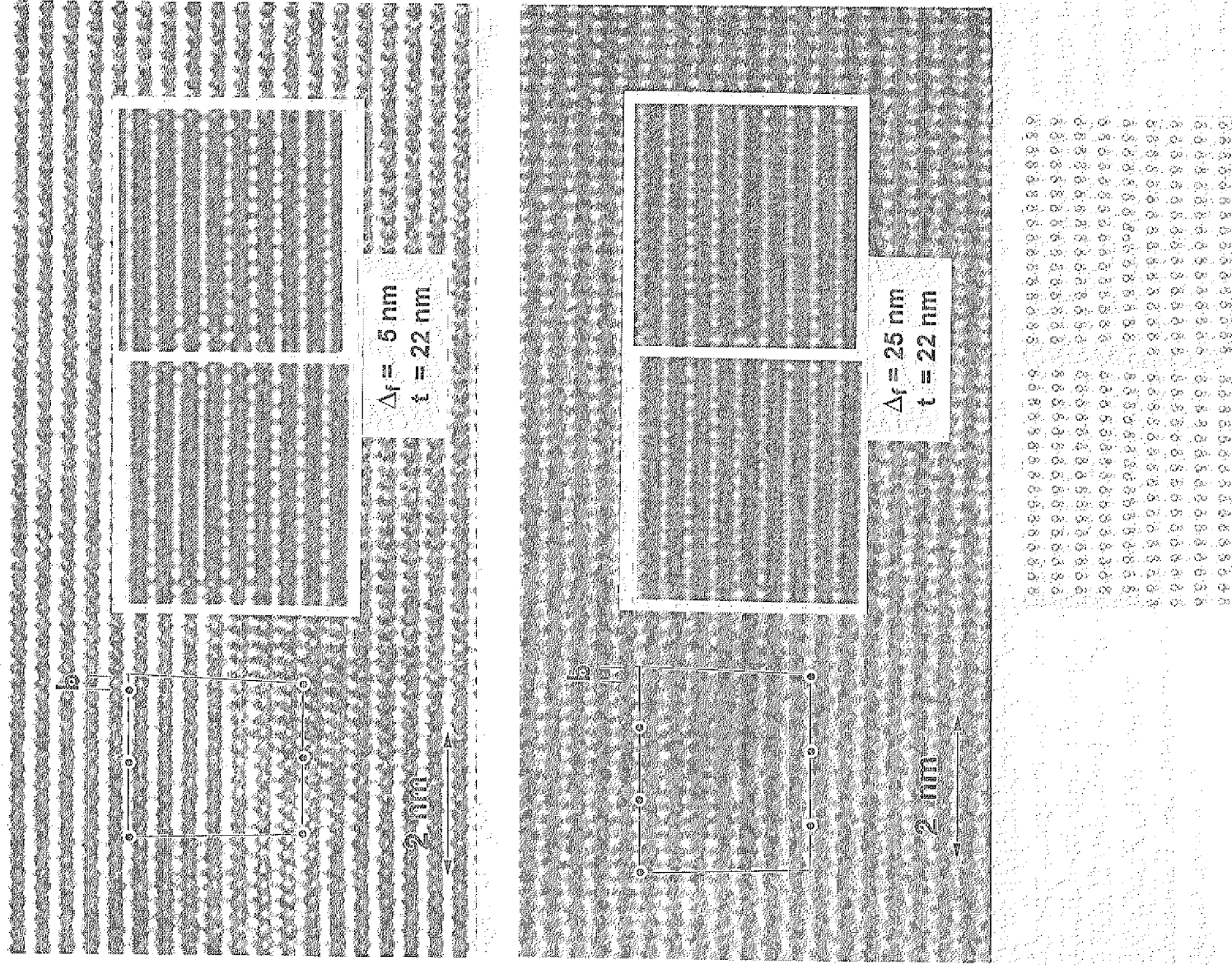


Abbildung 5.7: Defokussierere einer 60° -Partialversetzung in der $[121]$ -Projektion; oben: $\Delta f = 5 \text{ nm}$, mitte: $\Delta f = 25 \text{ nm}$ und unten: P-Shuffle-Set- und In-Glide-Set-Modell der β -Versetzung, die den Simulationen zugrunde liegen.

besteht. In der Literatur sind bisher nur für nicht-aufgespaltene Stufenversetzungen entlang der [121]-Richtung Berechnungen der Atompositionen im Versetzungskern durchgeführt worden [154, 155]. Für die aufgespaltene Form mit zwei 60°-Partialversetzungen liegen bisher leider keine theoretischen Berechnungen vor. Daher wurde als Ausgangspunkt der Bildberechnung ein Modell erstellt, in dem die Verschiebungsfelder nach der isotropen Elastizitätstheorie dem diskreten InP-Gitter überlagert wurden. Für die Verschiebungsfelder in x -Richtung, $u_x(x, y)$ und in y -Richtung $u_y(x, y)$ gilt (ν : Poissonzahl) [107, 108]:

$$u_x(x, y) = \frac{b}{2\pi} \left[\arctan\left(\frac{y}{x}\right) + \frac{x \cdot y}{2(1-\nu)(x^2 + y^2)} \right] \quad (5.1)$$

$$u_y(x, y) = -\frac{b}{8\pi(1-\nu)} \left[(1-2\nu) \ln(x^2 + y^2) + \frac{x^2 - y^2}{x^2 + y^2} \right] \quad (5.2)$$

Durch Addition der so definierten Verschiebungsfelder zu den diskreten Atompositionen von In und P, erhält man neue Atompositionen, die damit die Superzelle definieren. Dabei wurde sowohl für das P-Shuffle-Set-Modell als auch für das In-Glide-Set-Modell davon ausgegangen, daß das Ende der eingeschobenen Halbebene, also das P- bzw. In-Atom, im Ursprung des Verschiebungsfeldes ist. Mit den so definierten Superzellen wurden Multi-Slice-Rechnungen bei den aus Abbildung 5.5 erhaltenen Defokus- und Dickenwerten durchgeführt. Dabei konnte keine gute Übereinstimmung mit den experimentellen Bildern festgestellt werden, da die Verschiebung in y -Richtung und somit die Krümmung der (111)-Ebenen im simulierten Bild viel zu stark war. Daher wurden die Modelle so modifiziert, daß die Verschiebung in y -Richtung verschwindet: $u_y \equiv 0$.

Die Ergebnisse der Simulationsrechnungen für die beiden modifizierten Modelle sind in Abbildung 5.7 in die experimentellen Bilder eingepaßt. Die beiden Modellstrukturen sind jeweils unten in der Schemazeichnung gezeigt. Die Kontraständerungen in den Randbereichen der Bilder kommen, wie bereits in Kapitel 4 erwähnt, durch die fehlende Periodizität der Superzelle zustande. In der Abbildung bei $\Delta f = 5$ nm ist im dilatierten Bereich unterhalb des Versetzungskerns eine deutliche Auflösung des charakteristischen Kontrastmusters zu beobachten, während auf der komprimierten Seite, in der sich die zusätzliche eingeschobene Halbebene befindet, nur verschwommene Kontraste zu beobachten sind. Diese „Verschmierung“ des Kontrastes erlaubt es nicht, die eingeschobene Halbebene genau zu lokalisieren. Die Kontraständerung beim Übergang vom komprimierten in den dilatierten Bereich wird durch die Simulationsrechnung beider Versetzungsmodelle sehr gut wiedergegeben. Auch die Kontraste im Kernbereich zeigen für beide Modelle eine befriedigende Übereinstimmung mit dem experimentellen Bild. Im Glide-Set-Modell ist ein etwas schwächerer heller Punkt im Versetzungskern zu erkennen als im Shuffle-Set-Modell, der mit der Tunnelposition im Versetzungskern zusammenfällt. Der Unterschied zwischen beiden Modellen ist jedoch nicht hinreichend groß, um eines der beiden Modelle definitiv ausschließen zu können.

Bei einem Defokuswert von 25 nm beobachtet man genau das umgekehrte Kontrastverhalten im Verzerrungsfeld der Versetzung wie bei $\Delta f = 5$ nm. Hier ist der komprimierte Bereich im Gegensatz zum dilatierten Bereich klar aufgelöst. Obwohl das Kontrastmuster in großen Defokus-Dicken-Bereichen auftritt, erlaubt nun die Kontraständerung im dilatierten und komprimierten Bereich der Versetzung eine Festlegung des Defokuswert-

tes auf ± 5 nm. Bei allen anderen Defokuswerten im Bereich (25 ± 20) nm wird diese Kontraständerung um die Versetzung nicht beobachtet. Die simulierten Bilder der beiden Versetzungsmodelle unterscheiden sich jedoch nicht im Kernbereich der Versetzung, so daß auch bei diesem Defokuswert keine eindeutige Festlegung des Versetzungsmodells möglich ist.

5.3.3 Diskussion

Der Vergleich der Simulationsrechnungen des ungestörten InP mit den experimentellen Aufnahmen bei drei unterschiedlichen Defokuswerten (Abb. 5.5) liefert die eindeutige Bestimmung der experimentellen Parameter, Defokus und lokale Probendicke, so daß die atomaren Positionen im experimentellen Bild festgelegt werden können. Da der Vergleich der Bildkontraste in einem Bereich nahe der 60°-Partialversetzung vorgenommen wurde, sind auch für den Ort des Versetzungskerns die experimentellen Parameter bekannt. Für die beiden in Abbildung 5.7 vorgestellten Versetzungsmodelle ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung der Bildkontraste von Simulation und Experiment bei zwei Defokuswerten. Daraus kann die Schlußfolgerung gezogen werden, daß das Verzerrungsfeld um die Versetzung offensichtlich in erster Näherung in x -Richtung gut durch die lineare, isotrope Elastizitätstheorie beschrieben wird. Dagegen sind die theoretischen Verschiebungsfelder in y -Richtung viel zu groß, so daß eine bessere Beschreibung der experimentellen Bilder durch Vernachlässigung der Verschiebungsfelder in y -Richtung erreicht wird. Damit ist die lineare, isotrope Elastizitätstheorie nicht geeignet, die auftretenden Verschiebungsfelder zu beschreiben.

Für die vorliegenden Defokuswerte zeigt sich jedoch kein signifikanter Unterschied in den Bildkontrasten der Versetzungskerne der beiden unterschiedlichen Versetzungsmodelle, dem P-Shuffle-Set- und dem In-Glide-Set-Modell, so daß daher keine Schlüsse auf die Versetzungskernstruktur der 60°-Partialversetzung gezogen werden können. Es ist jedoch aufgrund theoretischer Simulationsrechnungen anzunehmen, daß auch in experimentellen Bildern bei Defokuswerten, bei denen mehr Bilddetails übertragen werden, zwischen den beiden Kernstrukturmodellen unterschieden werden kann.

Die schlechte Auflösung der zweiten Partialversetzung, die ja bei gleichen experimentellen Bedingungen wie die Partialversetzung in Abbildung 5.7 aufgenommen wurde, kann folgende Ursachen haben: Ein Auflösungsverlust im Versetzungskern ist dann zu erwarten, wenn die Versetzungslinie nicht exakt parallel zum Elektronenstrahl ausgerichtet ist. In diesem Fall sollte eine „Verschmierung“ des Kontrastes parallel zur Gleitebene vorliegen, was auch in Abbildung 5.4 beobachtet wird. Speziell kann eine hohe Anzahl von Kinken entlang der Versetzungslinie zu einem breiten Bereich mit Kontrastverlust führen, was insbesondere bei großen Probendicken, wie sie hier vorliegen, zur Geltung kommt. Eine mögliche Ursache für eine Abweichung der Versetzungslinienrichtung von der Einstrahlrichtung kann nach Hazzeldine et al. [99] die Minimierung der Energie der Versetzungen durch eine Rotation zum Schraubencharakter sein. Dieser Effekt beruht auf der Wechselwirkung der Versetzungen mit der Probenoberfläche, die insbesondere bei Hochauflösungsproben wegen ihrer geringen Dicke nicht zu vernachlässigen ist (siehe auch Kap. 5.6). Andererseits kann ein Auflösungsverlust durch lokale Verunreinigungen

der Probe zustande kommen. Bedingt durch die chemische Dünung der Proben ist gerade im Spannungsfeld einer Versetzung eine preferentielle Ansammlung von Verunreinigungen denkbar. Dies sollte jedoch nicht zu einem unterschiedlichen Effekt bei Versetzungen gleichen Typs führen, zumal die Versetzungen in Abbildung 5.4 einen sehr geringen Abstand haben.

Bemerkenswert ist, daß in Abbildung 5.5 a innerhalb eines kleinen lateralen Bereichs der Probe (ca. 12 nm) offensichtlich Dickenänderungen um 5 nm vorhanden sind, die durch die Änderung des Abstandes zwischen Probenunterseite und Objektivlinse eine effektive Defokusänderung Δf bewirken. Dies ist wahrscheinlich auf die chemische Präparation der Proben zurückzuführen, die lokale Unterschiede in der Materialabtragung verursachen kann. Aber auch Kippungen der Probe im Probenhalter können eine lokale Änderung des Abstandes zwischen Probe und Objektivlinse bewirken. Dieser Effekt kann aber bei maximalen Kippungen der Probe von $\pm 15^\circ$ höchstens zu einer Defokusänderung von ± 3 nm in einem Probenbereich von 10 nm führen.

5.4 60° -Versetzen in der [011]-Projektion

5.4.1 Experimentelle Resultate

Abbildung 5.8 zeigt die Gitterabbildung einer Versetzung mit einer Linienrichtung parallel zu [011], die keine Aufspaltung in Partialversetzungen zeigt. Die [011]-Richtung, die der Projektionsrichtung entspricht, ist eine der drei $\langle 110 \rangle$ -Richtungen in der Hauptgleitebene, jedoch nicht die Richtung des primären Burgersvektors. Die Versetzung befindet sich sehr dicht am Rand der Probe, der an seiner amorphen Struktur erkennbar ist. Das Kontrastmuster im kristallinen Bereich der Probe läßt die beiden {111}-Netzebenenscharen, die beide in der [011]-Projektion senkrecht zum Elektronenstrahl stehen, deutlich hervortreten. Die Hantelstruktur entlang der [100]-Richtung ist dagegen nicht aufgelöst. Im oberen Teil des Bildes ist eine leichte Fehlorientierung zu erkennen, die sich durch eine Verschmierung des Kontrastes entlang einer der {111}-Netzebenenscharen bemerkbar macht, so daß die Spiegelsymmetrie entlang der [100]-Achse gestört ist. Aus dem eingezeichneten Burgersumlauf um den Versetzungskern ergibt sich ein projizierter Burgersvektor von $b_{\text{proj}} = \frac{a}{4} [2\bar{1}\bar{1}]$, welcher der Projektion des vollständigen Burgersvektors $\frac{a}{2} [10\bar{1}]$ (oder $\frac{a}{2} [110]$) entspricht. Die Versetzung ist somit durch eine eingeschobene Ebene charakterisiert, die auf der $(1\bar{1}\bar{1})$ -Ebene endet. Der Einfluß des Verzerrungsfeldes läßt sich bis zu einer Entfernung von ca. 3 nm vom Versetzungskern an einer meßbaren Krümmung der Netzebenen feststellen.

