

Zusammenfassung und Ausblick

Ziel des vorgestellten Projekts ist die Entwicklung einer in situ-Ätztechnologie, die ex situ vorstrukturierte Substrate so weit zu reinigen vermag, dass diese sich defektfrei epitaktisch überwachsen lassen. Zu diesem Zweck wurde eine Prozesskammer aufgebaut und optimiert, welche es erlaubt, auf einen Substrathalter aufgeklebte Proben zu heizen, molekulares Chlorgas in die Kammer zu injizieren und die Proben zusätzlich mit Argonionen aus einer HF-Ionenquelle zu beschießen. Diese Arbeit ist die Fortsetzung des von C. Klein [4] und S. Kramp [5] gestarteten Projekts. Das hochgesteckte Ziel der Kombination von ex situ-Lithographie und anschließendem MBE-Wachstum zur Herstellung niedrigdimensionaler Elektronensysteme an den geätzten und überwachsenen Grenzflächen ließ sich auch in dieser Arbeit nicht in vollem Umfang realisieren. Es wurden jedoch diverse wichtige Fortschritte erzielt.

Der wichtigste Erfolg wurde durch den kompletten Umbau des bereits bestehenden Equipments erreicht: So lassen sich nun die Prozessparameter bei einer deutlich verbesserten Chlorgasqualität kontrolliert einstellen.

Die daraus resultierende genau kontrollierbare Ätzrate ist ein bedeutender Schritt in Richtung des vorgegebenen Ziels und ermöglicht es, bei ex situ vorstrukturierten Substraten gezielt bestimmte Äztiefen einzustellen. Im Vorwege dieser Arbeit war es bis dato nur möglich, die Äztiefe nach Fertigstellung einer Probe mit dem REM nachträglich zu überprüfen. Das Erreichen einer bestimmten Äztiefe war damit weitestgehend dem Zufall überlassen. Ein neu installiertes Ellipsometer ermöglicht es nun, bereits während eines Ätzprozesses die Äztiefe in situ zu überwachen. Es wurde schließlich bei einer Äztiefe von 200 nm reproduzierbar eine Genauigkeit von $\sim \pm 20$ nm erreicht.

Ein Gasregler macht es möglich, einen sehr definierten Gasstrom über die Probe einzustellen. Es wurde gezeigt, dass der in den meisten wissenschaftliche Veröffentlichungen angegebene Kammerdruck während des Ätzens sehr stark von der Qualität des verwendeten Chlorgases abhängt und kein guter Parameter für den Vergleich von Ätzprozessen ist. Mit dem Gasregler war eine Charakterisierung des CGE-Prozesses (*chemical gas etching*) in Abhängigkeit seiner Prozessparameter unter der Voraussetzung einer stabil qualitativ hochwertig operierenden MBE-Anlage möglich. Um möglichst nah an dem zukünftigen Einsatzgebiet dieser Technologie zu bleiben, wurde als Sensor für die Qualität des Ätzprozesses ein 2DES (zweidimensionales Elektronensystem) genutzt, welches direkt an einer geätzten und überwachsenen Grenzfläche liegt. Für die Ladungsträgerbeweglichkeit des 2DES wurde eine Korrelation der Prozessparameter mit den von Tanaka et al. [29] zusammengetragenen Daten für die Oberflächenstöchiometrie einer geätzten GaAs-Oberfläche gefunden. Dort wo Tanaka et al. stöchiometrisches Ätzen feststellen, finden wir an der überwachsenen Grenzfläche eine maximale Ladungsträgerbeweglichkeit. Auf beiden Seiten dieses Maximums fällt die Beweglichkeit mit zunehmender Abweichung von den optimalen Prozessparametern ab. Die genaue Übereinstimmung der Lage des Beweglichkeitsmaximums, relativ zum Chlordruck, ist allerdings aufgrund der schwierigen Vergleichbarkeit der Prozessdrücke mit Vorsicht zu bewerten. Die Ladungsträgerdichte bleibt von den Prozessparametern unbeeinflusst. Die maximale erzielte Ladungsträgerbeweglichkeit von $189.000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ übertrifft dabei die bis

dato uns bekannte maximal erzielte Beweglichkeit in einer solchen geätzten und überwachsenen Halbleiter-Heterostruktur um Faktor 1,6 [41].