Abbildung 5.9 zeigt ein Beispiel einer Versetzung in der [011]-Projektion, die in zwei Partialversetzungen aufgespalten ist. Im Gegensatz zur [121]-Orientierung ist hier der Stapelfehler deutlich an einer Änderung in der Stapelfolge der $(11\bar{1})$ -Ebenen zu erkennen. Es handelt sich hier um einen intrinsischen Stapelfehler, was sich unmittelbar an der Stapelfolge ablesen läßt [107, 108]. Die Versetzungen befinden sich sehr nahe am Probenrand, und wurden zudem von einer benachbarten Probenstelle aufgenommen wie die Versetzung in Abbildung 5.8, so daß die indizierten Raumrichtungen beider Aufnahmen

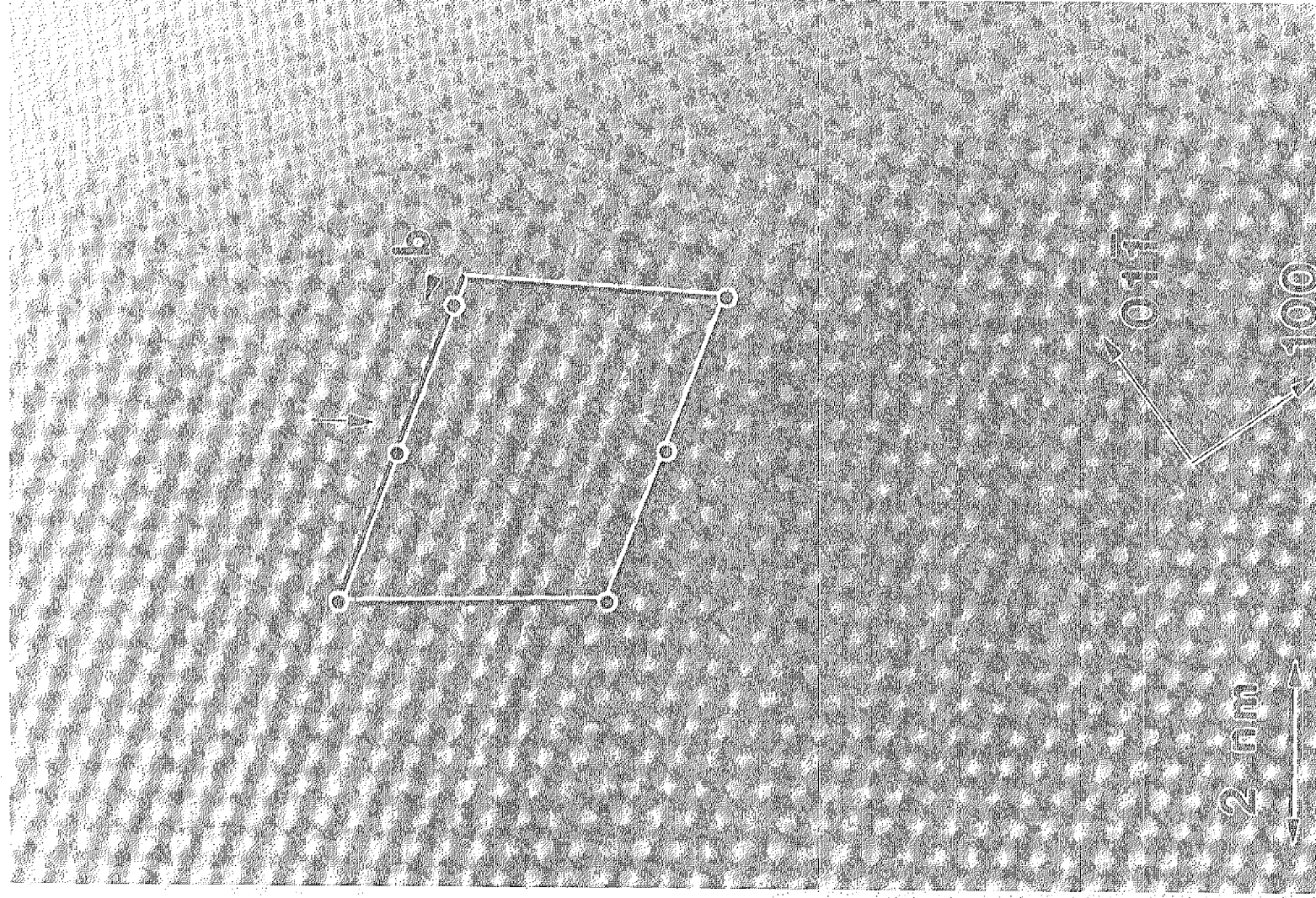


Abbildung 5.8: Gitterabbildung einer nicht-aufgespaltenen 60° -Versetzung. Die Versetzung ist durch einen Burgersumlauf markiert. Der Pfeil kennzeichnet die eingeschobene Ebene. b: projizierter Burgersvektor.

übereinstimmen. Im oberen Teil der Abbildung ist ein asymmetrisches Kontrastverhalten bezüglich der Übertragung der beiden $\{111\}$ -Netzebenen zu beobachten, welches auf eine Fehlorientierung der Probe hindeutet. Auch in dieser Abbildung ist das Kontrastmuster durch die $\{111\}$ -Ebenen bestimmt, wobei die In-P-Hanteln nicht aufgelöst werden.

Aus dem Burgersumlauf in Abbildung 5.9 läßt sich ein Schließungsvektor $\mathbf{b}_{\text{proj}} = \frac{a}{4} [\bar{2}1\bar{1}]$ ablesen, der sich bei Projektion der Burgersvektoren $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [101]$ oder $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [011]$ der konjugierten Gleitebene ($11\bar{1}$) in die (011)-Ebene ergibt. Führt man nur einen Burgersumlauf um je eine Partialversetzung aus, wobei Start- und Endpunkt jeweils auf der Stapelfehlerebene liegen müssen, so kann für die linke Versetzung ein projizierter Burgersvektor von $\frac{a}{12} [\bar{2}1\bar{1}]$, und für die rechte Partialversetzung $\frac{a}{6} [\bar{2}1\bar{1}]$ ausgemessen werden. Der Stapelfehler, der von den beiden Partialversetzungen aufgespannt wird, ist bis zum Kern der linken Versetzung klar am Versatz der quer zur Stapelfehlerebene verlaufenden Netzebenen erkennbar. In der Nähe der rechten Versetzung ist dagegen ein Auflösungsverlust des „idealen“ Stapelfehlerkontrastes zu erkennen.

Im Gegensatz zur nicht-aufgespaltenen Versetzung ist hier unmittelbar neben der Versetzung keine meßbare Ausdehnung des Verzerrungsfeldes festzustellen. Dies ist besonders gut an der linken Versetzung zu erkennen, während sich die Auswirkung des Verzerrungsfeldes um die rechte Versetzung wegen des kurzen Abstands vom Lochrand weniger gut beobachten läßt.

5.4.2 Diskussion

In den beiden Abbildungen 5.8 und 5.9 kann unmittelbar aus den Burgersumläufen geschlossen werden, daß es sich um 60° -Versetzen handelt, da kein anderer möglicher Burgersvektor in der [011]-Projektion $\mathbf{b}_{\text{proj}} = \frac{a}{4} [21\bar{1}]$ bzw. $\mathbf{b}_{\text{proj}} = \frac{a}{4} [\bar{2}1\bar{1}]$ ergibt. Aus der Vermessung der projizierten Burgersvektoren der aufgespaltenen 60° -Versetzung (Abb. 5.9) folgt, daß die linke Versetzung eine 30° -Partialversetzung ist, während es sich bei der rechten Versetzung um eine 90° -Partialversetzung handelt. Im Gegensatz zur 90° -Versetzung ist der Kern der 30° -Versetzung gut zu lokalisieren. Die 90° -Versetzung zeichnet sich dagegen durch einen delokalisierten Kern aus, da erst in einer Entfernung von ca. 1 nm vom Kern der „ideale“ Stapelfehlerkontrast beobachtet wird. Dadurch gibt es um den Kern der 90° -Partialversetzung ein relativ großes Gebiet, in dem die idealen Bindungswinkel und -längen gestört sind.

Die Gleitebenen der beiden Versetzungen (die $1\bar{1}1$ -Ebene in Abb. 5.8 und die $11\bar{1}$ -Ebene in Abb. 5.9) stoßen im stumpfen Winkel aufeinander, so daß die beiden Versetzungen nicht die gleiche Polarität haben. Somit ist eine der beiden Versetzungen eine α -Versetzung, die andere eine β -Versetzung. Die beiden Versetzungen, die beide direkt am Probenrand beobachtet wurden, unterscheiden sich hinsichtlich ihrer Aufspaltung in Partialversetzungen: Abbildung 5.9 zeigt eine aufgespaltene 60° -Versetzung, während die zweite 60° -Versetzung (Abb. 5.8) nicht in Partialversetzungen aufgespalten ist. Es wurden insgesamt 3 nicht-aufgespaltene 60° -Versetzen (von 8) gefunden, so daß es bei Abbildung 5.8 nicht um eine Einzelbeobachtung handelt. Mögliche Ursachen für dieses unterschiedliche Verhalten werden im Kapitel 5.6.2 diskutiert.

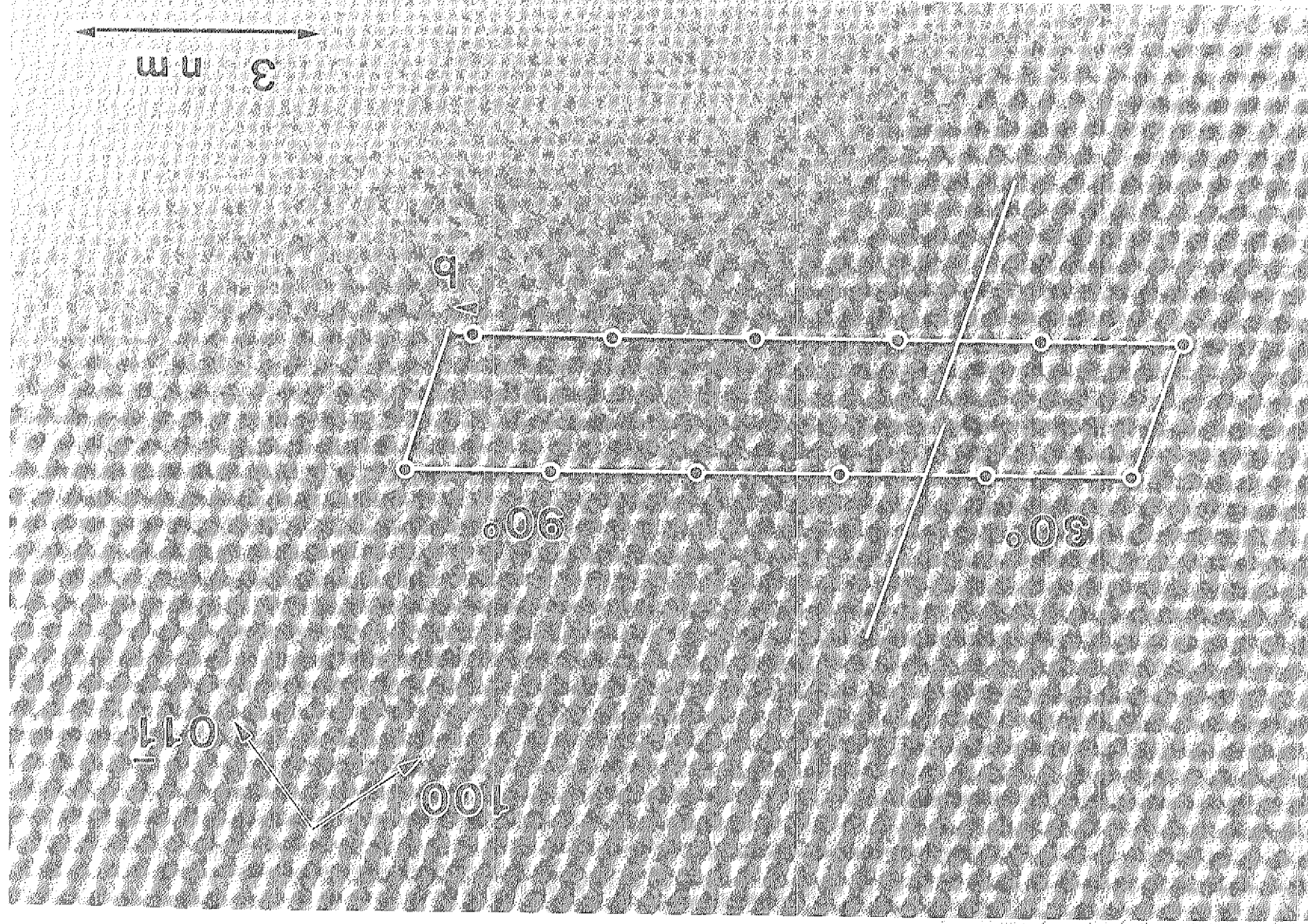


Abbildung 5.9: Gitterabbildung einer aufgespaltenen 60° -Versetzung. Die Versetzung ist durch einen Burgersumlauf gekennzeichnet, der Versatz der Netzebenen durch den Stapelfehler ist durch Linien markiert. b : projizierter Burgersvektor.

5.5 Z-Dipol in der [011]-Projektion

5.5.1 Experimentelle Resultate

Abbildung 5.10 zeigt eine komplizierte Anordnung von Versetzungen in der [011]-Projektion. Während in der unteren Bildhälfte die $\{111\}$ -Netzebenenscharen gut aufgelöst sind, zeigen sich in der oberen Bildhälfte lokale Kontraständerungen, die durch die Überlagerung von Moiré-Streifenkontrasten zustande kommen. Insgesamt sind jedoch wegen der hohen Vergrößerung nur zwei Moiré-Streifen zu erkennen. Aus dem Burgersumlauf, der die gesamte Versetzungsanordnung umgibt, ist kein Schließungsfehler abzulesen, so daß keine resultierende Stufenkomponente des Burgersvektors in der (011)-Ebene vorliegt. Deutlich sind zwei Stapelfehler zu erkennen, die auf zwei zueinander geneigten Ebenen liegen. An der Stapelfolge ist erkennbar, daß es sich um intrinsische Stapelfehler handelt [107]. In der $(1\bar{1}1)$ -Ebene beträgt die laterale Ausdehnung des Stapelfehlers (4.3 ± 0.4) nm, in der $(\bar{1}\bar{1}1)$ -Ebene dagegen nur (3.2 ± 0.4) nm. Die Burgersumläufe um die Partialversetzungen ergeben jeweils unterschiedliche Ergebnisse: Die Partialversetzung, die die linke Begrenzung des Stapelfehlers in der $(1\bar{1}1)$ -Ebene darstellt, hat einen Burgersvektor $\mathbf{b}_{\text{proj}} = \frac{a}{6} [\bar{2}\bar{1}1]$, der somit eine 90° -Partialversetzung beschreibt. Der Burgersumlauf um die untere Versetzung ergibt dagegen einen projizierten Burgersvektor von $\frac{a}{3} [1\bar{1}\bar{1}]$. An zwei weiteren Stellen konnten ähnliche Versetzungskonfigurationen beobachtet werden, wobei auch hier in der $(1\bar{1}1)$ -Ebene eine größere Aufspaltung vorliegt.

5.5.2 Diskussion

Aus der Tatsache, daß keine resultierende Gesamt-Burgersvektorkomponente in der [011]-Projektion beobachtet wird, kann gefolgert werden, daß die Versetzungskonfiguration in Abbildung 5.10 entweder reinen Schraubencharakter hat, oder ein Versetzungsdipol ist. Der reine Schraubencharakter kann aber wegen der Stufenkomponenten, die sich aus den Burgersumläufen um die einzelnen Partialversetzungen ergeben, ausgeschlossen werden. Insbesondere der Burgersvektor $\mathbf{b}_{\text{proj}} = \frac{a}{6} [\bar{2}\bar{1}1]$, der sich für die linke Partialversetzung auf der $(1\bar{1}1)$ -Ebene ergibt, schließt eine Schraubenversetzung aus, da dieser Burgersvektor nur eine Stufenversetzung beschreiben kann und sich nicht durch Projektion anderer $\frac{a}{2}\langle 110 \rangle$ - oder $\langle 112 \rangle$ -Vektoren in die [011]-Ebene ergeben kann. Somit handelt es sich um einen Dipol, der eine Aufspaltung auf zwei unterschiedlichen $\{111\}$ -Ebenen zeigt. In den Proben I_b1 und I_b2 wurden auch mit konventionellen Techniken Dipolversetzungen mit Linienrichtungen entlang der [011]-Richtung beobachtet. Diese zeichnen sich häufig durch einen besonders schwachen Kontrast verglichen mit anderen Versetzungstypen aus, welcher typisch für Z-Dipole ist (siehe Abb. 3.9).