Zur weiteren Analyse des CGE-Prozesses wurden die im Bereich des 2DES vorherrschenden Streumechanismen genauer analysiert.

Die Überprüfung der Lage der Hall-Plateaus brachte keine genaue Erkenntnis über eine mögliche Ladung der Streuzentren. Obwohl Haug et al. [84] an vorsätzlich durch Coulomb-Streuzentren gestörten Proben mit einer vergleichbaren Ladungsträgerbeweglichkeit eine deutliche Verschiebung der Hall-Plateaus und eine Asymmetrie der SdH-Oszillationen feststellen, zeigen bei uns nur die an sich ungestörten Proben ein solches Verhalten. Die bei den ungestörten Proben beobachtete Verschiebung der Hall-Plateaus ließ sich mit der Theorie von Haug et al. gut vereinbaren. Dies deutet an, dass die bei den an sich ungestörten Proben beobachtete Verschiebung bei den gestörten Proben von einem anderen zusätzlichen Streumechanismus überlagert wird.

Aus Shubnikov-de Haas (SdH)-Messungen wurden die Transport-Streuzeit τ_t und die quantenmechanische Streuzeit τ_s (*single particle relaxation time*) extrahiert. τ_t ist unempfindlich für kleine Streuwinkel, wogegen τ_s für alle Streuwinkel gleichermaßen sensitiv ist. Die Abhängigkeit des Verhältnisses dieser Streuzeiten von den Prozessparametern bewies, dass mit zunehmender Abweichung von den optimalen Parametern verstärkt ein kurzreichweitiger Streumechanismus in den Kristall eingebracht wird. Eine theoretische Modulation der τ_t zu τ_s -Werte und die daraus resultierende Abhängigkeit der Ladungsträgerbeweglichkeit von der Ladungsträgerdichte deutet an, dass es sich bei diesen Streuzentren eher um eine Grenzflächenrauigkeit als um Grenzflächenladungen handelt.

Temperaturabhängige Messungen der Leitfähigkeit der geätzten Proben lassen sich in ihrem Verhalten lückenlos in bestehende Arbeiten einordnen [128,130], bringen aber, was den Streumechanismus betrifft, keine weiteren Erkenntnisse. Die Temperaturabhängigkeit des Längswiderstands ist im Falle von Grenzflächenrauigkeitsstreuung äußerst komplex und bedarf nach Sakaki et al. zur weiterführenden Analyse a priori einer genauen Kenntnis der Art der vorherrschenden Rauigkeit [131].

Die Annahme einer Grenzflächenrauigkeit wird durch AFM-Aufnahmen an geätzten GaAs-Oberflächen gestützt. Wir fanden für die bei optimalen Prozessparametern geätzte Probe die geringste Oberflächenrauigkeit. Für vom Optimum abweichende Prozessparameter stellten wir eine Rauigkeit fest, welche in dem über Modellrechnungen an dem Streuzeitenverhältnis τ_t zu τ_s , festgestellten Rahmen liegen.

In der Ferninfrarot-Spektroskopie (FIR) zeigten die CGE-geätzten Proben eine Störung der Zyklotronresonanz. Abhängig von den Prozessparametern spaltet die Resonanz im Magnetfeld ungefähr bei Füllfaktor $\nu = 4$ in zwei Resonanzen auf. Mit steigendem Magnetfeld laufen diese Resonanzen parallel zueinander und vereinen sich ungefähr bei Füllfaktor $\nu = 2$ wieder zur ursprünglichen Zyklotronresonanz. Die Oszillatorstärke wird dabei mit sinkendem Füllfaktor von der niederenergetischen Mode zur energetisch höherliegenden übertragen. Die maximale Stärke der Aufspaltung hängt direkt von der Abweichung der Prozessparameter vom Optimum ab.