In der Literatur wurden ähnliche Dipole in GaAs [55, 56], Ge [48] und Si [180] in Hochauflösung beobachtet, die eine Z- oder S-Form bilden können. In Abbildung 5.11 ist schematisch gezeigt, wie sich ein solcher Z-Dipol entlang der [011]-Richtung ausbilden kann. In der Ausgangssituation liegen zwei aufgespaltene 60° -Versetzungen vor, die entgegengesetzte Burgersvektoren $\frac{a}{2} [10\bar{1}]$ aufweisen und demnach aus einer α - und einer β -Versetzung bestehen. Ist der Abstand der $(1\bar{1}1)$ -Gleitebenen hinreichend klein, so ist

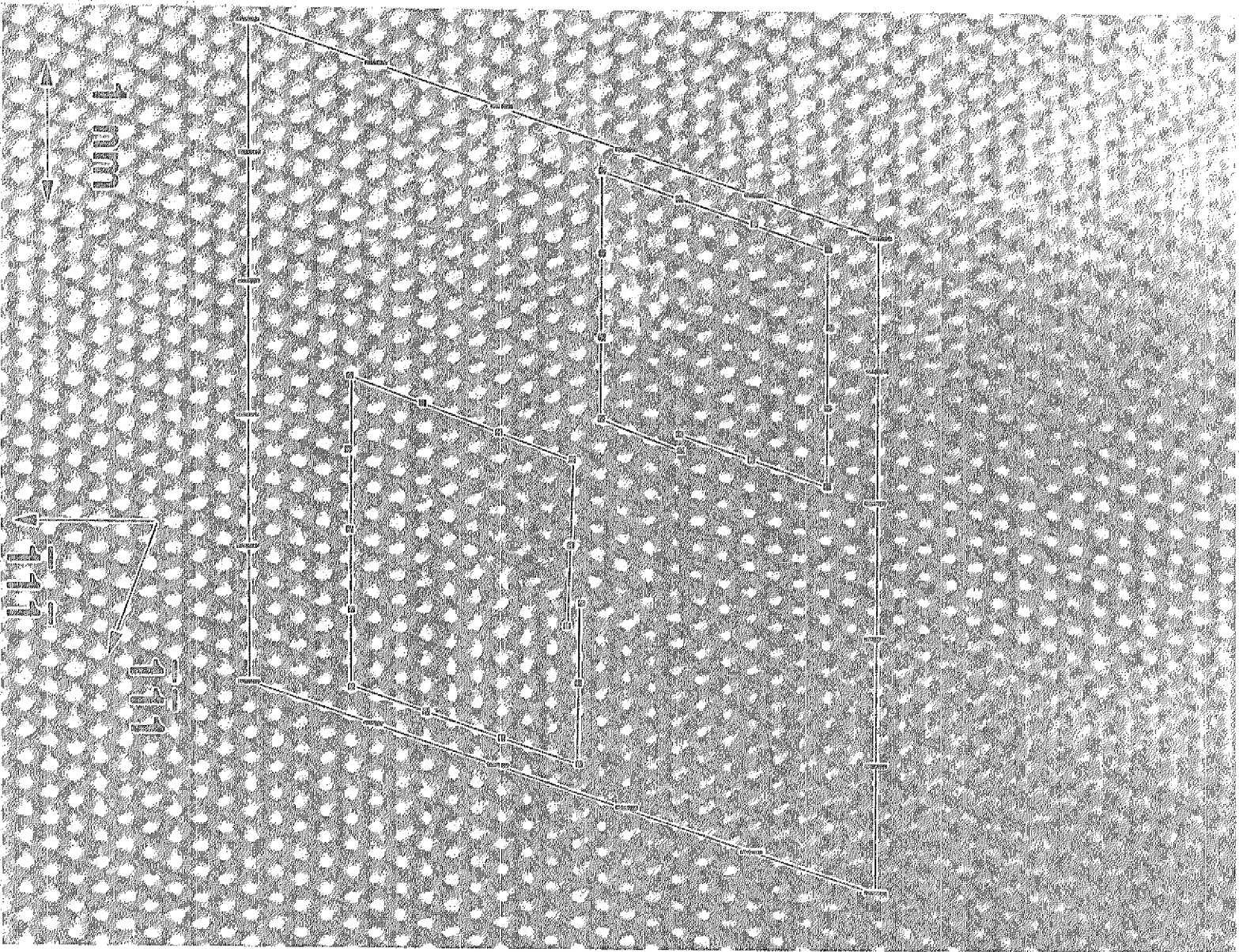


Abbildung 5.10: Gitterabbildung eines Z-Dipols

a

$$\frac{a}{6} [\bar{2}\bar{1}1] + \frac{a}{6} [\bar{1}12] = \frac{a}{2} [\bar{1}01]$$

$$\frac{a}{6} [1\bar{1}\bar{2}] + \frac{a}{6} [21\bar{1}] = \frac{a}{2} [10\bar{1}]$$

b

$$\frac{a}{6} [\bar{2}\bar{1}1] + \frac{a}{6} [0\bar{1}1] = \frac{a}{6} [\bar{1}12] + \frac{a}{6} [1\bar{2}\bar{1}]$$

$$\frac{a}{6} [1\bar{1}\bar{2}] + \frac{a}{6} [\bar{1}21] = \frac{a}{6} [01\bar{1}] + \frac{a}{6} [21\bar{1}]$$

c

$$\frac{a}{6} [\bar{2}\bar{1}1] + \frac{a}{6} [0\bar{1}1]$$

$$\frac{a}{3} [11\bar{1}] = \frac{a}{6} [01\bar{1}] + \frac{a}{2} [21\bar{1}]$$

Abbildung 5.11: Schematische Darstellung der Entstehung eines Z-Dipols

es energetisch günstiger, wenn die beiden 30° -Partialen mit $\mathbf{b} = \pm \frac{a}{6} [1\bar{1}2]$ durch Bildung zweier Partialversetzungen auf der konjugierten Gleitebene mit den Burgersvektoren $\mathbf{b} = \pm \frac{a}{6} [\bar{1}21]$ zu „stair-rod“-Versetzungen mit $\mathbf{b} = \pm \frac{a}{6} [01\bar{1}]$ reagieren (Abb. b). Dadurch entsteht auf der konjugierten Gleitebene ein Stapelfehler, der die Stapelfehler der $(1\bar{1}1)$ -Ebenen verbindet. Prinzipiell können diese Z-Dipole aus extrinsischen oder intrinsischen Stapelfehlern bestehen. In dem hier beschriebenen Fall wurden jedoch nur intrinsische Stapelfehler beobachtet. In Abbildung 5.10 ist eine Reduktion der Z-Form auf eine dreieckige Form festzustellen, so daß keine symmetrische Konfiguration vorliegt. Das bedeutet, daß die untere der Dipolversetzungen, wie in Abbildung 5.11c schematisch dargestellt ist, nicht in der $(1\bar{1}1)$ -Ebene aufgespalten ist. Dieses asymmetrische Verhalten, welches keine Entsprechung in GaAs oder Ge findet, ist möglicherweise auf die unterschiedlichen Eigenschaften von α - und β -Versetzungen zurückzuführen (siehe auch Diskussion der Aufspaltungsweiten, Kap. 5.6.2).

An zwei weiteren Stellen konnten ähnliche Versetzungs-Konfigurationen wie in Abbildung 5.10 beobachtet werden. Ein Z- oder S-Dipol, der eine symmetrische Aufspaltung zeigt, wurde dagegen in keinem Fall gefunden.

5.6 Aufspaltungsweiten in den Gitterabbildungen der Versetzungen

5.6.1 Experimentelle Resultate

Aus den Gitterabbildungen dissoziierter Versetzungen lassen sich die Aufspaltungsweiten direkt vermessen. Die Meßergebnisse sind in Tabelle 5.2 für die einzelnen Versetzungstypen aufgelistet. Natürlich sind nur Versetzungstypen angegeben, deren Linienrichtungen mit der Probennormalen zusammenfallen, wobei jedoch kleinere Abweichungen vor allem bei Versetzungen mit leicht „verschwommenem“ Kontrast auftreten (siehe auch Diskussion der 60° -Partialversetzung Seite 111). Die Bilder der Schraubenversetzungen stammen — bis auf wenige Ausnahmen — aus TEM-Proben mit Probennormalen, die der Richtung des primären Burgersvektors $\mathbf{b} = \frac{a}{2} [10\bar{1}]$ entsprechen. Zur Aufnahme von Gitterabbildungen der 60° -Versetzungen wurden dagegen Proben parallel zur (011) -Ebene präpariert, so daß der Burgersvektor des primären Gleitsystems einen Winkel von 60° mit der Probennormalen einschließt. Die Stufenversetzungen schließlich wurden in $[121]$ -Proben beobachtet. Alle Hochauflösungsaufnahmen stammen von Proben des Formungsbereichs I, so daß die Werte der Aufspaltungsweiten aus hochauflösender und konventioneller TEM direkt miteinander zu vergleichen sind.

Für alle Versetzungstypen sind starke Schwankungen der Aufspaltungsweiten zu beobachten: Für die Stufenversetzungen erstrecken sich die Werte von 10–35 nm, so daß sich eine mittlere Aufspaltungsweite von 24.5 nm ergibt. Dieser Wert ist deutlich höher als die mittels der Weak-Beam-Technik ermittelten Werte, die typischerweise bei 15 nm liegen. Auch für Schraubenversetzungen sind drastische Schwankungen von 6–28 nm festzustellen, wobei der Mittelwert 12.5 nm beträgt. Dieser Wert ist ebenfalls größer als der Wert von ca. 5 nm, der bei der Beobachtung mit konventionellen Techniken

Versetzungstyp	Aufspaltungswerte	Bemerkungen
90°	30.5 nm	Abb. 5.4
90°	21.5 nm	
90°	35.4 nm	
90°	10.0 nm	
60°	14.7 nm	b \perp zum Probenrand b \parallel zum Probenrand b \perp zum Probenrand, Abb. 5.8 nah am Probenrand, Abb. 5.9 b antiparallel zu b in Abb. 5.8 nah am Probenrand
60°	11.7 nm	
60°	0 nm	
60°	0 nm	
60°	0 nm	
60°	5.8 nm	
60°	8.5 nm	
60°	7.7 nm	
0°	11.7 nm	läuft in den Rand fehlorientiert verschwommener Kontrast verschwommener Kontrast
0°	8.8 nm	
0°	4.4 nm	
0°	20.3 nm	
0°	27.8 nm	
0°	19.7 nm	
0°	8.8 nm	
0°	6.4 nm	
0°	7.6 nm	
0°	8.8 nm	
0°	13.2 nm	

Tabelle 5.2: Aufspaltungswerte ermittelt aus den Gitterabbildungen

gefunden wird. Für 60°-Versetzen findet man dagegen Schwankungen um einen kleineren Mittelwert von 9.7 nm, wobei hier natürlich nur die aufgespaltenen Versetzungen berücksichtigt wurden. Ein Vergleich mit dem konventionell ermitteltem Wert von ca. 12 nm zeigt, daß in diesem Fall die Gitterabbildung eine kleinere Aufspaltungswerte liefert. Im Gegensatz zu allen anderen Versetzungstypen kann man 60°-Versetzen auch im nicht-aufgespaltenen Zustand finden. An einer Probenstelle konnten zwei aufgespaltenen sowie eine nicht-aufgespaltene 60°-Versetzen beobachtet werden, die sich in ihrer Polarität unterschieden. Die beiden aufgespaltenen Versetzungen, die zudem auf unterschiedlichen Gleitebenen liegen, zeigen den konträren α - bzw. β -Charakter wie die nicht-aufgespaltene Versetzung (siehe auch Kap. 5.4).

Für 60°-Versetzen läßt sich aus der Tabelle ablesen, daß alle Versetzungen, die nah am Probenrand und somit an einer Stelle kleinerer Probendicke beobachtet wurden, niedrigere Aufspaltungswerte zeigen. In etwas größeren Probendicken nähert sich der Wert der Aufspaltungswerte an den „bulk“-Wert von 12 nm an. Für die übrigen Versetzungstypen läßt sich aus den vorliegenden Beobachtungen kein systematischer Einfluß der Probendicke auf

die Aufspaltungsweite feststellen, obwohl natürlich in allen Hochauflösungsbildern verglichen mit den konventionellen, elektronenmikroskopischen Aufnahmen wesentlich kleinere Probendicken vorliegen.

5.6.2 Diskussion

In der Diskussion der Aufspaltungsweiten, die in den Gitterabbildungen der Versetzungen gemessen wurden, sind die Ursachen folgender Beobachtungen zu erklären:

1. sehr große Schwankungen der Aufspaltungsweiten für die einzelnen Versetzungstypen
2. nicht-aufgespaltene und aufgespaltene 60° -Versetzungen
3. asymmetrische Aufspaltung des Z-Dipols im Gegensatz zur symmetrischen Aufspaltung des Stufendipols
4. Abweichungen der Aufspaltungswerte ermittelt aus Gitterabbildungen und Weak-Beam-Aufnahmen

Mittels der konventionellen Elektronenmikroskopie wurde für nahezu alle Versetzungen eine Aufspaltung in Partialversetzungen festgestellt. Entlang der Versetzungslinien konnten aber lokale Einschnürungen beobachtet werden, die durch im Elektronenmikroskop nicht sichtbare Verunreinigungen oder Ansammlung von Punktdefekten zustande kommen. Lokale Einschnürungen machen jedoch in der Regel nur sehr kleine prozentuale Anteile an der Gesamtversetzungslänge aus. Daher ist die häufige Beobachtung von nicht-aufgespaltenen Versetzungen in der Hochauflösung eher unwahrscheinlich. Man muß daher davon ausgehen, daß die Veränderung der Aufspaltungsweiten auf die besonderen Umstände der hochauflösenden Abbildung zurückzuführen sind. Um die Ursachen dieser Veränderung der Aufspaltungsweiten zu erklären, müssen die Unterschiede zwischen den Beobachtungsbedingungen der hochauflösenden Abbildung und der Weak-Beam-Abbildung genauer untersucht werden.

Weak-Beam-Untersuchungen von Versetzungen unterscheiden sich in zwei wesentlichen Punkten von Hochauflösungsuntersuchungen: Die Probendicken bei der Hochauflösung betragen maximal 30 nm. Die Versetzungen liegen parallel und nicht senkrecht zur Probennormalen. Voraussetzung für eine Änderung der Aufspaltungsweite ist eine Änderung der Kräftebilanz, d.h. aufgrund der speziellen Beobachtungsbedingungen bei der hochauflösenden TEM wirken neben den Wechselwirkungskräften zwischen den Partialversetzungen und der Stapelfehlerenergie, zusätzliche „äußere“ Kräfte auf die Versetzungen. Diese führen jedoch nur dann zu einer tatsächlichen Veränderung des Abstands zwischen den Partialversetzungen, wenn die Versetzungen beweglich genug sind. Im folgenden werden mögliche Kräfte diskutiert, die zusätzlich zu den Wechselwirkungskräften zwischen den Partialen der aufgespaltenen Versetzungen auftreten können:

- In den dünnen Hochauflösungsproben ist mit einem signifikanten Beitrag von Wechselwirkungskräften zwischen Versetzungen und Oberflächen zu rechnen. Hazzledine et al. [99], die die Aufspaltungsweiten von Versetzungen in Cu mittels der

Weak-Beam-Technik untersuchten, fanden (außer für 70°-Versetzungen) an einer der Oberflächen der dünnen Probenfolie eine Aufweitung, dagegen an der anderen Oberfläche eine Verkleinerung der Aufspaltungsweiten. Diese Beobachtung wird von Hazzledine et al. auf drei mögliche Effekte zurückgeführt: An den Durchstoßpunkten der Versetzungen mit den Probenoberflächen treten Stufen auf, wenn die Versetzungen eine Burgersvektorkomponente normal zur Oberfläche aufweisen. Durch diese Stufen erfahren die Versetzungen eine Kraft, deren Größe vom Typ der Versetzung abhängt. Der zweite Effekt beschreibt die Änderung der Wechselwirkungskraft zwischen den Partialversetzungen, die durch Bildkräfte an den Oberflächen hervorgerufen wird. Dadurch vergrößert bzw. verkleinert sich die Aufspaltungsweite jeweils an einer der Oberflächen als Funktion des Abstands von der Oberfläche. Im dritten Effekt schließlich ist noch die Auswirkung der Bildkraft an der Oberfläche auf die Gesamtenergie E der Versetzung zu betrachten. Die Energiebilanz lautet dann: $E = E_s + E_i + \gamma$ (γ : Stapelfehlerenergie). Der erste Term E_s bezeichnet die durch die Bildkraft modifizierte Linienspannung der Versetzung und der zweite Term beschreibt die Wechselwirkungsenergie zwischen den Partialversetzungen, in der die Wirkung der Bildkraft ebenfalls berücksichtigt wird. Die Gesamt-Energie der Versetzung ist dann minimal, wenn die Versetzungen zum Schraubencharakter hin rotieren, womit zusätzlich eine Änderung der Aufspaltungsweite verbunden ist.

Da der letzte, von Hazzledine et al. beschriebene Effekt bei geringeren Probendicken zu kleineren Rotationswinkeln führt, wurde von Maksimov et al. [145, 144, 74] die Abweichung der Aufspaltungsweiten aus Gitterabbildungen und Weak-Beam-Technik nur durch den zweiten Effekt erklärt. In den Hochauflösungsaufnahmen der Versetzungen findet Maksimov für GaAs eine Vergrößerung der Aufspaltungsweite von Stufenversetzungen und eine Verringerung der Aufspaltungsweite von Schraubenversetzungen. Die Aufspaltungsweite von 60°-Versetzungen soll dagegen nicht von der Probendicke abhängig sein [144]. Während auch von Gerthsen et al. [82] dieses Verhalten für GaAs aus dem Vergleich konventioneller Bilder mit Gitterabbildungen von Versetzungen bestätigt wurde, stellen die hier gewonnenen Ergebnisse an InP einen Widerspruch zur theoretischen Voraussage von Maksimov dar. Zwar wird wie von Maksimov vorausgesagt, eine Vergrößerung der Aufspaltung von Stufenversetzungen gefunden. Die anderen Versetzungstypen folgen jedoch nicht dem in der Arbeit von Maksimov et al. beschriebenen Verhalten. Daher ist die Vernachlässigung der von Hazzledine beschriebenen Effekte für die InP-Proben nicht zulässig, so daß sowohl die durch die Oberfläche modifizierte Gesamtenergie der Versetzungen als auch der Einfluß der Kräfte der Oberflächenstufen auf die Versetzungen als mögliche Ursachen für die Änderung der Aufspaltungsweiten in den dünnen TEM-Proben gesehen werden müssen.

- Ein weiterer möglicher Beitrag zur Kräftebilanz kann durch die Coulombwechselwirkung (siehe Kap. 3.2.3) zwischen geladenen elektronischen Zuständen um die Partialversetzungen hervorgerufen werden, die durch Injektion einer hohen Stromdichte im Vergleich zu nicht- oder schwach-bestrahltem Material verändert werden. Die Ergebnisse aus konventionellen Untersuchungen zeigen allerdings, daß bei den dort verwandten Strahlströmen und Versetzungsgeometrien in Relation zur Probe

- kein Einfluß innerhalb der Meßgenauigkeit festzustellen ist.
- Auch die Verzerrungsfelder benachbarter Versetzungen können eine zusätzliche Kraft auf eine Versetzung bewirken. Die durch diese Kräfte verursachten Spannungen werden wie im Kapitel 3 als innere Spannungen bezeichnet, obwohl sie natürlich eine „äußere“ Kraft auf die Versetzung ausüben. Die inneren Spannungen, die lokal gemäß der inhomogenen Versetzungsverteilung stark variieren, können lokale Unterschiede in den Aufspaltungsweiten gleicher Versetzungstypen hervorrufen. Weitere, mögliche Beiträge zur lokal auftretenden Spannung sind speziell in den dünnen Hochauflösungsproben in den Oxid-Schichten auf den Oberflächen und in der lokalen Erwärmung der Probe durch den Elektronenstrahl zu sehen.

Im Fall des Stufendipols (Abb. 5.2) sind die inneren Spannungen zu vernachlässigen, da aufgrund der kurzen Abstände zwischen den vier Partialversetzungen die Wechselwirkungskräfte untereinander bei weitem überwiegen. Daher ist gerade der Stufendipol gut geeignet, um eine quantitative Abschätzung des Einflusses der Oberflächeneffekte zu erhalten. Zumal der Stufendipol in einer symmetrischen Konfiguration mit vier gleichen Partialversetzungstypen (60° -Versetzungen) vorliegt. Ohne eine äußere Kraft wirken nach Kumar und Hirth [127] z.B. auf die Versetzung C (Abb. 5.2) die Stapelfehlerenergie γ sowie die Kräfte (pro Einheitslänge) F_{CA} , F_{CB} und F_{CD} , die durch die Wechselwirkung mit den Versetzungen A, B, und D verursacht werden:

$$F_{CA} + F_{CB} + F_{CD} + \gamma = 0 \quad (5.3)$$

Berechnet man nun die Summe der Wechselwirkungskräfte nach dem von Kumar und Hirth [127] angegebenen analytischen Ausdruck, der auf der linearen, isotropen Elastizitätstheorie beruht, so ergibt sich :

$$F_{CA} + F_{CB} + F_{CD} = -29.9 \frac{\text{mJ}}{\text{m}^2} \quad (5.4)$$

Dieser Wert unterscheidet sich erheblich von der Stapelfehlerenergie $\gamma = 18.7 \text{ mJ/m}^2$. Das bedeutet, daß an der Versetzung C noch zusätzliche Kräfte angreifen. Gemäß obiger Argumentation sind die inneren Spannungen zu vernachlässigen, so daß die Bildkräfte an der Probenoberfläche den zusätzliche Kraftbeitrag verursachen. Die Abschätzung zeigt, daß diese Oberflächeneffekte einen Beitrag in gleicher Größenordnung ausmachen wie die Stapelfehlerenergie. Von Kumar und Hirth [128] wurde gezeigt, daß die Berücksichtigung der anisotropen Elastizitätstheorie nur kleine Änderungen in der Kräftebilanz bewirkt, so daß auch hier ein signifikanter Beitrag aufgrund der Wechselwirkung mit den Probenoberflächen vorliegt.

Bisher wurden hauptsächlich die zusätzlich auftretenden Kraftbeiträge diskutiert. Im folgenden soll nun die Reaktion der Versetzungen auf diese Kräfte betrachtet werden. Unter der (berechtigten) Annahme, daß mittels der Weak-Beam-Technik Aufspaltungsweiten ermittelt werden, die den Werten im Volumen entsprechen, beinhalten die veränderten Aufspaltungsweiten in den Gitterabbildungen eine Relaxation der Versetzungen. Hier ist zum einen vorstellbar, daß die Versetzungen während der Probenpräparation in den energetisch günstigeren Zustand relaxieren, zum anderen ist jedoch auch eine Elektronenstrahl-induzierte Bewegung der Versetzungen denkbar. Untersuchungen von Tanaka et al. an

GaAs [192] favorisieren den zweiten Prozeß, da die Veränderung der Aufspaltungsweite von 60° -Versetzungen In-Situ beobachtet werden konnte. Auch die Charakterisierung der Versetzungen in dieser Arbeit mittels konventioneller TEM hat gezeigt, daß durch die Bestrahlung mit Elektronen im TEM bei einigen Versetzungen eine Bewegung induziert werden kann (siehe Abb. 3.10 und 3.11). Durch die Bestrahlung mit Elektronen werden nach Maeda et al. [142] Elektron-Loch-Paare gebildet, deren Rekombination an der Versetzungslinie zu einer Erhöhung der Versetzungsgeschwindigkeit führt.

Die Relaxation von α - und β -Versetzungen weist jedoch Unterschiede auf. Denn nicht-aufgespaltene und aufgespaltene 60° -Versetzungen haben konträre Polarität. Auch im Z-Dipol macht sich das asymmetrische Verhalten von α - und β -Versetzungen durch eine nicht-aufgespaltene Seite bemerkbar. Betrachtet man die Ergebnisse der Messungen von Versetzungsgeschwindigkeiten in InP [221], so zeigen in undotiertem und p-dotiertem Material β -Versetzungen eine viel größere Geschwindigkeit als α -Versetzungen. Daher ist das asymmetrische Verhalten der beiden Versetzungstypen vermutlich auf die großen Geschwindigkeitsdifferenzen zurückzuführen. Andererseits gilt diese Geschwindigkeitsdifferenz auch für die Stufenversetzungen des Dipols mit der [121]-Linienrichtung. Hier ist jedoch kein asymmetrisches Verhalten von α - und β -Versetzungen festzustellen. Daher sind noch zusätzliche Unterscheidungsmerkmale zu berücksichtigen. Im Gegensatz zum Stufendipol, der aus vier gleichen 60° -Partialversetzungen besteht, sind die vollständigen 60° -Versetzungen in zwei unterschiedliche Partialversetzungstypen, die 30° - und die 90° -Partiale, aufgespalten. Offensichtlich unterscheiden sich die verschiedenen Partialversetzungstypen aufgrund ihrer speziellen Kernstrukturen in ihren Relaxationsverhalten. Von Wessel und Alexander [215] wurden solche Unterschiede der Beweglichkeiten einzelner Partialversetzungstypen in Si beobachtet.

Somit wird das Relaxationsverhalten von Versetzungen zum einen durch den α - oder β -Charakter bestimmt, zum anderen unterscheiden sich auch die Beweglichkeiten der einzelnen Partialversetzungstypen. Auch in Si [111] und GaAs [83, 163] wurden neben aufgespaltenen auch nicht-aufgespaltenen 60° -Versetzungen beobachtet. In keiner der genannten Arbeiten wurde diese Beobachtung auf ein unterschiedliches Verhalten der α - oder β -Versetzungen (im Fall von GaAs) oder der Versetzungstypen (im Fall von Si) zurückgeführt. Lokale Variationen der Aufspaltungsweite von Versetzungen des gleichen Typs können neben den Schwankungen der inneren Spannungen auch durch lokale Behinderungen der Versetzungsbewegung, z.B. durch Verunreinigungen auf der Gleitebene, verursacht werden.

Im Gegensatz zu den 60° -Versetzungen sind alle Schrauben- und Stufenversetzungen in Partialversetzungen aufgespalten. Hierbei ist jedoch anzumerken, daß eine nicht-aufgespaltene Schraubenversetzung wegen der fehlenden Burgersvektorkomponente in der Beobachtungsebene nicht an einer eingeschobenen Ebene erkennbar ist. Zwar zeigten Ponce et al. [163] ein Hochauflösungsbild nicht-aufgespaltenen Schraubenversetzungen, die durch eine lokale Änderung des Kontrastes erkannt wurde. Die Beobachtbarkeit von Spannungskontrasten um Schraubenversetzungen hängt jedoch wesentlich von Kontrastverhalten des umgebenden Gitters ab, so daß eine Identifizierung von nicht-aufgespaltenen Schraubenversetzungen nur unter sehr günstigen Bedingungen möglich sein wird. Hier ist jedoch zu bedenken, daß auch im versetzungsfreien Material Kontrastschwankungen

aufgrund von lokalen Dickenunterschieden oder lokalen Verunreinigungen der Probenoberflächen die Regel sind.

5.7 Zusammenfassung der Diskussion

Auswirkung der Strahlenschäden auf die Gitterabbildungen von InP

Analog zu bisher veröffentlichten Untersuchungen der Strahlenschäden durch Elektronenbeschuß an InP [137, 162, 216] wird die Bildung von In_2O_3 und tetragonalem In beobachtet. Dabei konnte die Existenz von In im amorphen Probenrand nachgewiesen werden, da die Gitterabbildungen einiger In-Ausscheidungen die Vermessung der Netzebenenabstände ermöglichten. Die Entstehung der In-Ausscheidungen ist auf Elektronenstrahl-induzierte Desorption von P-Atomen zurückzuführen.

Ursachen für Kontrastverluste in der Nähe der Versetzungskerne

An vielen Versetzungen konnte gerade in der Nähe des Versetzungskerns ein abgeschwächter Kontrast beobachtet werden. Durch die chemische Präparation der Proben sammeln sich möglicherweise Verunreinigungen bevorzugt im Spannungsfeld der Versetzungen an. Diese Verunreinigungen können nach Kilaas et al. [122] und Anstis et al. [18] gerade die Auflösung kleiner Details im Versetzungskern negativ beeinflussen. Ebenso ist ein lokaler Dickenunterschied durch ein anderes Dünungsverhalten im Spannungsfeld der Versetzung möglich, der lokale Schwankungen im Kontrast bewirkt. Auch eine Versetzung, die schräg in der Folie liegt und demnach nicht parallel zum Elektronenstrahl ausgerichtet ist, zeichnet sich durch eine schlechte Auflösung im Kern aus. Die Ursache für diese „schräge Lage“ kann in der Wechselwirkung mit der Probenoberfläche liegen, da die Versetzungen laut Hazzledine et al. [99] an der Probenoberfläche ihre Energie durch Rotation in die Schraubenorientierung minimieren.

Ausdehnung der Verzerrungsfelder

Sowohl im Fall des Stufendipols (Abb. 5.2) als auch bei der nicht aufgespaltenen 60° -Versetzung (Abb. 5.8) beträgt die meßbare Ausdehnung der Verzerrungsfelder etwa 3 nm. Dagegen sind die Netzebenen um die aufgespaltene 60° -Versetzung (Abb. 5.9) viel weniger gestört, so daß bereits in einer Entfernung von 1 nm vom Versetzungskern kein Einfluß der Versetzung auf die Krümmung der Netzebenen feststellbar ist.

Lokalisierung der Versetzungskerne

Um die 90° -Partialversetzung der aufgespaltenen 60° -Versetzung sind die Bindungslängen und -winkel in einem größeren Bereich (ca. 1 nm) gestört, während der Kern der 30° -Versetzung stark lokalisiert ist. Auch der Kern der 60° -Partialversetzungen der aufgespaltenen Stufenversetzungen zeigt einen lokalen Charakter.

Kernmodelle der aufgespaltenen Stufenversetzung

Von einer Stufenversetzung mit Linienrichtung [121] ist die Aufnahme einer Defokussiererei gelungen. Die 60° -Partialversetzung dieser Stufenversetzung in Abbildung 5.7, für die aus der Defokussiererei des defektfreien InP die Polarität eindeutig bestimmt werden konnte, läßt sich nicht mittels der linearen, isotropen Elastizitätstheorie beschreiben. Vernachlässigt man jedoch das Verschiebungsfeld in y -Richtung, also in der Richtung senkrecht zum Burgersvektor, so ergibt sich eine sehr gute Übereinstimmung zwischen

den experimentellen Bildern bei zwei Defokuswerten und den Simulationsrechnungen. In den Bildberechnungen des P-Glide-Set- und In-Shuffle-Set-Modells zeigen sich jedoch bei den vorliegenden Defokuswerten keine signifikanten Unterschiede am Ort des Versetzungskerns, so daß durch den Vergleich mit den experimentellen Bildern keines der beiden Modelle ausgeschlossen werden kann.

Unterschiede zwischen α - und β -Versetzen

Für 60° -Versetzen zeigen α - und β -Versetzen ein unterschiedliches Verhalten bezüglich der Aufspaltung in Partialversetzungen. Sowohl am Z-Dipol als auch für isolierte 60° -Versetzen konnte beobachtet werden, daß abhängig vom α - oder β -Charakter der Versetzung entweder eine Dissoziation auftritt oder daß die Versetzungen nicht-aufgespalten sind. Da dieses Verhalten nicht den Beobachtungen der konventionellen Elektronenmikroskopie entspricht, kann auf einen Relaxationseffekt in der dünnen Probe geschlossen werden. Neben der Polarität der Versetzungen wird das Relaxationsverhalten jedoch auch von den unterschiedlichen Typen (30° -, 60° - und 90° -Versetzen) der Partialversetzung bestimmt, die aufgrund ihrer charakteristischen Kernstrukturen jeweils durch unterschiedliche Beweglichkeiten gekennzeichnet sind.

Aufspaltungsweiten in Gitterabbildungen von Versetzungen

Die Aufspaltungsweiten, die auf den Gitterabbildungen unterschiedlicher Versetzungstypen gemessen wurden, stimmen nicht mit den Beobachtungen der Weak-Beam-Abbildungen überein. Diese Unterschiede sind auf den Einfluß der Bildkräfte auf die Versetzungen zurückzuführen, die an den Probenoberflächen auftreten. Anhand des Stufendipols konnte nach Kumar und Hirth [127] abgeschätzt werden, daß die Oberflächeneffekte für InP in der gleichen Größenordnung liegen wie die Stapelfehlerenergie. Somit zeigt sich, daß die Wechselwirkung der Versetzungen mit den Oberflächen entscheidend die Beobachtungen der hochauflösenden TEM beeinflussen, wobei neben der zusätzliche Kraft in der Kräftebilanz auch die Beweglichkeit der einzelnen Versetzungstypen relevant für das Relaxationsverhalten ist. Die Bewegung der Versetzungen in der dünnen Folie kann durch Elektronenbestrahlung im TEM induziert werden. Die starke Streuung der Meßwerte für die Aufspaltungsweiten der Versetzungen des gleichen Typen sind auf lokale Unterschiede im Relaxationsverhalten zurückzuführen, die durch Variationen der inneren Spannungen oder lokale Ansammlungen von Verunreinigungen verursacht werden.

Vergleich mit der Literatur

Von Halbleitern wurden bisher keine Gitterabbildungen von Versetzungen in der [121]-Orientierung veröffentlicht, so daß hier nicht auf frühere Erfahrungen zurückgegriffen werden kann. Für die anderen Versetzungstypen liegen zwar keine Untersuchungen an InP vor, jedoch sind z.T. Parallelitäten zu GaAs oder auch Si feststellbar. So wurde für die aufgespaltene 60° -Versetzen von Gerthsen et al. [83] in GaAs delokalisierte 90° -Partialversetzungen gefunden, sowie lokalisierte 30° -Versetzen. Dieses Verhalten stimmt mit den Beobachtungen in InP überein. Auch über nicht-aufgespaltene 60° -Versetzen wird in der Literatur berichtet [83, 163, 192]. Die fehlende Aufspaltung wird einerseits auf Relaxationsprozesse während der Probendünnung durch Ionenbeschuß zurückgeführt [113], andererseits wurde von Tanaka et al. [192] eine Elektronenstrahl-induzierte Verringerung der Aufspaltungsweite festgestellt. Für den Z-Dipol wurden bisher in der Literatur für GaAs im Gegensatz zu den hier gefundenen Resultaten an InP

nur symmetrische Konfigurationen beobachtet [56]. Möglicherweise ist die Ursache für diesen Unterschied zwischen GaAs und InP in der niedrigeren Stapelfehlerenergie von InP begründet, die zu einer höheren Beweglichkeit der Versetzungen führt.