Einen direkten Zusammenhang zwischen der Position der Anomalie im Magnetfeld und dem Füllfaktor konnten wir, durch Variation der Ladungsträgerdichte über ein metallisches *gate*, nicht nachweisen.

Auch eine Wechselwirkung der Aufspaltung mit der Intersubbandresonanz wurde durch Verkippen einer Probe um 25° überprüft und als nicht dienlich zur Erklärung der beobach-

teten Zyklotronresonanz-Aufspaltung befunden. Zwar konnte eine Wechselwirkung zwischen der Zyklotronresonanz an sich und der Intersubbandresonanz belegt werden, die Resonanz-aufspaltung blieb jedoch unbeeinflusst.

Auch ein Vergleich unserer Anomalie mit ähnlichen von anderen Forschungsgruppen beobachteten Aufspaltungen der Zyklotronresonanz [146,140,143,147] führte zu keiner weitergehenden Identifikation des dominanten Streumechanismus.

Ein Zusammenhang der Aufspaltung mit einer Elektron-Elektron-Wechselwirkung wurde überprüft, mit dem Ergebnis, dass eine solche Wechselwirkung alleine nicht für die Aufspaltung verantwortlich sein kann.

Der Mechanismus, welcher zur beobachteten Aufspaltung führt, konnte nicht abschließend geklärt werden. Ein Modell, welches eine Grenzflächenrauigkeit durch Dot- oder Antidot-artige Arrays [162,163] simuliert, wäre denkbar.

Zur finalen Klärung des an der geätzten überwachsenen Grenzfläche dominierenden Streumechanismus wäre eine ladungsträgerdichteabhängige Analyse des Streuzeitenverhältnisses τ zu τ_s notwendig [164,165]. Diese Analyse war uns leider mit den zur Verfügung stehenden Messaufbauten nicht möglich, da für einen Fit der Einhüllenden der SdH-Oszillationen eine hinreichende Anzahl von beobachteten Oszillationen notwendig ist. Im Besonderen bei niedrigen Ladungsträgerdichten wären dazu höhere Magnetfelder notwendig als die, welche uns zur Verfügung standen.

Mit dem optimierten CGE-Prozess war es schließlich möglich, eine durch einen CAIBE-Prozess (*chemical assisted ion beam etching*) geschädigte Oberfläche so weit zu reinigen, dass sich nach Überwachsen dieser Oberfläche mit einer modulationsdotierten Heterostruktur ein 2DES mit einer Ladungsträgerbeweglichkeit von $5.300 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ an der Grenzfläche ausbildete. Dies belegt, dass sich mit CGE eine Reihe von intensiven Kristallschädigungen [69] entfernen lassen. Erfahrungen mit einem MBE-System, welches ein offensichtliches Kontaminationsproblem aufwies, deuten an, dass die Qualität des geätzten Ausgangsmaterials einen starken Einfluss auf die Qualität einer geätzten und überwachsenen Grenzfläche hat. Die Möglichkeit, dass Kristallkontaminationen beim CGE-Prozess auf der Substratoberfläche aufschwimmen (segregieren), kann nicht ausgeschlossen werden. Es wäre damit denkbar, dass sich im Volumenmaterial verdünnte Kontaminationen an einer geätzten und überwachsenen Grenzfläche anreichern.

Erste Versuche mit *ex situ* vorstrukturierten Substraten, welche *in situ* geätzt und anschließend MBE-überwachsen wurden, zeigten im Magnetotransport keine elektronische Aktivität. In der Ferninfrarot-Spektroskopie (FIR) konnte nach Beleuchten verschiedener Proben eine schwache Resonanz beobachtet werden, die wir allerdings als den $1s-2p_+$ -Übergang eines an eine positive Störstelle gebundenes Elektrons deuten. REM-Aufnahmen belegen das lagenweise und glatte Wachstum auf den geätzten Substraten.

Insgesamt wurde ein stabiler *in situ*-Ätzprozess etabliert und dessen Fähigkeit bei der Herstellung von geätzten und überwachsenen Strukturen belegt. Zeitweise Probleme mit dem genutzten MBE-System zeigten jedoch, dass hochwertige Ausgangssubstrate unabdingbare Grundlage für hochbewegliche geätzte und überwachsenen Strukturen sind. Der Umstand, dass während des intensiven Betriebes der Prozesskammer mit dem MBE-System hochbewegliche HEMT-Strukturen mit einer Ladungsträgerbeweglichkeit von über $700.000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ hergestellt wurden, zeigt, dass der Chlorprozess das MBE-System nicht nachweisbar negativ beeinflusst.

Zukünftige Aufgaben liegen in der weitergehenden Erforschung des CGE-Parameterraumes. So könnten Optimierungsserien bei höheren und niedrigeren Prozessdrücken weitere Erkenntnisse über die Aktivierungsenergien beim CGE-Ätzen der verschiedenen Halbleitermaterialien bringen. Die verschiedenen Temperaturen für eine maximale Ladungsträgerbeweglichkeit bei konstantem Chlordruck, aufgetragen gegen den Chlordruck im Arrhenius-Plot, könnten zudem besser mit den von Tanaka et al. publizierten Daten [29] bezüglich der Chlordruck- und Temperatur-abhängigen Stöchiometrie verglichen werden. Darüber hinaus ist nicht auszuschließen, dass es bestimmte Prozessparameter gibt, bei denen bestimmte Kontaminationen effektiver beseitigt werden als bei den in dieser Arbeit vorgestellten.

Als eine besondere Herausforderung sehe ich die Optimierung der ex situ-Vorpräparation. Im Besonderen dürfte hier die finale Oxidation der Probenoberfläche eine wichtige Rolle spielen. Dabei muss ein stöchiometrisches Oxid erzeugt werden, welches nach der Desorption im Vakuum eine möglichst glatte und kontaminationsfreie Oberfläche hinterlässt. Erste Versuche wurden bereits in dieser Arbeit vorgenommen. Ebenso könnte die verwendete Nass-Chemie einen erheblichen Einfluss auf die auf dem Substrat zurückbleibenden Kontaminationen haben, welche sich eventuell ganz unterschiedlich gut über die Oxiddesorption und den anschließenden Ätzprozess entfernen lassen.

Sollte es schließlich gelingen einen Ätzprozess zu etablieren, welcher es erlaubt, ex situ-Photolithographie mit anschließendem MBE-Überwachsen so zu kombinieren, dass an den geätzten und überwachsenen Grenzflächen hochbewegliche niedrigdimensionale Elektronensysteme entstehen, so würde sich ein großes neues Feld für den Einsatz der MBE auf tun. Viele Strukturen, welche bis dato nur über selbstorganisiert gewachsene Strukturen erforscht werden konnten (eingebettete Quantendots, Quantenringe, etc.), könnten dann an gezielt dimensionierbaren Strukturen in sauber angeordneten Arrays untersucht werden. Eingebettete, extrem schmale Quantendrähte, welche sich bis heute nur mit der als *cleaved edge overgrowth* (CEO) bekannten Methode herstellen lassen, könnten ebenfalls in großflächigen Arrays angeordnet werden, was einen Zugang über spektroskopische Untersuchungsmethoden erlauben würde. Möglicherweise ließen sich nicht-Kohnsche Potentiale schaffen, in denen man Elektron-Elektron-Wechselwirkungen studieren kann. Bereits jetzt könnte es möglich sein, dass die hier entwickelte Technologie sich zum Überwachsen hochdotierter, strukturierter Rückkontakte eignet. Dies würde neuartige Geometrien z.B. für die Kapazitätsspektroskopie an *metal insulator semiconductor* (MIS)-Strukturen zulassen

Abschließend möchte ich erwähnen, dass ich, obwohl der MBE-Gott zum Teil gegen uns war, weiterhin an das große Potential dieser Technologie glaube. Ich denke, dass bereits die in dieser Arbeit gewonnenen Erkenntnisse eine Vielzahl von bis dato nicht genutzten Einsatzmöglichkeiten bieten.