Literaturverzeichnis

- [1] Adachi, S., Kawaguchi, H. und Iwane, G., A New Etchant System, $K_2Cr_2O_7-H_2SO_4-HCl$, for GaAs and InP, *J. Mat. Sci.* 16 (1981) 2449-2456
- [2] Adachi, S., Noguchi, Y. und Kawaguchi, H., Chemical Etching of InGaAsP/InP DH Wafer, *J. Electrochem. Soc.* 129 (1982) 1052-1062
- [3] Alani, R., Jones, J. S. and Swann, P. R., Chemically assisted ion beam etching (CAIBE)- A new technique for the TEM specimen preparation of materials, In: *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.*,(1990)
- [4] Alexander, H., Plastische Verformung von Ge-Einkristallen, *Z. Metallkde.* 52 (1961) 344-352
- [5] Alexander, H., Elektronenmikroskopie eingefrorener Versetzungen, II. Ergebnisse in den Bereichen I und II der Verfestigungskurve, *phys. stat. sol.* 27 (1968) 391-412
- [6] Alexander, H., Elektronenmikroskopie eingefrorener Versetzungen, I. Grundsätzliches zur Methode und Ergebnisse am Verformungsbeginn von Germaniumkristallen, *phys. stat. sol.* 26 (1968) 725-741
- [7] Alexander, H., Models of the dislocation structure, *J. de Physique* 40 (1979) C6 1-6
- [8] Alexander, H., Dislocations in covalent crystals, In: *Dislocation in solids*, (hrsg. F. R. N. Nabarro), Kap. 35, North Holland Publishing Company (1986) 114-234
- [9] Alexander, H., On dislocation generation in semiconductor crystals, *Radiation Effects and Defects in Solids* 111/112 (1989) 1-12
- [10] Alexander, H. und Gottschalk, H., Mobility of dislocations in GaAs, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 104 (1989) 281-292
- [11] Alexander, H. und Haasen, P., Dislocation distribution in deformed germanium, *Canad. J. Phys.* 45 (1967) 1209-1212
- [12] Alexander, H. and Haasen, P., Dislocations and plastic flow in the diamond structure, In: *Solid State Physics*, (hrsg. F. Seitz, D. Turnbull, and H. Ehrenreich), Band 22, Academic Press New York (1968) 28-158
- [13] Alexander, H., Haasen, P., Labusch, R. und Schröter, W., Foreword, *J. de Physique* 40 (1979) C6
- [14] Alexander, H. and Kisielowski-Kemmerich, C., Dislocations in Gallium Arsenide, In: *Defects in crystals*, Proc. of the 8th Intern. School on defects in crystals, (hrsg. E. Mizera), World Scientific Singapore (1988) 393-414
- [15] Alexander, H. and Teichler, H., Dislocations, In: *Materials Science and Technology*, (hrsg. W. Schröter), Band 4, Kap. 6, VCH Weinheim (1991) 249-319
- [16] Amelinckx, S., Dislocations in particular structures, In: *Dislocations in Solids*, (hrsg. F. R. N. Nabarro), Band 2, Kap. 6, North-Holland Pub. Company (1979)

- [17] Androussi, Y., Vanderschaeve, G. und Lefebvre, A., Mobility of $1/6$ [112] partial dislocations under high stress in GaAs and the influence of doping, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **87** (1987) 291-296
- [18] Anstis, G. R., Goringe, M. J., Hutchison, J. L. und Muggridge, B. J., The effects of amorphous layers on lattice images of dislocations, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **68** (1983) 169-172
- [19] Anstis, G. R., Hirsch, P. B., Humphreys, C. J., Hutchison, J. L. und Ourmazd, A., Lattice images of the cores of 30 partials in Si, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **60** (1981) 15-22
- [20] Azzaz, M., Michel, J. P. und George, A., TEM observation of extrinsic stacking faults in deformed InP, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **100** (1989) 427-432
- [21] Bachmann, K. J. und Buehler, E., The growth of InP crystals from the melt, *J. Electronic Mat.* **3** (1974) 279-302
- [22] Basinski, S. J. and Basinski, Z. S., Plastic deformation and work hardening, In: Dislocation in solids, (hrsg. F. R. N. Nabarro), Kap. 16, North Holland Publishing Company (1979) 263-362
- [23] Bäuerlein, R., Messung der Energie zur Verlagerung eines Gitteratoms durch Elektronenstoß in A(III)B(V)-Verbindungen, *Z. Physik* **176** (1963) 498-509
- [24] Becker, R., Sperrfreie Kontakte an InP, *Solid-State Electronics* **16** (1973) 1241-1249
- [25] Behrensmeier, R., Brion, H.G., Haasen, P. und Siethoff, H., High-temperature creep of GaAs, *phys. stat. sol. (a)* **124** (1991) 447-453
- [26] Behrensmeier, R., Veysiére, P., Haasen, P. und Brion, H.G., TEM of GaAs deformed to steady-state by creep, *phys. stat. sol. (a)* **125** (1991) 167-177
- [27] Bethe, H., Theorie der Beugung von Elektronen an Kristallen, *Ann. Phys.* **87** (1928) 55
- [28] Blum, W., High-temperature deformation and creep of crystalline solids, In: Materials Science and Technology: Plastic Deformation and Fracture of Materials, (hrsg. R. W. Cahn, P. Haasen, and J. Kramer), Band 6, Kap. 8, VCH Weinheim (1992) 359-405
- [29] Boivin, P., Rabier, J. und Garem, H., High stress dislocation substructures of GaAs as a function of electronic doping, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **87** (1987) 297-302
- [30] Boivin, P., Rabier, J. und Garem, H., Plastic deformation of GaAs single crystals as a function of electronic doping I: Medium temperatures (150-650C), *Phil. Mag. A* **61** (1990) 619-645
- [31] Boivin, P., Rabier, J. und Garem, H., Plastic deformation of GaAs single crystals as a function of electronic doping II: Low temperatures (20-300C), *Phil. Mag. A* **61** (1990) 647-672
- [32] Bourret, A., Desseaux, J. und D'Anterroches, C., Defect structure in CZ Si and Ge studies by high resolution electron microscopy, *Inst. Phys. Conf. Ser.* **60** (1981) 9-14
- [33] Bourret, A., Desseaux, J. und Renault, A., Core structure of the Lomer dislocation in Ge and Si, *Phil. Mag. A* **45** (1982) 1-20
- [34] Bourret, A., Desseaux-Thibault, J. und Lancon, F., La structure du coeur des dislocations dans le Si CZ etudiee par microscopie electronique, *J. de Physique C4* (1983) 15-24

- [35] Bourret, A. und Penisson, J.-M., Atomic imaging with the JEOL-4000EX electron microscope, *JEOL News* 25E (1987) 2-7
- [36] Bourret, A., Rouviere, J. J. und Spendeler, J., Direct observation of atomic columns in semiconductors by HREM at 400 kV, *phys. stat. sol. (a)* 107 (1988) 481-501
- [37] Brasen, D. und Bronner, W. A., Effect of temperature and Sulfur doping on the plastic deformation of InP single crystals, *Mat. Sci. Eng.* 61 (1983) 167-172
- [38] Brion, H. G. und Haasen, P., Screw dislocation networks generated in Ge and Si by stage IV compression, *Phil. Mag. A* 51 (1985) 879-891
- [39] Brion, H. G., Haasen, P. und Siethoff, H., The yield point of highly-doped Ge, *Acta Metall.* 19 (1971) 283-290
- [40] Brown, G. T., Cockayne, B. und Macewan, W. R., Deformation behaviour of single crystals of InP in uniaxial compression, *J. Mat. Sci.* 15 (1980) 1469-1477
- [41] Buffat, P. A., Ganiere, J. D. und Stadelmann, P., High resolution observation and image simulation on cleaved wedges of III-V semiconductors, *Mat. Soc. Symp. Proc.* 139 (1989) 111-116
- [42] Caillard, D., Clement, N., Couret, A., Androussi, Y., Lefebvre, A. und Vanderschaeve, G., Dislocation mobilities in III-V compounds InSb and GaAs: a TEM in-situ study, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 87 (1987) 361-366
- [43] Caillard, D. und Martin, J. L., Some aspects of cross-slip mechanisms in metals and alloys, *J. Phys. France* 50 (1989) 2455-2473
- [44] Carter, C. B., Roberts, J. S. und Wood, C. E. C., Glide of dissociated dislocations in III-V compounds, *Appl. Phys. Lett.* 38 (1981) 805-807
- [45] Chelikowsky, J. R. und Spence, J. C. H., Line defects in Si: The 90 partial dislocation, *Phys. Rev. B* 30 (1984) 694-701
- [46] Chew, N. G. und Cullis, A. G., The preparation of transmission electron microscope specimens from compound semiconductors by ion milling, *Ultramicroscopy* 23 (1987) 175-198
- [47] Chiang, S.-W., Carter, C. B. und Kohlstedt, D. L., Constricted segments of faulted dipoles in Ge, *Scripta Metall.* 14 (1980) 803-807
- [48] Chiang, S.-W., Carter, C. B. und Kohlstedt, D. L., Faulted dipoles in Ge. A high-resolution transmission electron microscopy study, *Phil. Mag. a* 42 (1980) 103-121
- [49] Cockayne, D. J. H., A theoretical analysis of the weak-beam method of electron microscopy, *Z. Naturforsch.* 27a (1972) 452-460
- [50] Cockayne, D. J. H., Jenkins, M. L. und Ray, I. L. F., The measurement of stacking-fault energies of pure face-centered cubic metals, *Phil. Mag.* 24 (1971) 1383-1392
- [51] Cockayne, D. J. H., Ray, I. L. F. und Whelan, M. J., Investigations of dislocation strain fields using weak beams, *Phil. Mag.* 20 (1969) 1265-1270
- [52] Cockayne, D. J. H. und Vitek, V., Effect of core structure on determination of the stacking-fault energy in close-packed materials, *phys. stat. sol. (b)* 65 (1974) 751-776
- [53] Comer, J. J., Transmission electron microscope observations of damage in InP induced during handling, *J. Appl. Phys.* 50 (1979) 6003-6005

- [54] Cooman, B. C. De und Carter, C. B., TEM studies of deformation-induced defects in GaAs, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 87 (1987) 259-268
- [55] Cooman, B. C. De und Carter, C. B., Faulted dipoles in GaAs, *Appl. Phys. Lett.* 50 (1987) 40-42
- [56] Cooman, B. C. De und Carter, C. B., The formation of faulted dipoles in plastically deformed GaAs, *phys. stat. sol. (a)* 112 (1988) 41-54
- [57] Cooman, B. C. De und Carter, C. B., Dislocation configurations in semi-insulating n-type and p-type GaAs deformed at 150C, *Phil. Mag. A* 60 (1989) 245-266
- [58] Cooman, B. C. de und Carter, C. B., High resolution electron microscopy of dissociated screw dislocations in GaAs, *phys. stat. sol. (a)* 112 (1989) 473-492
- [59] Cooman, B. C. De, McKernan, S., Carter, C. B., Ralston, J. R., Wicks, G. W. und Eastman, L. F., The observation of stacking fault tetrahedra in III-V compounds, *Phil. Mag. Lett.* 56 (1987) 85-90
- [60] Cottrell, A. H., Dislocation and Plastic Flow in Crystals, Clarendon Press Oxford (1953)
- [61] Cowley, J. M., Diffraction Physics, North-Holland Amsterdam (1984)
- [62] Cowley, J. M. und Moodie, A. F., The scattering of electrons by atoms and crystals. I. A new theoretical approach, *Acta Cryst.* 10 (1957) 609-619
- [63] Cullis, A. G. und Chew, N. G., Ion milling of compound semiconductors for transmission electron microscopy, *Mat. Res. Soc. Symp.* 115 (1988) 3-14
- [64] Djemel, A. und Castaing, J., High-temperature mechanical properties of GaAs single crystals: Effect of In doping and of environment, *Europhys. Lett.* 2 (1986) 611-615
- [65] Doyle, P. A. und Turner, P. S., Relativistic Hartree-Fock X-ray and electron scattering factors, *Acta Cryst.* A24 (1968) 390
- [66] Duesbery, M. S., Properties of the dislocation core, In: Dislocations and interfaces in semiconductors, (hrsg. K. Rajan, J. Narayan, and D.Ast), The Metallurgical Society (1988) 21-42
- [67] Duesbery, M. S. und Richardson, G. Y., The dislocation core in crystalline materials, *Sol. Stat. Mat. Sci.* 17 (1991) 1-46
- [68] Edington, J. W., Monographs in Practical Electron Microscopy in Materials Science, Band 1-5, Macmillan Philips Technical Library Eindhoven (1975)
- [69] Escaig, B., Cross-slipping process in the f.c.c. structure, In: Proc. Battelle Colloq. on Dislocation Dynamics, (hrsg. A. R. Rosenfeld, G. T. Hahn, A. L. Bement Jr., and R. I. Jaffee), McGraw-Hill New York (1968) 655-677
- [70] Essmann, U., Elektronenmikroskopische Untersuchung der Versetzungsanordnung verformter Kupfereinkristalle, III. Bestimmung der Versetzungsdichte, *phys. stat. sol.* 17 (1966) 725-737
- [71] Essmann, U. und Strunk, H., Abhängigkeit der Versetzungsanordnung in Kupfereinkristallen von der Verformungstemperatur, *Z. Metallkunde* 61 (1970) 667-676
- [72] Faust Jr., J.W., Etching of the III-V Intermetallic Compounds, In: Compound Semiconductors: Preparation of III-V Compounds, (hrsg. R.K. Willardson and H.L.Goering), Band 1, Kap. 50, 1. Aufl., Reinhold Publishing Corporation New York (1962) 445-468

- [73] Filippov, A. P., The influence of impurities on the dislocation splitting in semiconductors, *phys. stat. sol. (a)* 110 (1988) 83-88
- [74] Filippov, A. P., Gaidukov, G. N., Maksimov, S. K., Khodos, I. I. and Heydenreich, J., Images of dissociated dislocations in weak beam and lattice image methods, Proc. XIth Cong. on Electron Microscopy / Kyoto (1986) 835-836
- [75] Fnaiech, M. und Louchet, F., Dislocation structures and in situ observations of dislocation motion in InSb, *Physica* 116B (1983) 641-645
- [76] Fnaiech, M., Reynaud, F., Couret, A. und Caillard, D., A TEM in situ study of dislocation glide in a III-V compound (InSb), *Phil. Mag. A* 55 (1987) 405-423
- [77] Gall, P., Peyrade, J. P., Coquille, R. und Reynaud, F., Thermal activation of deformation in S-doped InP single crystals, *J. Cryst. Growth* 82 (1987) 689-694
- [78] Gall, P., Peyrade, P., Coquille, R., Reynaud, F., Gabillet, S. und Albacette, A., Thermal activation of glide in InP single crystals, *Acta Met.* 35 (1987) 143-148
- [79] Gallagher, C. J., Plastic deformation of Ge and Si, *Phys. Rev.* 88 (1952) 271
- [80] Gatos, H. C. und Lavine, M., Characteristics of the (111) surfaces of the III-V intermetallic compounds, *J. Electrochem. Soc.* 107 (1960) 427-433
- [81] Geipel, T. und Hohenstein, M., Analytical description of image contrast in HRTEM and applications, *Ultramicroscopy* 45 (1992) 167-183
- [82] Gerthsen, D. und Carter, C. B., Stacking-fault energies of GaAs, *phys. stat. sol. (a)* 136 (1993) 29-43
- [83] Gerthsen, D., Ponce, F. A. und Anderson, G. B., High-resolution electron microscopy of 60 dislocations in si-GaAs, *Phil. Mag. A* 59 (1989) 1045-1058
- [84] Glaisher, R. W., Smith, D. J. und Spargo, A. E. C., HREM imaging of elemental and binary compound semiconductors - a systematic approach, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 87 (1987) 33-38
- [85] Glaisher, R. W. und Spargo, A. E. C., Aspects of HREM of tetrahedral semiconductors, *Ultramicroscopy* 18 (1985) 323-334
- [86] Glaisher, R. W. und Spargo, A. E. C., A theoretical analysis of HREM imaging for [110] tetrahedral semiconductors, *Ultramicroscopy* 27 (1989) 19-34
- [87] Gomez, A., Cockayne, D. J. H., Hirsch, P. B. und Vitek, V., Dissociation of near-screw dislocations in Ge and Si, *Phil. Mag.* 31 (1975) 105-113
- [88] Gomez, A. M. und Hirsch, P. B., The dissociation of dislocations in GaAs, *Phil. Mag. A* 38 (1978) 733-737
- [89] Goodman, P. und Moodie, A. F., Numerical evaluation of N beam wave functions in electron scattering by the multislice method, *Acta Cryst.* A30 (1974) 280-290
- [90] Gottschalk, H., Patzer, G. und Alexander, H., Stacking fault energy and ionicity of cubic III-V compounds, *phys. stat. sol. (a)* 45 (1978) 207-217
- [91] Gröhlich, M., Theoretische Bestimmung der Elektronenzustände von Versetzungen in CdTe, Dissertation Göttingen (1986)
- [92] Graf, L., Lacour, H. R. und Seiler, K., Plastische Verformbarkeit des Ge bei höheren Temperaturen, *Z. Metallkde.* 44 (1953) 113

- [93] Haasen, P., *Physikalische Metallkunde*, Springer-Verlag Berlin (1884)
- [94] Haasen, P., A cell theory for stage IV work hardening of metals and semiconductors, *J. Phys. France* 50 (1989) 2445-2454
- [95] Hahn, T., *International Tables for X-Ray Crystallography*, D. Reife publ. Comp. Dordrecht (1980)
- [96] Ham, R. K. und Sharpe, N. G., A systematic error in the determination of dislocation densities in thin films, *Phil. Mag.* 6 (1961) 1183
- [97] Hashimoto, H., Endoh, H., Takai, Y. und Yokota, Y., Identification of atoms in crystals by the fine structure in their images, *Chem. Scripta* 14 (1978) 23-31
- [98] Häussermann, F. und Wilkens, M., Bestimmung der Stapelfehlerenergie kubisch-flächenzentrierter Metalle aus der Analyse des elektronenmikroskopischen Beugungskontrasts von Stapelfehlerdipolen, *phys. stat. sol.* 18 (1966) 609-624
- [99] Hazzledine, P. M., Karnthaler, H. P. und Winter, E., Non-parallel dissociation of dislocations in thin foils, *Phil. Mag.* 32 (1975) 81-97
- [100] Head, A. K., Humble, P., Clarebrough, L. M., Morton, A. J. and Forwood, C. T., *Computed electron micrographs and defect identification*, North-Holland Pub. Company Amsterdam (1973)
- [101] Heggie, M. und Jones, R., Atomic structure of dislocations and kinks in Si, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 87 (1987) 367-374
- [102] Hickernell, F. S. und Gayton, W. R., Elastic constant of single-crystal Indium Phosphide, *J. Appl. Phys.* 37 (1966) 462
- [103] Hillebrand, R. und Scheerschmidt, K., HREM contrast simulations for compound semiconductors - A discussion of appropriate imaging parameters, *Ultramicroscopy* 27 (1989) 375-386
- [104] Hirsch, P. B., Recent results on the structure of dislocations in tetrahedrally coordinated semiconductors, *J. de Physique C3* (1979) C6-27
- [105] Hirsch, P. B., Dislocations in semiconductors, In: *Dislocations and properties of real materials Proceedings of the conference to celebrate the 50th anniversary of the concept of dislocations in crystals*, The institute of metals London (dec. 1984) 333-348
- [106] Hirsch, P. B., Howie, A., Nicholson, R. B., Pashley, D. W. and Whelan, M. J., *Electron microscopy of thin crystals*, Butterworth London (1965)
- [107] Hirth, J. P. and Lothe, J., *Theory of Dislocations*, McGraw-Hill New York (1968)
- [108] Hull, D., *Introduction to Dislocations*, 2. Aufl., Pergamon Press Oxford (1975)
- [109] Humphreys, C. J., The Scattering of Fast Electrons by Crystals, *Rep. Prog. Phys.* 42 (1979) 1825-1887
- [110] Hutchison, J. L., Elucidation of dislocation core structures in Si by high resolution electron microscopy, *J. de Physique C4* (1983) 3-13
- [111] Hutchison, J. L., High resolution electron microscopy in the study of semiconducting materials, *Ultramicroscopy* 15 (1984) 51-60
- [112] Hutchison, J. L., 400 kilovolt high resolution electron microscopy of semiconductors: the current state of the art, *JEOL News* 28E (1990) 4-7

- [113] Hutchison, J. L., Anstis, G. R. und Pirouz, P., Lattice images of undissociated 60 dislocations in Si, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 67 (1983) 21-26
- [114] Ibach, H. and Lüth, H., Festkörperphysik, Springer Berlin (1988)
- [115] Ishizuka, K., Contrast transfer of crystal images in TEM, *Ultramicroscopy* 5 (1980) 55-65
- [116] Ishizuka, K., Multislice formula for inclined illumination, *Acta Cryst.* A38 (1982) 773-779
- [117] Ishizuka, K. und Uyeda, N., A new theoretical and practical approach to the multislice method, *Acta Cryst.* A33 (1977) 740-749
- [118] Izui, K., Furuno, S. und Otsu, H., Observations of crystal structure images of Si, *J. Electron. microsc.* 26 (1977) 129-132
- [119] Johnston, W. G. und Gilman, J. J., Dislocation velocities, dislocation densities, and plastic flow in LiF crystals, *J. Appl. Phys.* 30 (1959) 129-144
- [120] Jones, R., Reconstructed dislocations in covalently bonded semiconductors, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 60 (1981) 45-50
- [121] Khodos, I. I., Shikhsaidov, M. Sh., Snighireva, I. I., Ushakova, A. P. und Nikolachik, V. I., The dissociation of dislocations in pure and doped GaAs crystals, *phys. stat. sol. (a)* 114 (1989) 113-126
- [122] Kilaas, R. und Gronsky, R., The effect of amorphous surface layers on images of crystals in high resolution TEM, *Ultramicroscopy* 16 (1985) 193-202
- [123] Kisel, V. P., Erofeeva, S. A. und Shikhsaidov, M. Sh., Dynamics of dislocations in InSb and GaAs crystals, *Phil. Mag. A* 67 (1993) 343-360
- [124] Kojima, K.-I. und Sumino, K., Strain-rate and temperature dependence of mechanical behaviour in germanium crystals, *Crystal Lattice Defects* 2 (1971) 147-158
- [125] Korner, A. und Karnthaler, H. P., Analysis of the stacking faults of dissociated glide dislocations in f.c.c. metals, *phys. stat. sol. (a)* 68 (1981) 19-28
- [126] Kuesters, K.-H., Cooman, B. C. De und Carter, C. B., High-stress deformation of GaAs, *Phil. Mag. A* 53 (1986) 141
- [127] Kumar, A. M. und Hirth, J. P., Extended dislocation lozenges and dipoles in f.c.c. crystals, *Phil. Mag. A* 65 (1992) 841-852
- [128] Kumar, A.M. und Hirth, J. P., Analysis of extended dislocation faults, *J. Mater. Res.* 7 (1992) 1718-1721
- [129] Laister, D. und Jenkins, G. M., Deformation of single crystals of GaAs, *J. Mater. Sci.* 8 (1973) 1218-1232
- [130] Liliental-Weber, Z. und Parechianian-Allen, L., Determination of As and Ga planes by convergent beam electron diffraction, *Appl. Phys. Lett.* 49 (1986) 1190-1192
- [131] Lodge, K. W., Lapicciarella, A., Battistoni, C., Tomassini, A. und Altmann, S. L., The 90 partial dislocation in Si: geometry and electronic structure, *Phil. Mag. A* 60 (1989) 643-651
- [132] Louchet, F., Evidence of a transition in glide mechanisms of dislocations in Si by weak-beam in-situ straining experiments, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 60 (1981) 35-38

- [133] Louchet, F., On the mobility of dislocations in Si by in-situ straining in a high-voltage electron microscope, *Phil. Mag. A* 43 (1981) 1289-1297
- [134] Louchet, F., Cochet Muchy, D. und Brechet, Y., Investigation of dislocation mobilities in Ge in the low temperature range by in situ straining experiments, *Phil. Mag. A* 57 (1988) 327-335
- [135] Lu, G. und Cockayne, D. J. H., Partial separations of extended alpha and beta dislocations in II-VI semiconductors, *Phil. Mag. A* 53 (1986) 307-320
- [136] Lu, G. und Cockayne, D.J.H., Dislocation structure and motion in CdS, *Phil. Mag. A* 52 (1986) 297-305
- [137] Lu, P. und Smith, D. J., Surface oxidation processes in compound semiconductors studied by profile imaging, *Mat. Res. Soc. Symp. Proc.* 139 (1989) 75-80
- [138] Lu, P. und Smith, D. J., HREM study of the atomic structure of dislocations in CdTe, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 98 (1989) 363-366
- [139] Luysberg, M., Gerthsen, D. und Urban, K., High-resolution electron microscopy of dislocation dipoles in plastically deformed InP, *Phil. Mag. Lett.* 65 (1992) 121-127
- [140] Luysberg, M., Gerthsen, D. und Urban, K., Structural properties of dislocations in plastically deformed InP, *Inst. Phys. Conf. Ser.* (1993) wird veröffentlicht
- [141] Maeda, K., Sato, M., Kubo, A. und Takeuchi, S., Quantitative measurements of recombination enhanced dislocation glide in GaAs, *J. Appl. Phys.* 54 (1983) 161-168
- [142] Maeda, K., Suzuki, K., Ichihara, M. und Takeuchi, S., Electron-beam irradiation enhanced dislocation glide in GaAs observed by transmission electron microscopy, *J. Appl. Phys.* 56 (1984) 554-556
- [143] Maeda, K. und Takeuchi, S., Enhanced glide of dislocations in GaAs single crystals by electron beam irradiation, *Jap. J. Appl. Phys.* 20 (1981) L165-L168
- [144] Maksimov, S. K., Phillipov, A. P., Gaidukov, G. N., Heydenreich, J. und Khodos, I. I., Comparison of split dislocation images obtained by the weak-beam method and lattice-resolution techniques, *Phil. Mag. A* 55 (1987) 339-345
- [145] Maksimov, S. K., Ziegler, M., Khodos, I. I., Snighiryova, I. I. und Shikhdaidov, Sh., High resolution electron microscopic investigations of dislocations in deformed GaAs single crystals doped with Te, *phys. stat. sol. (a)* 84 (1984) 79-86
- [146] Marklund, S., Structure and energy levels of dislocations in Si, *J. de Physique C4* (1983) 25-35
- [147] Mohamed, F. A. und Langdon, T. G., Method of estimating stacking fault energies in alkali halide crystals using creep data, *J. Appl. Phys.* 45 (1974) 1965-1967
- [148] Müller, G., Rupp, R., Vökl, J., Wolf, H. und Blum, W., Deformation behaviour and dislocation formation in undoped and doped (Zn,S)InP crystals, *J. Cryst. Growth* 71 (1985) 771-781
- [149] Mullin, J. B., Royle, A. und Straughan, B. W., The preparation and electrical properties of InP crystals grown by liquid encapsulation, *Symposium GaAs and related compounds* (1970) 41-49
- [150] Myung, J.-H., Diplomarbeit Göttingen, (1987)
- [151] Nabarro, F. R. N., *Theory of Crystal Dislocations*, Clarendon Press Oxford (1967)

- [152] Nagai, H., Dislocation velocities in InP, *Jpn. J. Appl. Phys.* 20 (1981) 793-794
- [153] Nakada, Y. und Imura, T., Effects of dopants and deformation temperature on stacking fault energy in GaAs, *phys. stat. sol. (a)* 102 (1987) 625-632
- [154] Nandekar, A. S. and Narayan, J., Energetics of growth of dislocations during crystallization of semiconductors, In: Dislocations and interfaces in semiconductors, (hrsg. K. Rajan, J. Narayan, and D. Ast), The Metallurgical Society (1988) 43-49
- [155] Nandekar, A. S. und Narayan, J., Atomic structure of dislocations in Si, Ge, and diamond, *Phil. Mag. A* 61 (1990) 873-891
- [156] Nishitani, Y. und Kotani, T., Chemical etching of InP by H₂O₂-H₂SO₄ solution, *J. Electrochem. Soc.* 126 (1979) 2269-2271
- [157] Olsen, A. und Spence, J. C. H., Distinguishing dissociated glide and shuffle set dislocations by high resolution electron microscopy, *Phil. Mag. A* 43 (1981) 945-965
- [158] Oueldennaoua, A., Michel, J. P. und George, A., Quantitative TEM analysis of the dislocation structure at the lower yield point of Si, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 67 (1983) 33-38
- [159] Ourmazd, A., High resolution transmission electron microscopy of semiconductors and their defects, In: Defects in semiconductors, Materials Science Forum, (hrsg. H. J. von Bardeleben), Band 10-12, Trans Tech Publication Ltd. Switzerland (1986) 735-744
- [160] Ourmazd, A., Ahlborn, K., Ibeh, K. und Honda, T., Lattice and atomic structure of semiconductors by high resolution electron microscopy, *Appl. Phys. Lett.* 47 (1985) 685-688
- [161] Ourmazd, A., Rentschler, J. R. und Taylor, D. W., Direct resolution of the sublattices in compound semiconductors by high resolution electron microscopy, *Phys. Rev. Lett.* 57 (1986) 3073-3076
- [162] Petford-Long, A. und Smith, D., In situ oxidation process for In III-V compound semiconductors studied by high-resolution electron microscopy, *Phil. Mag. A* 54 (1986) 837-850
- [163] Ponce, F. A., Anderson, G. B., Haasen, P. and Brion, H. G., Structure of dislocations in plastically deformed, high-purity GaAs, In: Defects in semiconductors, (hrsg. H. J. von Bardeleben), Band 10-12, Materials Science Forum (1986) 775-780
- [164] Rabier, J. und Boivin, P., Dislocation mobilities and low-temperature macroscopic plasticity of III-V compound semiconductors, *Phil. Mag. A* 61 (1990) 673-683
- [165] Read Jr., W. T., Dislocation in Crystals, McGraw-Hill Pub. Company New York (1953)
- [166] Reimer, L., Transmission Electron Microscopy, Springer Berlin (1989)
- [167] Reppich, B., Rieger, K. und Müller, G., Dynamische Verformung von InP-Einkristallen bei höchsten Temperaturen mittels Liquid-Encapsulation(LE)-Technik, *Z. Metallkde.* 81 (1990) 166-173
- [168] Saada, G. und Douin, J., On the stability of dissociated dislocations, *Phil. Mag. Lett.* 64 (1991) 67-70
- [169] Schäfer, S., Alexander, H. und Haasen, P., Plastische Verformung von Ge und InSb im dynamischen Druckversuch, *phys. stat. sol.* 5 (1964) 247-264

- [170] Scherzer, O., The theoretical resolution limit of the electron microscope, *J. Appl. Phys.* 20 (1949) 20
- [171] Schröter, W., Brion, H. G. und Siethoff, H., Yield point and dislocation mobility in silicon and germanium, *J. Appl. Phys.* 54 (1983) 1816-1820
- [172] Shockley, W., Dislocations and edge states in the diamond crystal, *Phys. Rev.* 91 (1953) 228
- [173] Siethoff, H., The yield point of as-grown and pre-deformed semiconductors, *Phil. Mag. Lett.* 66 (1992) 1-7
- [174] Siethoff, H., Ahlborn, K., Brion, H. G. und Völkl, J., Dynamical recovery and self-diffusion in InP, *Phil. Mag. A* 57 (1988) 235-244
- [175] Siethoff, H. und Behrensmeier, R., Plasticity of undoped GaAs deformed under liquid encapsulation, *J. Appl. Phys.* 67 (1990) 3673-3680
- [176] Siethoff, H. und Schröter, W., New phenomena in the plasticity of semiconductors and fcc materials at high temperatures, *Z. Metallkde.* 75 (1984) 475-481
- [177] Siethoff, H., Völkl, J., Gerthsen, D. und Brion, H. G., The lower yield point of InP and GaAs, *phys. stat. sol. (a)* 101 (1987) K13-K18
- [178] Singh, S., Williams, R. S., Van Uitert, L. G., Schlierr, A., Camlibel, I. und Bonner, W. A., Analysis of InP surface prepared by various cleaning methods, *J. Electrochem Soc.: Solid-State Science and Technology* 129 (1982) 447-448
- [179] Spence, J. C. H., High Resolution Electron Microscopy, Clarendon Press Oxford (1981)
- [180] Spence, J. C. H. und Kolar, H., Lattice images of faulted dipoles in Si, *Phil. Mag. A* 39 (1979) 59-63
- [181] Stadelman, P. A., EMS-a software package for electron diffraction analysis and HREM image simulation in materials science, *Ultramicroscopy* 21 (1987) 131-145
- [182] Steeds, J. W., Dislocation arrangement in copper single crystals as a function of strain, *Proc. Roy. Soc. A* 292 (1966) 343-373
- [183] Steinhardt, H. und Haasen, P., Creep and dislocation velocities in GaAs, *phys. stat. sol. (a)* 49 (1978) 93-101
- [184] Stenkamp, D. und Jäger, W., The dissociation of dislocations in SixGe_{1-x} alloys, In: Polycrystalline Semiconductors II, (hrsg. J.H. Werner and H. P. Strunk), Band 54, Springer Berlin Heidelberg (1991) 20-25
- [185] Stenkamp, D. und Jäger, W., Dislocations and their dissociation in SixGe_{1-x} alloys, *Phil. Mag. A* 65 (1992) 1369-1382
- [186] Suezawa, M., Sumino, K. und Yonenaga, I., Dislocation dynamics in the plastic deformation of silicon crystals II. Theoretical analysis of experimental results, *phys. stat. sol.* 51 (1979) 217-226
- [187] Sumino, K., Impurity effects on dynamic behaviour of dislocations in semiconductors, *Inst. Phys. Conf. Ser.* 104 (1989) 245-256
- [188] Sumino, K. und Yonenaga, I., Dislocation dynamics and mechanical behaviour of elemental and compound semiconductors, *phys. stat. sol.* wird veröffentlicht

- [189] Swaminathan, V. und Copley, S. M., Temperature and orientation dependence of plastic deformation in GaAs single crystals doped with Si, Cr, or Zn, *J. Am. Ceramic Soc.* 58 (1975) 482-485
- [190] Taftø, J. und Spence, J. C. H., A simple method for the determination of structure-factor phase relationships and crystal polarity using electron diffraction, *J. Appl. Cryst.* 15 (1982) 60-64
- [191] Takeuchi, S. and Maeda, K., Glide behavior of dislocations in compound semiconductors, In: Proc. Int. Conf. Dislocations, (hrsg. P. Veysiere, L. Kubin, and J. Castaing), CNRS Paris (1984) 331-351
- [192] Tanaka, M. und Jouffrey, B., Dissociated dislocations in GaAs observed in high resolution electron microscopy, *Phil. Mag. A* 50 (1984) 733-743
- [193] Tetelman, A. S., Dislocation dipole formation in deformed crystals, *Acta. Met.* 10 (1962) 813-820
- [194] Theodore, N. D., Cooman, B. C. De und Carter, C. B., Extrinsic dissociation of a dislocation in GaAs in the presence of point defects, *phys. stat. sol. (a)* 114 (1989) 105-111
- [195] Thibault-Desseaux, J., Kirchner, H. O. und Puteaux, J. L., Climb of dissociated dislocations in Si, *Phil. Mag. A* 60 (1989) 385-400
- [196] Thoma, S. und Cerva, H., The influence of non-linear interference processes on the HREM contrast of AlGaAs in [100] projection, *Ultramicroscopy* 35 (1991) 77-97
- [197] Thoma, S. und Cerva, H., New methods for qualitative and quantitative analysis of the GaAs/AsGaAs interface by high resolution electron microscopy, *Ultramicroscopy* 38 (1991) 265-289
- [198] Thust, A., Untersuchungen zum Kontrast elektronenmikroskopisch hochaufgelöster Antiphasengrenzen in Ordnungslegierungen, Diplomarbeit (1990)
- [199] Tuck, B. und Baker, J., Chemical etching of (111) and (100) surfaces of InP, *J. Mat. Sci.* 8 (1973) 1559-1566
- [200] Turley, S. E. H. und Greene, P.D., LPE Growth on structured (100) InP substrates and their fabrication by preferential etching, *J. Cryst. Growth* 58 (1982) 409-416
- [201] Urban, K., Hochauflösende Elektronenmikroskopie, *Phys. Bl.* 46 (1990) 77-83
- [202] Vanderschaeve, G., Caillard, D. und Peyrade, J. P., Direct observation of microtwin formation at crack tips in InP, *Scripta Metall.* 26 (1992) 609-614
- [203] Villars and Calvert, Pearson's Handbook on Crystallographic Data: Data for intermetallic Phases, Am. Soc. for Metals USA
- [204] Völk, J. und Müller, G., A new model for the calculation of dislocation formation in semiconductors melt growth by taking into account the dynamics of plastic deformation, *J. Crystal Growth* 97 (1989) 136-145
- [205] Völkl, J. und Müller, G., Dynamical model of dislocation formation in LEC-growth of InP, In: Proceedings of the 5th conf. on semiconducting III-V materials, Malmö Sweden (1988) 489-494
- [206] Völkl, J., Über den Einfluß von thermisch induzierten Spannungen auf die Versetzungsentstehung bei der Kristallzüchtung von InP nach den LEC-Verfahren, Universität Erlangen-Nürnberg (1988)

- [207] Völkl, J., Müller, G. und Blum, W., Analysis of generation and movement of dislocations in InP by a study of the deformation behaviour, *J. Cryst. Growth* **83** (1987) 383-390
- [208] Wagner, G. und Gottschalch, V., Revealing of lattice defects on (111)-faces of GaP and InP by chemical etching, *Crust. Res. Technol.* **23** (1988) 59-67
- [209] Wang, L. und Feng, D., Superhigh-resolution structural image of InP along [110] zone axis, *Proceedings of the XIIIth International Congress for Electron Microscopy* (1990) 80-81
- [210] Wang, L. C., Feng, D., Tan, K. M., Chen, J. und Yian, Y., HREM study of atomic image of single crystal InP, *J. Mat. Sci.* **24** (1989) 1941-1945
- [211] Warren, P. D., Pirouz, P. und Roberts, S. G., Simoulaneous observation of alpha- and beta- dislocation movement and their effect on the fracture behaviour of GaAs, *Phil. Mag. A* **50** (1984) L23-L28
- [212] Watanabe, K., Hashikawa, N., Hiratsuka, K., Nakamura, K., Tsuruta, C., Yamaguchi, H. und Hashimoto, I., Lattice images of narrow-bandgap semiconductors: InP, InAs and InSb, *Phil. Mag. B* **66** (1992) 573-585
- [213] Watanabe, K., Hiratsuka, K. und Yamaguchi, H., (100) Lattice images of GaAs and ZnSe crystals, *Phil. Mag. A* **64** (1991) 81-86
- [214] Welker, H., Über neue halbleitende Verbindungen, *Z. Naturforschung* **7A** (1952) 744-749
- [215] Wessel, K. und Alexander, H., On the mobility of partial dislocations in Si, *Phil. Mag.* **35** (1977) 1523-1536
- [216] Williams, J. O., Crawford, E. S., Brown, G. T. und Cockayne, B., High resolution transmission electron microscopy of InP, *J. Mat. Sci. Lett.* **1** (1982) 499-502
- [217] Winter, A. T., Mahajan, S. und Brasen, D., Weak-beam electron microscopy of faulted dipoles in deformed Si, *Phil. Mag. A* **37** (1978) 315-326
- [218] Yonenaga, I., Onose, U. und Sumino, K., Mechanical properties of GaAs crystals, *J. Mater. Res.* **2** (1987) 252-261
- [219] Yonenaga, I. und Sumino, K., Impurity effects on dynamic behaviour of dislocations and mechanical strength in InP, *J. Appl. Phys.* wird veröffentlicht
- [220] Yonenaga, I. und Sumino, K., Dislocation dynamics in the plastic deformation of silicon crystals I. Experiments, *phys. stat. sol.* **50** (1978) 685-693
- [221] Yonenaga, I. und Sumino, K., Dislocation velocity in indium phosphide, *Appl. Phys. Lett.* **58** (1991) 48-50
- [222] Yonenaga, I. und Sumino, K., Mechanical properties and dislocation dynamics of III-V compound semiconductors, *phys. stat. sol. (a)* **131** (1992) 663-670
- [223] Zafrany, M., Voillot, F., Peyrade, J. P., Caillard, D., Couret, A. und Coquille, R., Transmission electron microscopy in-situ investigation of dislocation mobilities in InP, *Phil. Mag. A* **65** (1992) 195-206
- [224] Zemlin, F., A practical procedure for alignment of a high-resolution electron microscope, *Ultramicroscopy* **4** (1979) 241-245

- [225] Zemlin, F., Weiss, K., Schiske, P., Kunath, W. und Herrmann, K.-H., Coma-free alignment of high resolution electron microscopes with the aid of optical diffractograms, *Ultramicroscopy* 3 (1978) 49-60
- [226] Zheng, P., Ruault, M.-O., Pitaval, M., Descouts, B., Krauz, P., Gasgnier, M. und Crestou, J., HREM study of damage created in Si-implanted InP, *Appl. Phys. Lett.* 59 (1991) 1594-1596

Anhang A

Meßwerte der Aufspaltungsweiten

Im folgenden sind die Meßwerte der Aufspaltungsweiten Δ_m gegenüber dem Winkel zwischen Burgersvektor und Linienrichtung der Versetzung (Θ) aufgelistet. Die zugehörigen Meßunsicherheiten von Δ_m betragen ± 1.0 nm. Die Meßwerte Δ_m wurden gemäß der Weak-Beam-Formel (Gleichung 2.4, Kapitel 2.2.3) zu Δ_k korrigiert. Die Verformungsdaten der untersuchten Proben finden sich in Tabelle 3.1 (Seite 42).

Probe I _a Zn-dotiert			Probe I _b 1			Probe I _b 2		
Θ [°]	Δ_m [nm]	Δ_k [nm]	Θ [°]	Δ_m [nm]	Δ_k [nm]	Θ [°]	Δ_m [nm]	Δ_k [nm]
52	11.4	11.00	26	6.0	5.66	7	7.3	7.03
90	16.0	15.76	0	5.5	5.17	42	9.4	9.07
87	13.9	13.05	15	5.2	4.82	85	15.3	14.97
86	14.6	13.72	90	14.2	13.81	68	13.9	13.57
46	9.7	8.91	38	8.5	8.14	66	11.0	13.79
11	6.8	6.14	27	7.2	6.91	65	13.9	13.61
73	14.1	13.35	5	4.6	4.20	30	9.9	9.62
85	15.0	14.44	22	8.7	8.43	87	12.0	11.50
25	7.7	7.32	40	7.4	7.02	25	8.4	8.18
11	10.0	9.72	55	10.1	9.70	53	12.8	12.51
74	15.5	15.04	87	11.7	11.28	34	9.6	9.35
65	13.7	13.21	0	4.7	4.37	17	7.5	7.22
43	12.9	12.52	64	12.7	12.32			
43	11.6	11.36	80	11.3	10.80			
63	11.6	11.25	90	13.2	12.74			
23	8.6	8.36	78	14.3	14.00			
8	7.9	7.70	65	13.7	13.49			
61	12.8	12.43	57	11.6	11.33			
			90	14.9	14.63			
			29	8.9	8.61			
			58	12.2	11.82			

Tabelle A.1: Meßwerte der Aufspaltungsweiten

Anhang B

Kalibrierung der Mikroskopvergrößerung

Zur quantitativen Auswertung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen ist die Überprüfung der am Elektronenmikroskop angezeigten Vergrößerung nötig. Dazu verwendet man Kreuzgitter bekannter Periode für den unteren bis mittleren Vergrößerungsbereich oder Katalase-Kristalle für höhere Vergrößerungen [68, 106, 166]. Die Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle zusammengefaßt. Die maximale Abweichung von der angegebenen Vergrößerung (6%) wurde für eine 40000-fache Vergrößerung festgestellt.

Vergrößerungseichung 2000 EX bei 200 kV		
Mikroskopanzeige	Katalase 8.75 nm	Kreuzgitter 0.463 nm/Linie
120000	115151±865	
100000	97048±419	
75000	71167±262	
60000	56738±167	
50000	48000±190	49248±2160
40000	36866±369	37611±945
30000		30213±540
25000		25196±396
20000		20232±360
15000		15154±228
12000		12292±196
10000		10278±149
7500		7395±114
6000		5926±87

Tabelle B.1: Kalibrierung der Mikroskopvergrößerung des JEOL 2000EX

Anhang C

Verwendung des EMS-Programmpaketes

Das von Stadelman [181] entwickelte Programmpaket enthält in erster Linie Programme zur Lösung elektronenmikroskopischer Probleme. Unter anderem steht es zur Bildsimulation von Hochauflösungsbildern zur Verfügung, die an einer EDV-Anlage bestehend aus drei Rechnern der Fa. DEC (Typ μ Vax II und Vax Station 3100) durchgeführt wurden.

Im Blockdiagramm Abbildung C.1 ist die Anwendung der im Rahmen dieser Arbeit verwendeten Programme dargestellt. Ausgangspunkt der Simulationsrechnung ist die Definition eines Strukturmodells. Im Programm BU1 werden für periodische Strukturen die Fourierkomponenten des Kristallpotentials berechnet. Eingabeparameter sind die Raumgruppe, die Gitterparameter, die Atomsorten, die Besetzungszahlen der Gitterplätze und die Debye-Waller-Faktoren. Die verwendeten atomaren Streufaktoren stammen von Doyle und Turner [65]. Für nicht-periodische Strukturen kann die Einheitszelle in Form eines Superzellen-Files definiert werden, in dem die Atomsorten mit den zugehörigen Koordinaten (x, y, z) , Debye-Waller-Faktoren und Absorptionskoeffizienten festgelegt werden.

Im nächsten Schritt werden, bei Anwendung des Multi-Slice-Verfahrens, mit den Programmen PG1 oder SC1 (für Superzellen) der Fresnelpropagator und die Phasengitterfunktion berechnet. Neben der Beschleunigungsspannung des Mikroskops ist hier die Festlegung der Anzahl der sampling-Punkte und des Absorptionskoeffizienten (soweit nicht schon im Superzellen-file angegeben) erforderlich. Für die Dicke der „slices“ wird zunächst automatisch die Ausdehnung der Einheitszelle (bzw. Superzelle) in der gewünschten Projektion gewählt, die z.B. 0.83 nm in der [110]-Projektion beträgt. Werden dabei die projizierten Potentiale zu groß, so liefert die Multi-Slice-Methode falsche Ergebnisse. Es wurde gezeigt [89], daß im Grenzwert der Scheibendicke gegen 0 das Ergebnis der Multi-Slice-Iteration gegen die exakte Lösung des Blochwellenverfahrens (bei Einbeziehung unendlich vieler Strahlen) konvergiert. Daher ist im Programm PG1 eine Unterteilung in kleinere Scheibendicken möglich, die dann zu mehreren Phasengitterfunktionen führen. Für die Simulation der InP-Struktur zeigt sich jedoch durch den Vergleich mit „Blochwellenbildern“, daß die Ausdehnung der Einheitszelle in allen untersuchten Projektionen ausreichend klein ist, so daß keine Unterteilung in dünnere Scheiben erforderlich ist (siehe Kap. 4.1). Durch das Programm MS1 wird dann zur Berechnung der Austrittswellenfunktion die Multi-Slice-Iteration ausgeführt, wobei die Probendicke durch die Anzahl der Iterationen festgelegt wird.

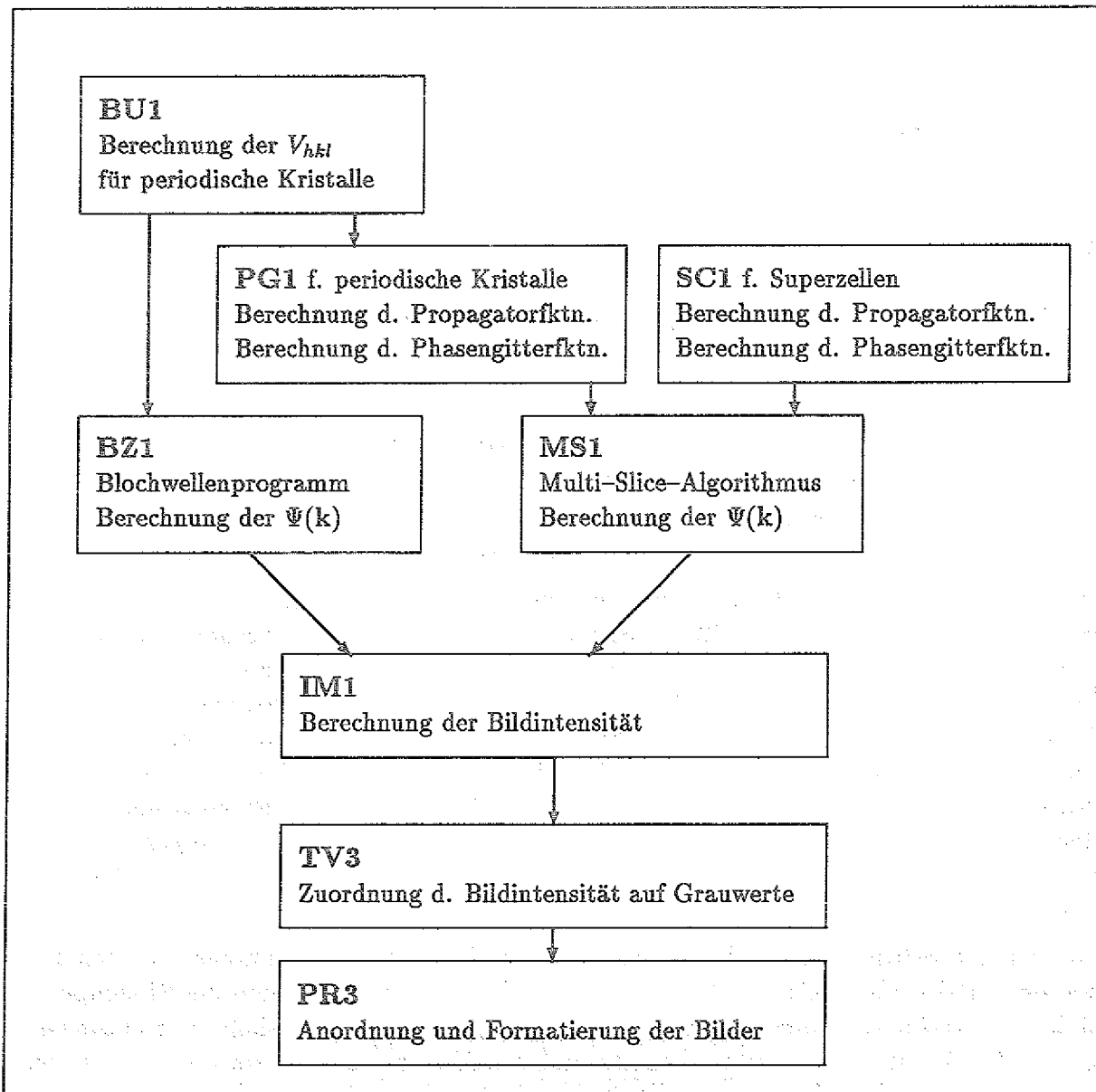


Abbildung C.1: Blockdiagramm der verwendeten EMS-Programme zur Bildsimulation

Die Blochwellenrechnung wird durch das Programm **BZ1** ausgeführt. Hier müssen neben den Daten der Struktur, die durch **BU1** erzeugt wurden, folgende Parameter eingegeben werden: die Beschleunigungsspannung, die Zonenachse, die Anzahl der Blochwellen, die Absorptionskonstante und die Probendicke.

Beide Berechnungsverfahren der Austrittswellenfunktion (durch **MS1** oder **BZ1**) erlauben die Erzeugung sogenannter beamlist-files, in denen für festzulegende Strahlen Amplituden und Phasen mit zunehmender Dicke berechnet werden.

Die berechnete Austrittswellenfunktion wird anschließend durch das Programm **IM1** unter Berücksichtigung der Übertragungseigenschaften des Mikroskops (siehe Kap. 2.2.4) in Bildintensitäten umgerechnet. Folgende Mikroskop-Parameter gehen in die Berech-

nung der Abbildung durch das Mikroskop ein: Defokusstreuung, Semi-Konvergenzwinkel, Durchmesser der Objektivblende, sphärische Aberrationskonstante und Objektivlinsen-Defokussierung. Anschließend wird im Programm TV3 eine Zuordnung von Bildintensitäten zu Graustufen vorgenommen. Zur Grauwerte Verteilung können minimale und maximale Intensitätsschwellen festgelegt werden. Oberhalb bzw. unterhalb der Schwellenwerte werden die Intensitäten schwarz bzw. weiß dargestellt. Die Zuordnung der Grauwerte zu den berechneten Intensitätswerten kann außerdem durch eine nicht-lineare Kontrastübertragung an die Belichtung des Negativs angepaßt werden. Dabei läßt sich die nicht-lineare Übertragung durch die Wahl des Parameters Γ realisieren, wobei $\Gamma = 1$ lineare Übertragung bedeutet. Schließlich wird mit Hilfe des Programms PR3 ein Druckerfile (postscript) erzeugt.

Anhang D

Praktische Aspekte der hochauflösenden TEM

Justage des Elektronenmikroskops

Inbesondere bei der hochauflösenden Elektronenmikroskopie werden hohe Ansprüche an eine genaue Justage des Mikroskops gestellt. Hierbei kommt der Objektivlinse besondere Bedeutung zu, da sich hier eine ungenügende Feinjustage aufgrund der großen Beugungswinkel (groß im Vergleich zu den weiteren, nachvergrößernden Linsen) besonders negativ auswirkt. Daher werden im folgenden einige Justageschritte der Objektivlinse vorgestellt, die zum Erreichen hoher Auflösung und qualitativ guter Bilder erforderlich sind.

Zu Beginn jeder Sitzung wurde der vom Hersteller angegebene optimale Objektivlinsestrom eingestellt, bei dem die sphärische Aberrationskonstante C_s minimal ist. Diese Anregung der Objektivlinse wurde während einer Sitzung beibehalten. Nur kleine Änderungen der Defokussierung (<150 nm) erfolgten durch Veränderungen der Linsenstromeinstellung. Durch Variation der Gegenstandsweite, also dem Abstand zwischen Objektivlinse und Probe, wurde das Bild dann „scharf gestellt“, so daß die Gaußsche Abbildungsbedingung erfüllt ist (siehe Kap. 2.2.4).

Da die Objektivlinse kein exakt rotationssymmetrisches Magnetfeld aufweist, ist der Abbildungsvorgang astigmatisch, d.h. in unterschiedlichen Raumrichtungen wirken verschiedene starke Brechkräfte. Das Feld der Objektivlinse kann zusätzlich durch Aufladung der Objektivblende oder der Probe gestört werden, was ebenfalls zum Astigmatismus beiträgt. Somit werden gleiche Bilddetails in den verschiedenen Raumrichtungen anders übertragen, und es entsteht ein verzerrtes Bild. Dies ist besonders gut in den Diffraktogrammen amorpher Probenbereiche erkennbar, die bedingt durch die Probenpräparation stets auf den Oberflächen vorhanden sind. Ein Diffraktogramm erhält man durch die Fouriertransformation des Bildes, wodurch die in einem Bild enthaltenen Raumfrequenzen ermittelt werden können. Eine amorphe Substanz bietet dem Mikroskop eine breites, in allen Raumrichtungen identisches Spektrum an Raumfrequenzen. Ein Diffraktogramm einer amorphen Substanz besteht deshalb aus einem Ringmuster, dessen dunkle Ringe die Transferlücken des Mikroskops, also die Nullstellen der Kontrasttransferfunktion, wiedergeben. Astigmatismus zeigt sich dann in der fehlenden Rotationsymmetrie des Diffraktogramms. Der Astigmatismus kann durch spezielle Ablenkspulen behoben werden. Das JEOL 4000EX Elektronenmikroskop ist mit einer Videokamera ausgestattet, deren Bilder mittels eines digitalen Bildverarbeitungssystems (Fa. Tietz, Gauting) bearbeitet werden können. Unter anderem ermöglichen on-line Fouriertransformationen der

Hochauflösungsbilder die direkte Beobachtung der Diffraktogramme, so daß die Astigmatismuskorrektur erleichtert wird. Während einer Sitzung wurde der Astigmatismus mehrmals korrigiert, vor allem beim Wechsel der Objektivblende oder beim Einstellen neuer Probenstellen.

Ein weiterer Linsenfehler bedingt durch die Asymmetrie des Magnetfeldes der Objektivlinse ist das axiale Koma, das eine Richtungsabhängigkeit der Aberrationsfunktion bewirkt. Das axiale Koma verursacht denselben Effekt wie ein Durchgang durch die Linse mit gekipptem Strahl, so daß ein Punkt der Probe nicht in die ideale Gaußsche Position abgebildet wird, sondern in der Bildebene verschoben und zudem scheibenförmig und nicht mehr punktförmig ist. Dieser Abbildungsfehler läßt sich durch eine Justierung des Elektronenstrahls auf die komafreie Achse beheben [225]. Dazu wurde gemäß der von Zemlin [224] vorgeschlagene Methode zunächst das Spannungszentrum durch spezielle Ablenkspulen zur Strahlverkipfung (bright-tilt Spulen) mit der Bildmitte in Übereinstimmung gebracht. Durch die periodische Variation (high tension wobbler) der Hochspannung ist das Spannungszentrum als Rotationszentrum des sich drehenden Bildes erkennbar. Eine periodische Verkipfung des Strahls in zwei orthogonalen Raumrichtungen (tilt-wobbler) um eine Mittelstellung ermöglicht die Einstellung der komafreien Achse nach folgendem Verfahren: Die Strahlkipfung der „Mittelstellung“ wird solange durch Ablenkspulen (bright-tilt Spulen) verändert, bis in den beiden verkippten Positionen einer Raumrichtung gleiche Bilder des amorphen Probenrandes beobachtet werden. Als zusätzliche Kontrolle dient dabei die Beobachtung der Diffraktogramme, die in den beiden verkippten Positionen einer Raumrichtung gleich aussehen müssen. Da Koma und Astigmatismus nicht unabhängig voneinander sind, ist während dieser Prozedur eine fortwährende Nachjustierung des Astigmatismus erforderlich.

Praktische Durchführung der hochauflösenden TEM

Neben der korrekten Justage entscheidet die exakte Orientierung der Probe über die Qualität der Hochauflösungsbilder. Insbesondere zur Beobachtung von Versetzungen, deren Linienrichtung meist entlang einer niedrig indizierten kristallographischen Richtung verläuft, ist die exakte Ausrichtung der jeweiligen Richtung parallel zum Elektronenstrahl erforderlich. In der Praxis ist gerade dieser Schritt schwierig, da zum einen lokale Verbiegungen der Probe vorliegen, so daß nah benachbarte Bereiche eine andere Orientierung aufweisen; zum anderen steht wegen der Strahlenschädigung der Probe nur eine sehr begrenzte Zeit zur Orientierung und zur Aufnahme der Bilder zur Verfügung. Gerade InP ist in hohem Maße anfällig für die Bildung von Oxid-Schichten unter dem Elektronenstrahl [162] (siehe auch Kap. 5), die bei einer Beschleunigungsspannung von 400 kV bereits nach etwa 5 min eine deutliche Verschlechterung der Bildqualität bewirken. Daher wurde in der Praxis, nachdem eine Probenstelle ausgesucht worden war, eine benachbarte Probenstelle orientiert, um anschließend von der ausgesuchten Stelle nach einer kurzen Nachkontrolle der Orientierung Bilder aufzunehmen. Diese Vorgehensweise hat den Vorteil, daß tatsächlich 5 min zur Aufnahme der Bilder zur Verfügung stehen, was insbesondere die Aufnahme von Defokusserien ermöglicht. Nachteilig wirkt sich jedoch aus, daß häufig nicht die exakte Orientierung vorliegt, so daß die Aufnahmen zur quantitativen Auswertung ungeeignet sind.

Weitere Schwierigkeiten bei der Aufnahme von Defokusserien bestehen in der die Proben-

drift und die Defokusdrift, die folgende Ursachen haben:

- Obwohl das Mikroskop bereits getrennt von der Bedienungskonsole auf einem an gedämpften Federn aufgehängten, 60 t schweren Betonblock steht, sind dennoch mechanische Instabilitäten des Mikroskops festzustellen.
- Ein schlechter thermischer Kontakt der Probe zum Halter führt zu einer stärkeren Erwärmung der Probe, die sich durch Probendrift bemerkbar macht. Es wurde daher beim Einbau stets darauf geachtet, daß der Sprengring, der die Probe im Halter fixiert, überall Kontakt zur Probe hatte.
- Nach der Bedienung der Probenriebe war stets ein „Nachlaufen“ zu beobachten, so daß nach Einstellung der gewünschten Probenstelle einige Zeit bis zum Stillstand der Probe verging. Es wurde darauf geachtet, daß während dieser Zeit durch Defokussierung des Strahls die Probe möglichst wenig belastet wurde.
- Durch den Wechsel der Filmplatten für jede Aufnahme entstehen mechanische Erschütterungen der Mikroskopsäule, die zu einer Bewegung der Probe führen können. Da mit jeder Höhenverschiebung der Probe eine Änderung im Defokus verbunden ist, ist der exakte Defokuswert nicht kontrollierbar.
- Thermische Instabilitäten der Objektivlinse führen zu einer Defokusdrift. Daher wurde vor Beginn jeder Sitzung darauf geachtet, daß bereits die gewünschte Vergrößerung (600.000-fach) eingestellt war, so daß die Linse „vorgeheizt“ war.

Bei der Aufnahme von Defokusserien wurde so vorgegangen, daß nach der oben beschriebenen Orientierung mehrere Bilder bei verschiedenen Defokuswerten ohne weitere Zwischenkontrolle aufgenommen wurden. Zur Auswertung der Hochauflösungsbilder wurden Diffraktogramme der amorphen Ränder angefertigt. Diese wurden mittels einer optischen Bank aufgenommen, indem ein Negativ mit dem Licht eines He-Ne-Lasers durchstrahlt wurde, so daß bei Abbildung durch eine Linse in deren hinterer Brennebene die Fouriertransformierte des Negativs zu beobachten ist. Aus den Diffraktogrammen des amorphen Randes können astigmatische Aufnahmen an Hand der fehlenden Rotationssymmetrie direkt detektiert werden. Darüber hinaus kann aus einseitig verschwommenen Diffraktogrammen eine eventuell vorhandene Probendrift ermittelt werden. Außer dem Erkennen fehlerhafter Bilder ergibt sich aus der Vermessung der Diffraktogramme der Defokuswert. Bei einem idealen amorphen Phasenobjekt spiegelt die beobachtete Intensitätsverteilung gemäß Gleichung 2.21 die Kontrasttransferfunktion wieder, so daß Nullstellen als dunkle Ringe und die Maxima als helle Ringe im Diffraktogramm zu erkennen sind. Durch Ausmessen der Ringradien kann daher der Defokuswert bestimmt werden. In der Realität stellen selbst extrem dünne amorphe Probenbereiche kein reines Phasenobjekt dar. Das trifft insbesondere für InP zu, da In aufgrund der hohen Ordnungszahl ein starker Streuer ist, so daß die Bedingung $A_0 \gg A_g$ nicht erfüllt ist. Dennoch ist die Bestimmung des Defokuswertes unter der Annahme eines schwachen Phasenobjektes sinnvoll, da der so erhaltene Wert als Anhaltspunkt für weitere Bildsimulationen dienen kann.

Danksagung

Herrn Prof. Dr. K. Urban danke ich ganz herzlich für sein stetes Interesse an der Arbeit und die Möglichkeit, diese Arbeit an seinem Institut anfertigen zu können.

Mein besonderer Dank gilt Frau Dr. D. Gerthsen für die Themenstellung und die wissenschaftliche Betreuung der Arbeit. Die ständigen kritischen Diskussionen und ihre engagierte Unterstützung haben in erheblichem Maße zum Gelingen beigetragen.

Ferner danke ich:

- Herrn Dr. J. Völkl (Siemens AG, Erlangen) für die Überlassung der verformten, Zn-dotierten Proben.
- Herrn Dr. H. G. Brion (Institut für Metallphysik, Universität Göttingen), der durch seine tatkräftige Unterstützung die Durchführung der übrigen Verformungsexperimente ermöglichte.
- ganz besonders Frau G. Waßenhoven, die alle Photoarbeiten jederzeit schnell und perfekt erledigt hat.
- Herrn J. Hanßen für die gute technische Betreuung an den Elektronenmikroskopen sowie Frau W. Sybertz, Frau C. Scholz und Frau D. Meertens für die stets guten Arbeitsbedingungen in den Präparationslabors.
- Herrn Dr. P. Schloßmacher, Herrn A. Thust und Herrn D. Stenkamp für ihre ständige Diskussionsbereitschaft, die zu zahlreichen wissenschaftlichen Anregungen geführt hat.
- allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für Mikrostrukturforschung, die nicht zuletzt durch ihre stets gewährten Hilfeleistungen ein ausgezeichnetes Institutsklima geschaffen haben.

Handwritten Title

Handwritten text line 1

Handwritten text line 2

Handwritten text line 3

Handwritten text line 4

Handwritten text line 5

Handwritten text line 6

Handwritten text line 7

Handwritten text line 8

Handwritten text line 9

Handwritten text line 10

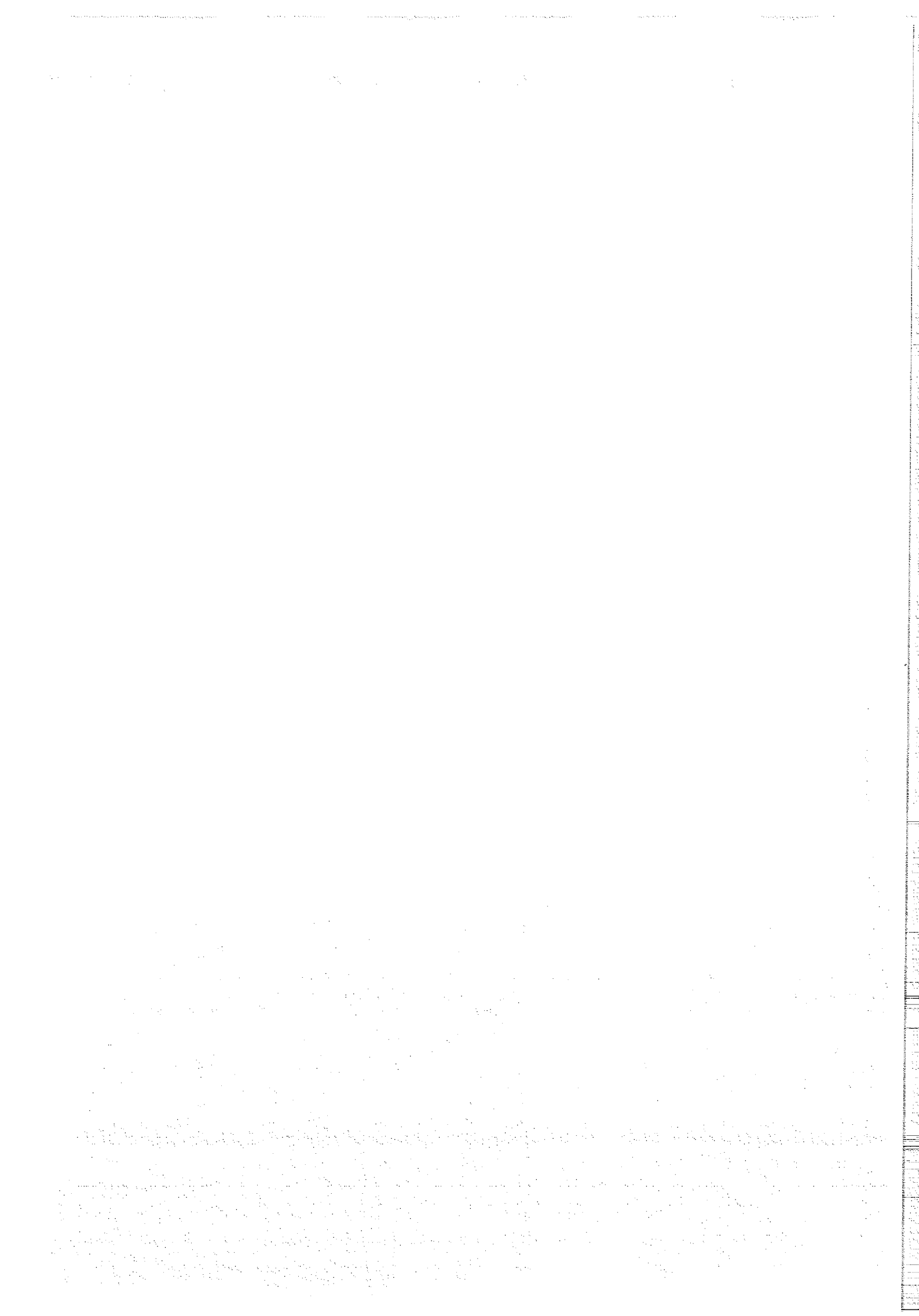
Handwritten text line 11

Handwritten text line 12

Handwritten text line 13

Handwritten text line 14

Handwritten text line 15



JUL - 2841
November 1993
ISSN 0944-2952